

Manuel d'épreuves et de critères

Septième édition révisée



NATIONS UNIES
New York et Genève, 2019

NOTE

Les appellations employées dans la présente publication et la présentation des données qui y figurent n'impliquent de la part du Secrétariat de l'Organisation des Nations Unies aucune prise de position quant au statut juridique des pays, territoires, villes ou zones, ou de leurs autorités, ni quant au tracé de leurs frontières ou limites.

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

Copyright © Nations Unies, 2019

Tous droits réservés.

Il est interdit de reproduire, de stocker dans un système de recherche de données ou de transmettre sous quelque forme ou par quelque moyen que ce soit, électronique, électrostatique, mécanique, enregistrement magnétique, photocopie ou autre, un passage quelconque de la présente publication, aux fins de vente, sans avoir obtenu au préalable l'autorisation écrite de l'Organisation des Nations Unies.

PUBLICATION DES NATIONS UNIES
Numéro de vente : F.20.VIII.1
ISBN 978-92-1-139173-2 e-ISBN 978-92-1-004504-9
ISSN 1014-7179 eISSN: 2412-4672

INTRODUCTION

Le « *Manuel d'épreuves et de critères* » contient des critères, des méthodes d'épreuve et des procédures qu'il convient d'appliquer pour classer les marchandises dangereuses conformément aux dispositions des « *Recommandations des Nations Unies relatives au transport des marchandises dangereuses, Règlement type* », ainsi que les produits chimiques qui présentent des dangers physiques selon le « *Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques, SGH* ». Il complète donc également les règlements nationaux et internationaux qui ont été établis sur la base du Règlement type ou du SGH.

Élaboré à l'origine par le Comité d'experts du transport de marchandises dangereuses du Conseil économique et social, qui a adopté la première version en 1984, le Manuel d'épreuves et de critères a été régulièrement mis à jour et modifié. Actuellement, sa mise à jour est effectuée sous l'égide du Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses et du système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques, qui remplace le comité d'origine depuis 2001.

À sa neuvième session (7 décembre 2018), le Comité a adopté une série d'amendements à la sixième édition du Manuel, telle que modifiée par l'amendement 1. La présente septième édition révisée tient compte de ces amendements, qui ont été circulés sous la cote ST/SG/AC.10/46/Add.2.

En outre, notant que les travaux visant à faciliter l'utilisation du Manuel dans le contexte du SGH étaient achevés, le Comité a estimé que la référence aux « *Recommandations relatives au transport des marchandises dangereuses* » dans le titre du Manuel n'était plus appropriée et a décidé que le Manuel devrait désormais s'intituler « *Manuel d'épreuves et de critères* ». ¹

Les nouveaux amendements adoptés en 2018 comprennent :

- une révision complète du texte du Manuel visant à faciliter son utilisation dans le contexte du SGH ;
- une nouvelle procédure d'épreuve sous la série d'épreuve 8, servant à déterminer la sensibilité d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine à l'effet d'une inflammation localisée sous fort confinement (sous-section 18.8) ;
- de nouvelles dispositions concernant le classement des matières qui polymérisent, en vue de leur transport ;
- les épreuves de stabilité pour les mélanges de nitrocellulose (nouvel appendice 10) ; et
- une synthèse des résultats de classification pour la nitrocellulose industrielle conformément au chapitre 2.17 du SGH, qui peuvent être utilisés pour les produits à base de nitrocellulose industrielle (nouvel appendice 11).

¹ Voir le rapport du Comité d'experts sur sa neuvième session, document ST/SG/AC.10/46, paragraphe 19.

TABLE DES MATIÈRES GÉNÉRALE

<u>Section</u>	<u>Page</u>
1. INTRODUCTION GÉNÉRALE (Introduction, Classes de danger dans le Règlement type et dans le SGH, Ordre de prépondérance des caractéristiques de danger, Plan du Manuel, Sécurité, Conditions générales relatives aux épreuves, Méthodes d'épreuve recommandées et Communication des données).....	1
PREMIÈRE PARTIE : PROCÉDURES DE CLASSEMENT, ÉPREUVES ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES ET OBJETS EXPLOSIBLES	11
10. INTRODUCTION À LA PREMIÈRE PARTIE (Objet, Domaine d'application, Procédure d'acceptation, Procédure d'affectation à une division de la classe des matières et objets explosibles, Exemples de rapports d'épreuve).....	19
11. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 1 (pour déterminer si une matière a des propriétés explosives)	45
12. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 2 (pour déterminer si une matière est trop insensible pour être incluse dans la classe des matières et objets explosibles).....	65
13. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 3 (pour déterminer si une matière est une matière explosible instable dans la forme sous laquelle elle a été éprouvée).....	85
14. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 4 (pour déterminer si un objet, un objet emballé ou une matière emballée sont trop dangereux pour le transport et sont classés comme des explosifs instables selon le GHS)	155
15. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 5 (pour déterminer si une matière est une matière explosible très peu sensible présentant un danger d'explosion en masse)	161
16. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 6 (pour affecter une matière ou un objet aux Divisions 1.1, 1.2, 1.3 ou 1.4 ou pour l'exclure de la classe des matières et objets explosibles)	175
17. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 7 (pour déterminer si un objet peut être affecté à la Division 1.6)	189
18. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 8 (pour déterminer si une émulsion, une suspension ou un gel de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA) est suffisamment insensible pour être classé comme matière comburante et pour déterminer son aptitude au confinement en citernes	211
DEUXIÈME PARTIE : PROCÉDURES DE CLASSEMENT, ÉPREUVES ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES AUTORÉACTIVES, PEROXYDES ORGANIQUES ET MATIÈRES QUI POLYMÉRISENT	237
20. INTRODUCTION À LA DEUXIÈME PARTIE (Objet, Domaine d'application, Procédure préliminaire, Procédure de classement, Exemples de rapports d'épreuve).....	243
21. ÉPREUVES DE LA SÉRIE A (pour déterminer s'il y a propagation de la détonation)	255
22. ÉPREUVES DE LA SÉRIE B (pour déterminer s'il peut y avoir détonation dans l'emballage)	267

TABLE DES MATIÈRES GÉNÉRALE (suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
23. ÉPREUVES DE LA SÉRIE C (pour déterminer s'il peut y avoir propagation de la déflagration).....	271
24. ÉPREUVES DE LA SÉRIE D (pour déterminer s'il y a déflagration rapide dans le colis)	283
25. ÉPREUVES DE LA SÉRIE E (pour déterminer quelle est la réaction au chauffage sous confinement)	285
26. ÉPREUVES DE LA SÉRIE F (pour déterminer la puissance explosive)	301
27. ÉPREUVES DE LA SÉRIE G (pour déterminer s'il peut y avoir explosion sous l'effet de la chaleur dans le colis)	321
28. ÉPREUVES DE LA SÉRIE H (pour déterminer la température de décomposition auto-accélérée ou point de décomposition exothermique et la température de polymérisation auto-accélérée).....	325
 TROISIÈME PARTIE : PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À DIFFÉRENTES CLASSES DE DANGER	
30. INTRODUCTION À LA TROISIÈME PARTIE (Objet, Domaine d'application)	355
31. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À L'INFLAMMABILITÉ DES AÉROSOLS	357
32. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES LIQUIDES ET AUX LIQUIDES INFLAMMABLES.....	373
33. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES SOLIDES INFLAMMABLES, AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉS, AUX MATIÈRES SPONTANÉMENT INFLAMMABLES ET AUX MATIÈRES, QUI, AU CONTACT DE L'EAU, DÉGAGENT DES GAZ INFLAMMABLES	383
34. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES SOLIDES ET LIQUIDES COMBURANTES	399
35. DÉTERMINATION DE L'INSTABILITÉ CHIMIQUE DES GAZ ET DES MÉLANGES DE GAZ.....	421
36. <i>Section réservée</i>	429
37. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES CORROSIVES POUR LES MÉTAUX	431
38. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES ET OBJETS DE LA CLASSE 9 POUR LE TRANSPORT.....	435
39. PROCÉDURE DE CLASSEMENT ET CRITÈRES DE CLASSIFICATION APPLICABLES AUX ENGRAIS AU NITRATE D'AMMONIUM.....	457

TABLE DES MATIÈRES GÉNÉRALE (suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
QUATRIÈME PARTIE : MÉTHODES D'ÉPREUVES APPLICABLES AUX ÉQUIPEMENTS DE TRANSPORT	461
40. INTRODUCTION À LA QUATRIÈME PARTIE (Objet, Domaine d'application)	465
41. ESSAI DYNAMIQUE DE RÉSISTANCE AUX IMPACTS LONGITUDINAUX DES CITERNES MOBILES ET DES CONTENEURS À GAZ À ÉLÉMENTS MULTIPLES (CGEM)	467
CINQUIÈME PARTIE : PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX SECTEURS AUTRES QUE LE TRANSPORT	475
50. INTRODUCTION À LA CINQUIÈME PARTIE (Objet, Domaine d'application)	479
51. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES	481
APPENDICES	
Appendice 1 CARACTÉRISTIQUES DES DÉTONATEURS NORMALISÉS.....	493
Appendice 2 MÉTHODE BRUCETON ET ESSAI DE COMPARAISON DES ÉCHANTILLONS.....	497
Appendice 3 CAVITATION DES ÉCHANTILLONS	501
Appendice 4 CORRESPONDANTS NATIONAUX POUVANT FOURNIR DES PRÉCISIONS SUR LES ÉPREUVES	505
Appendice 5 EXEMPLE DE MÉTHODE D'ESSAI POUR LE DIMENSIONNEMENT DES DISPOSITIFS DE DÉCOMPRESSION	507
Appendice 6 PROCÉDURES DE PRÉSÉLECTION	513
Appendice 7 ÉPREUVES DES COMPOSITIONS ÉCLAIR	519
Appendice 8 DESCRIPTEURS DE RÉACTIONS.....	531
Appendice 9 ÉPREUVE BALISTIQUE DE PROJECTION D'ÉNERGIE POUR LES CAROUCHES POUR ARMES DE PETIT CALIBRE (NUMERO ONU 0012)....	535
Appendice 10 ÉPREUVES DE STABILITÉ POUR LES MÉLANGES DE NITROCELLULOSE	537
Appendice 11 SYNTHÈSE DES RÉSULTATS DE CLASSIFICATION POUR LA NITROCELLULOSE INDUSTRIELLE AUX FINS DE LA DISTRIBUTION ET DE L'UTILISATION CONFORMÉMENT AU CHAPITRE 2.17 DU SGH, QUI PEUVENT ÊTRE APPLIQUÉES AUX PRODUITS À BASE DE NITROCELLULOSE INDUSTRIELLE	545

SECTION 1

INTRODUCTION GÉNÉRALE

1.1 Introduction

1.1.1 L'objet du Manuel d'épreuves et de critères (ci-après dénommé « Manuel ») est de présenter le système ONU de classification des marchandises dangereuses soumises aux règlements en matière de transport et des matières dangereuses conformément au Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques. Il décrit, en outre, les méthodes d'épreuves et procédures jugées les plus utiles pour fournir aux responsables de la classification l'information nécessaire à une classification correcte. Bien que le terme « responsable(s) de la classification » soit utilisé de manière générique dans tout le Manuel pour indiquer l'entité fournissant la classification, dans certains secteurs, il peut être spécifiquement limité à une autorité compétente ou à une autorité d'épreuve désignée et dans d'autres secteurs il peut couvrir l'auto-classification par les fabricants ou les fournisseurs. Le secteur applicable en ce qui concerne la classification devrait être pris en compte pour chaque occurrence de ce terme afin d'identifier correctement l'entité responsable de la classification.

1.1.2 Le présent Manuel devrait être utilisé en conjonction avec les plus récentes versions :

- a) des Recommandations relatives au transport des marchandises dangereuses (ci-après dénommées « les Recommandations ») et du Règlement type annexé à ces Recommandations (ci-après dénommé « le Règlement type ») ; et
- b) du Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques (ci-après dénommé « le SGH »).

1.1.3 Les définitions des termes utilisés dans le Manuel figurent dans le chapitre 1.2 et dans l'appendice B du Règlement type ainsi que dans le SGH. Sauf indication contraire, le terme « matière » utilisé dans le présent Manuel désigne aussi bien les substances que les mélanges et les solutions.

1.1.4 Les méthodes d'épreuves et les critères contenus dans le présent Manuel ont été élaborés à l'origine pour la classification à des fins de transport, raison pour laquelle on trouve souvent dans ses éditions précédentes (jusqu'à la sixième édition révisée) la formule « tel qu'emballé pour le transport ». Étant donné que pour les dangers physiques le SGH fait référence aux épreuves décrites dans le présent Manuel, afin de faciliter son utilisation dans d'autres secteurs que celui du transport, on utilise à présent plutôt l'expression « tel que présenté pour la classification », le cas échéant. Ainsi, par exemple, si la classification à déterminer concerne des produits tel qu'emballés pour le transport, « tel que présenté pour la classification » signifie « tel que présenté au transport ». En revanche, si la classification à déterminer concerne des secteurs autres que le transport dans le cadre du SGH, « tel que présenté pour la classification » signifie « dans les conditions pertinentes pour l'application en question, par exemple distribution et consommation ». Des détails complémentaires sur les raisons de cette modification sont donnés ci-dessous.

1.1.5 Les résultats des épreuves décrites dans le présent Manuel sont avant tout liés aux propriétés intrinsèques des matières soumises aux épreuves. Cependant, ils peuvent aussi être affectés par d'autres paramètres physiques tels que la densité, la granulométrie (distribution) et l'humidité. Pour certains dangers physiques, les résultats des épreuves, et donc la classification, peuvent aussi dépendre de la quantité d'échantillon et de l'emballage.

1.1.6 Pour toutes ces raisons, il faudrait tenir compte des paramètres et circonstances mentionnés plus haut lors de l'examen des résultats des épreuves, en particulier pour la classification concernant des secteurs autres que le transport.

1.1.7 Il faut remarquer que le Manuel n'est pas une formulation concise de procédures d'épreuve aboutissant infailliblement à une classification correcte. Cela suppose donc que l'organisme chargé des épreuves a la compétence technique voulue. S'il y a lieu, l'autorité compétente pourra renoncer à exécuter certaines épreuves, modifier les conditions d'épreuve, et prescrire des épreuves supplémentaires si elle le considère nécessaire pour obtenir une évaluation fiable et réaliste des dangers présentés par un produit. Dans

certain cas, on peut appliquer une procédure de présélection à échelle réduite pour décider s'il y a lieu ou non d'exécuter des épreuves de classement à pleine échelle. Des exemples de procédures figurent dans l'introduction à certaines séries d'épreuves ainsi que dans l'appendice 6. Les exemples qui peuvent être énumérés dans les différentes procédures d'épreuve sont donnés à des fins d'illustration et uniquement à titre indicatif.

1.1.8 Dans les cas où la classification correcte des matières et objets de certaines classes incombe à l'autorité compétente, il est normal et c'est une pratique établie de tenir dûment compte du résultat des épreuves ou du classement effectués par d'autres autorités compétentes lorsque celui-ci est mis à disposition.

1.1.9 Dans tout le Manuel le texte et les références s'efforcent d'être sectoriellement neutres, mais ils doivent parfois être propres à certains secteurs. Ainsi, par exemple, la quatrième partie est utilisée pour l'équipement de transport et la cinquième partie pour les secteurs autres que le transport. Il existe aussi une certaine spécificité sectorielle dans la première et la deuxième partie qui décrivent les épreuves applicables aux colis tel que présentés au transport. La classification des matières et objets explosibles pour le transport au niveau de la division ne s'applique souvent qu'à une configuration bien définie, dont la quantité et le confinement (emballage) sont préparés en vue du transport. Les secteurs autres que le transport peuvent tirer parti de la classification des matières et objets explosibles pour le transport.

1.2 Classes de danger dans le Règlement type et dans le SGH

1.2.1 Classes de danger dans le Règlement type

1.2.1.1 Les matières et objets visés dans le Règlement type sont affectés à l'une des neuf classes selon le danger ou le danger principal qu'ils présentent pour le transport. Certaines de ces classes sont subdivisées en divisions qui correspondent à un type de danger plus spécifique dans la classe considérée. L'ordre dans lequel les classes et les divisions sont organisées est cependant sans rapport avec le degré de danger.

1.2.1.2 En outre, aux fins d'emballage, certaines marchandises dangereuses sont affectées à l'un des trois groupes d'emballage en fonction du degré de danger qu'elles présentent :

- a) Groupe d'emballage I : matières très dangereuses ;
- b) Groupe d'emballage II : matières moyennement dangereuses ;
- c) Groupe d'emballage III : matières faiblement dangereuses.

Le groupe d'emballage auquel une matière est affectée est indiqué dans la liste des marchandises dangereuses du chapitre 3.2 du Règlement type. Les objets ne sont pas affectés aux groupes d'emballage.

1.2.1.3 Les marchandises dangereuses remplissant les critères de plusieurs classes ou divisions de danger qui ne figurent pas dans la Liste des marchandises dangereuses sont affectées à une classe et division et assorties d'un ou plusieurs dangers subsidiaires sur la base de l'ordre de prépondérance des caractéristiques de danger.

1.2.1.4 *Ordre de prépondérance des caractéristiques de danger aux fins de transport*

1.2.1.4.1 On peut se baser sur le tableau du paragraphe 2.0.3.3 du chapitre 2.0 du Règlement type pour déterminer la classe dont relève une matière présentant plus d'un danger lorsque cette matière ne figure pas dans la liste des marchandises dangereuses du chapitre 3.2 du Règlement type. Pour les marchandises présentant plusieurs dangers qui ne figurent pas nommément dans cette liste, le plus rigoureux des divers groupes d'emballage correspondant à ces dangers a priorité sur les autres, quel que soit l'ordre de prépondérance des dangers indiqué dans le tableau.

1.2.1.4.2 Le tableau d'ordre de prépondérance des caractéristiques de danger du chapitre 2.0 du Règlement type ne s'applique pas aux matières et objets ci-après, car leurs caractéristiques principales de danger ont toujours prépondérance :

- a) Matières et objets de la classe 1 ;
- b) Gaz de la classe 2 ;
- c) Matières explosibles désensibilisées liquides de la classe 3 ;
- d) Matières autoréactives et matières explosibles désensibilisées solides de la division 4.1 ;
- e) Matières pyrophoriques de la division 4.2 ;
- f) Matières de la division 5.2 ;
- g) Matières de la division 6.1 ayant une toxicité à l'inhalation correspondant au groupe d'emballage I ;
- h) Matières de la division 6.2 ; et
- i) Matières radioactives de la classe 7.

1.2.1.4.3 Les matières autoréactives, du type A au type G, ne doivent pas être éprouvées suivant l'épreuve d'échauffement spontané N.4 car le résultat du test donnerait un faux résultat positif (c'est-à-dire une augmentation de la température due à la décomposition thermique plutôt qu'à l'auto-échauffement oxydatif). Les matières autoréactives du type G et les peroxydes organiques du type G ayant des propriétés d'une autre classe de danger (No ONU 3149 par exemple) doivent être classés conformément aux dispositions relatives à cette classe.

1.2.2 *Classes de danger dans le SGH*

Le SGH porte sur la classification des matières en fonction des types de danger chimique (inflammabilité, toxicité et corrosivité par exemple) qui sont regroupés en tant que dangers physiques, dangers pour la santé et dangers pour l'environnement. Chaque classe de danger du SGH correspond à un type de danger tout en étant parfois spécifique à un certain état d'agrégation (solide, liquide ou gazeux). La plupart des classes de danger du SGH sont à leur tour subdivisées en catégories reflétant la gravité du danger, la catégorie 1 correspondant à la catégorie de danger la plus élevée.

1.2.3 *Relations entre le Règlement type et le SGH*

1.2.3.1 Comme le SGH couvre aussi d'autres secteurs que le transport (stockage, approvisionnement et utilisation par exemple), il englobe des dangers qui ne sont pas jugés pertinents pour le transport, notamment plusieurs dangers non-aigus pour la santé. Les différences entre les champs d'application du SGH et du Règlement type font que les dangers pris en compte dans le SGH n'ont pas tous leur équivalent dans le Règlement type et réciproquement. À titre d'exemple, il n'y a pas dans le SGH de classe de danger spécifique pour les matières radioactives (classe 7 pour le transport) et certaines des marchandises dangereuses affectées à la classe 9 pour le transport sont couvertes par d'autres classes de danger du SGH (par exemple, les matières de la classe 9 dangereuses pour l'environnement qui peuvent relever de la classe de danger « dangers pour le milieu aquatique » du SGH).

1.2.3.2 En outre, alors qu'une classe pour le transport peut couvrir plusieurs types différents de dangers, chaque classe de danger du SGH ne couvre généralement qu'un seul type de danger. Ainsi, par exemple, les matières de la classe 4 pour le transport peuvent relever de sept classes de danger différentes du SGH. Par ailleurs, alors que les classes pour le transport sont identifiées par un chiffre (1 à 9), les classes de danger du SGH sont identifiées par un nom reflétant le type de danger chimique (« solides inflammables » par exemple). De plus, le concept de prépondérance des dangers tel qu'il est défini dans le Règlement type (voir 1.2.1.4) n'existe pas dans le SGH.

1.2.3.3 La corrélation fondamentale entre les classes de danger du SGH et les classes de transport visées dans le Règlement type est indiquée au tableau 1.1. Ce tableau n'a qu'une valeur indicative et n'est pas conçu comme base unique à utiliser pour passer de la classification d'une matière ou d'un objet dans le SGH à la classification dans le Règlement type ou inversement.

Tableau 1.1 : Corrélation entre les classes de danger dans le SGH et dans le Règlement Type

Classes de danger dans le SGH	Classes de danger dans le Règlement type
Matières et objets explosibles, Division 1.1 à 1.6	Classe 1, Divisions 1.1 à 1.6
Gaz inflammables, Catégorie 1	Classe 2, Division 2.1
Aérosols	Classe 2, Division 2.1 et 2.2
Gaz comburants	Classe 2, Division 2.2 avec danger subsidiaire de division 5.1
Gaz sous pression	Classe 2
Liquides inflammables, Catégories 1 à 3	Classe 3
Matières solides inflammables	Classe 4, Division 4.1
Matières autoréactives	Classe 4, Division 4.1
Liquides pyrophoriques	Classe 4, Division 4.2
Matières solides pyrophoriques	Classe 4, Division 4.2
Matières auto-échauffantes	Classe 4, Division 4.2
Matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables	Classe 4, Division 4.3
Liquides comburants	Classe 5, Division 5.1
Matières solides comburantes	Classe 5, Division 5.1
Peroxydes organiques	Classe 5, Division 5.2
Matières corrosives pour les métaux	Classe 8
Matières explosibles désensibilisées	Classe 3 (liquides) Classe 4, Division 4.1 (solides)
Toxicité aiguë, Catégories 1, 2 et 3	Classe 6, Division 6.1 (solides et liquides) Classe 2, Division 2.3 (gaz)
Corrosion cutanée, Catégorie 1	Classe 8
Dangers pour le milieu aquatique, catégorie aiguë 1 et catégories chronique 1 et 2	Classe 9 (matières dangereuses pour l'environnement)

1.3 Plan du Manuel

1.3.1 Le Manuel est divisé en cinq parties :

Première partie : Dispositions relatives aux matières et objets explosibles ;

Deuxième partie : Dispositions relatives aux matières autoréactives, aux peroxydes organiques et aux matières qui polymérisent ;

Troisième partie : Dispositions relatives aux aérosols, aux matières explosibles désensibilisées (pour le transport seulement), aux liquides inflammables, aux solides inflammables, aux matières liquides et solides pyrophoriques, aux matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables, aux matières liquides et solides comburantes, aux gaz et mélanges de gaz chimiquement instables, aux matières corrosives pour les métaux, et aux matières et objets de la classe 9 pour le transport (engrais contenant des nitrates d'ammonium, piles au lithium métal et au lithium ionique) et aux engrais solides au nitrate d'ammonium ;

Quatrième partie : Méthodes d'épreuves applicables à l'équipement de transport ; et

Cinquième partie : Procédures de classement, méthodes d'épreuve et critères relatifs aux secteurs autres que le transport.

1.3.2 On trouvera également dans le Manuel des appendices concernant les informations communes à différents types d'épreuves, les correspondants nationaux pour les conditions d'épreuves, un exemple de méthode de dimensionnement des dispositifs de décompression pour les citernes mobiles pour les peroxydes organiques et les matières autoréactives, les procédures de présélection, l'épreuve des compositions éclair pour

le classement des artifices de divertissement, les descripteurs de réactions et l'épreuve balistique de projection d'énergie pour les cartouches pour armes de petit calibre.

1.3.3 Le système d'attribution des codes identifiant les épreuves est celui indiqué dans le tableau 1.2.

Tableau 1.2 : Codes désignant les épreuves

Partie du Manuel	Série d'épreuves	Type d'épreuve	Numéro d'épreuve	Exemple de code d'identification
1ère	1 - 8	a), b), etc.	i), ii), etc. ^a	2 a) i)
2ème	A - H	-	1, 2, etc.	A.1
3ème	C, L - U	-	1, 2, etc.	L.1

^a *Lorsqu'un type d'épreuve ne comprend qu'une seule épreuve, les chiffres romains ne sont pas utilisés.*

1.3.4 Chaque épreuve est affectée d'un code unique et est décrite comme suit :

- x.1 Introduction
- x.2 Appareillage et matériels
- x.3 Mode opératoire (avec indication des observations à effectuer et des données à recueillir)
- x.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats
- x.5 Exemples de résultats

NOTA : Il n'est pas normalement donné d'exemples de résultats pour les épreuves sur les objets, car ces résultats s'appliquent spécifiquement à l'objet éprouvé et ne permettent pas de contrôler la validité de la procédure d'épreuve. Pour ce qui est des résultats d'épreuve sur les matières, ils peuvent différer de ceux cités en exemple si la forme physique, la composition, le degré de pureté, etc. de la matière est lui-même différent. Les résultats cités ne doivent donc pas être considérés comme des normes.

Figures x.1, x.2, x.3, etc. (schémas et dessins relatifs à l'appareillage, etc.)

NOTA : Sauf autre mention, les cotes indiquées sur les figures sont en millimètres.

1.4 Sécurité

1.4.1 Afin de garantir la sécurité du personnel de laboratoire, le fabricant ou le demandeur devrait fournir, pour toute nouvelle matière à classer, toutes les données de sécurité dont il dispose sur cette matière comme les données de toxicité par exemple voir chapitre 1.5 et annexe 4 du SGH pour des directives sur l'élaboration des fiches de données de sécurité).

1.4.2 Surtout lorsqu'une matière est présumée avoir des propriétés explosives, il est indispensable, pour garantir la sécurité du personnel de laboratoire, d'exécuter des épreuves préliminaires à petite échelle avant de manipuler de plus grandes quantités. Ces essais viseront à déterminer la sensibilité de la matière aux sollicitations mécaniques (choc et frottement) ainsi qu'à la chaleur et à la flamme.

1.4.3 Lors de l'exécution des épreuves impliquant un amorçage de matières ou d'objets potentiellement explosibles, on devra respecter un délai de sécurité suffisant, fixé par l'organisme responsable des épreuves, après l'amorçage.

1.4.4 Des précautions spéciales doivent être prises lors du maniement d'un échantillon ayant été soumis à des épreuves car ces derniers peuvent avoir causé des modifications rendant la matière plus sensible ou instable. Pour cette raison, les échantillons ayant subi des épreuves doivent être détruits le plus tôt possible après ceux-ci.

1.5 Conditions générales relatives aux épreuves

1.5.1 Les dispositions énoncées dans les méthodes d'épreuve doivent être suivies d'aussi près que possible. Si un paramètre n'y est pas spécifié, on devra appliquer les conditions énoncées ci-dessous. S'il n'est pas indiqué de tolérance dans les dispositions d'épreuves, la précision à respecter sera fonction du nombre de décimales après la virgule pour toute dimension indiquée (1,1 signifiant une valeur comprise entre 1,05 et 1,15). Si les conditions lors de l'épreuve s'écartent de celles prescrites, l'écart doit être décrit et la raison doit en être donnée dans le rapport d'épreuve.

1.5.2 La composition de l'échantillon éprouvé doit être représentative du produit à classer. La teneur en substances actives et en diluants doit être indiquée dans le rapport d'épreuve avec une précision au moins égale à $\pm 2\%$ en masse. L'existence de facteurs susceptibles d'influer sensiblement sur le résultat d'une épreuve, humidité par exemple, doit être indiquée avec la plus grande précision possible dans le rapport d'épreuve.

1.5.3 Tout l'appareillage d'essai entrant en contact avec la matière soumise à l'épreuve doit être construit en matériaux non susceptibles d'influer sur les résultats de celle-ci, notamment par effet de catalyse. S'il subsiste un risque de cette nature, on doit prendre des précautions particulières pour éviter que les résultats ne puissent en être affectés (passivation des matériaux par exemple) ; les précautions prises doivent être précisées dans le rapport.

1.5.4 Les épreuves doivent être exécutées dans des conditions (température, densité, etc.) qui sont représentatives des circonstances prévues, par exemple pour le transport ou l'entreposage. Si ces circonstances ne correspondent pas aux conditions d'épreuve énoncées, il pourra être nécessaire d'exécuter des épreuves supplémentaires spécialement conçues pour tenir compte des conditions à prévoir (température plus élevée par exemple). Les conditions physiques relatives à l'échantillon, lorsqu'elles sont pertinentes (résultats dépendant de la granulométrie par exemple), doivent être indiquées dans le rapport d'épreuve.

1.6 Méthodes d'épreuve recommandées

1.6.1 On trouve dans le Manuel des descriptions des méthodes d'épreuve et des critères à utiliser pour obtenir les informations nécessaires pour attribuer une classification correcte. Dans certains cas, il existe plus d'une méthode d'épreuve pour une propriété donnée. Grâce à des travaux comparatifs entre ces épreuves, il a été possible d'en identifier une qui peut être recommandée parmi les autres méthodes d'épreuve équivalentes. Les méthodes d'épreuve recommandées pour le classement des matières et objets explosibles (première partie du Manuel) sont énumérées dans le tableau 1.3, et celles pour le classement des matières autoréactives et peroxydes organiques (deuxième partie du Manuel) sont énumérées au tableau 1.4. À moins qu'il n'en soit spécifié autrement, toutes les méthodes d'épreuve mentionnées dans la troisième partie du Manuel sont des méthodes d'épreuve recommandées. Les autres épreuves d'un groupe sont considérées comme variantes admises et peuvent continuer d'être utilisées pour le classement.

1.6.2 Sur la base également des résultats de travaux comparatifs, certaines épreuves ont été supprimées. Étant donné cependant que certains pays disposent de bases de données utilisant comme référence le numéro d'épreuve, la numérotation des épreuves telle qu'elle figurait jusqu'ici dans le Manuel n'a pas été modifiée, sauf lorsque des méthodes d'épreuve existantes ont été réaffectées à d'autres types.

1.6.3 À terme, l'objectif est de disposer d'une seule méthode d'épreuve ONU, ou combinaison d'épreuves, pour chaque propriété. Il est cependant impossible de le faire dans tous les cas actuellement, tant que les méthodes recommandées n'auront pas été plus largement utilisées.

1.6.4 Tout pays ou organisme proposant de nouvelles méthodes d'épreuve en vue de leur inclusion dans le Manuel devrait être en mesure de prouver que la nouvelle méthode représente un progrès notable par rapport à la méthode existante recommandée. Dans un tel cas, la nouvelle méthode pourra être ajoutée à la liste comme variante, jusqu'à ce qu'elle ait été mise à l'essai par les laboratoires d'autres pays.

Tableau 1.3 : Épreuves recommandées dans la première partie

Série d'épreuve	Type d'épreuve	Code d'épreuve	Nom de l'épreuve
1	a)	1 a)	Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU
1	b)	1 b)	Épreuve de Koenen
1	c)	1 c) i)	Épreuve pression/temps
2	a)	2 a)	Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU
2	b)	2 b)	Épreuve de Koenen
2	c)	2 c) i)	Épreuve pression/temps
3	a)	3 a) ii)	Épreuve au mouton de choc BAM
3	b)	3 b) i)	Épreuve de frottement BAM
3	c)	3 c) i)	Épreuve de stabilité thermique à 75 °C
3	d)	3 d)	Épreuve de combustion à petite échelle
4	a)	4 a)	Épreuve de stabilité thermique pour les objets non emballés et les objets emballés
4	b)	4 b) i)	Épreuve de chute en tube d'acier pour les liquides
4	b)	4 b) ii)	Épreuve de chute de 12 m pour les objets non emballés, les objets emballés et les matières emballées
5	a)	5 a)	Épreuve de sensibilité à l'amorce
5	b)	5 b) ii)	Épreuve de passage de la déflagration à la détonation (USA)
5	c)	5 c)	Épreuve du feu extérieur pour les matières de la division 1.5
6	a)	6 a)	Épreuve sur un seul colis
6	b)	6 b)	Épreuve sur une pile de colis
6	c)	6 c)	Épreuve du feu extérieur (brasier)
6	d)	6 d)	Épreuve sur un colis sans confinement
7	a)	7 a)	Épreuve de sensibilité à l'amorce pour MDEPS
7	b)	7 b)	Épreuve d'amorçage de la détonation pour MDEPS
7	c)	7 c) ii)	Épreuve de friabilité
7	d)	7 d) i)	Épreuve de l'impact de balle pour MDEPS
7	e)	7 e)	Épreuve du feu extérieur pour MDEPS
7	f)	7 f)	Épreuve de chauffage lent pour MDEPS
7	g)	7 g)	Épreuve du feu extérieur pour objets de la division 1.6
7	h)	7 h)	Épreuve de chauffage lent pour objets de la division 1.6
7	j)	7 j)	Épreuve de l'impact de balle pour objets de la division 1.6
7	k)	7 k)	Épreuve sur une pile pour objets de la division 1.6
7	l)	7 l)	Épreuve de l'impact de fragment pour les objets (ou les composants) de la division 1.6

Série d'épreuve	Type d'épreuve	Code d'épreuve	Nom de l'épreuve
8	a)	8 a)	Épreuve de stabilité à la chaleur pour les émulsions de nitrate d'ammonium (ENA)
8	b)	8 b)	Épreuve d'amorçage de la détonation pour les ENA
8	c)	8 c)	Épreuve de Koenen
8	d)	8 d)	Épreuves du tube avec évent ^a
8	e)	8 e)	CanmetCERL Minimum Burning Pressure (MBP) test

^a Ces épreuves visent à déterminer si les matières comburantes peuvent être placées dans des citernes mobiles.

Tableau 1.4 : Méthodes d'épreuve recommandées dans la deuxième partie

Séries d'épreuve	Code d'épreuve	Nom de l'épreuve
A	A.6	Épreuve de détonation de l'ONU
B	B.1	Épreuve de détonation dans un colis
C	C.1	Épreuve pression/temps
C	C.2	Épreuve de déflagration
D	D.1	Épreuve de déflagration dans un colis
E	E.1	Épreuve de Koenen
E	E.2	Épreuve de la bombe des Pays-Bas
F	F.4	Épreuve de Trauzl modifiée
G	G.1	Épreuve d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis
H	H.1	Épreuve de TDAA des États-Unis (pour colis)
H	H.2	Épreuve de stockage adiabatique (pour colis, GRV et citernes)
H	H.4	Épreuve de stockage avec accumulation de chaleur (pour colis, GRV et petites citernes)

1.7 Communication des données

1.7.1 Le classement dans la liste du chapitre 3.2 du Règlement type se fait sur la base des données transmises au Comité par les gouvernements, les organisations intergouvernementales et les autres organisations internationales sur la fiche de renseignements (figure 1 des Recommandations). Des données supplémentaires sont nécessaires pour le classement :

- a) des matières et objets explosibles (voir 10.5) ;
- b) des matières autoréactives (voir 20.5) ; et
- c) des peroxydes organiques (voir 20.5).

1.7.2 Lorsque les épreuves sont exécutées sur des matières ou objets emballés, le rapport d'épreuve doit indiquer la quantité de matière ou le nombre d'objets par colis et le type et les caractéristiques de l'emballage.

PREMIÈRE PARTIE

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, ÉPREUVES ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES ET OBJETS EXPLOSIBLES

TABLE DES MATIÈRES DE LA PREMIÈRE PARTIE

NOTA 1 : Dans la liste qui suit, le pays ou l'organisme d'origine de chaque méthode d'épreuves est indiqué entre parenthèse après le nom de celle-ci.

2 : La méthode d'épreuves recommandée pour chaque type d'épreuve est indiquée par des caractères **gras** et par un astérisque dans la table des matières (voir à la sous-section 1.6 de l'Introduction générale).

<u>Section</u>	<u>Page</u>
10. INTRODUCTION À LA PREMIÈRE PARTIE	19
10.1 OBJET	19
10.2 DOMAINE D'APPLICATION	19
10.3 PROCÉDURE D'ACCEPTATION	20
10.3.1 Généralités.....	20
10.3.2 Types d'épreuve.....	20
10.3.3 Application des méthodes d'épreuves.....	23
10.4 PROCÉDURE D'AFFECTATION À UNE DIVISION DE LA CLASSE DES MATIÈRES ET OBJETS EXPLOSIBLES	24
10.4.1 Généralités.....	24
10.4.2 Types d'épreuve.....	24
10.4.3 Application des méthodes d'épreuves.....	29
10.5 EXEMPLES DE RAPPORTS D'ÉPREUVE	31
11. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 1	45
11.1 INTRODUCTION.....	45
11.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	45
11.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	45
11.4 SÉRIE 1, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	46
11.4.1 Épreuve 1 a) * Épreuve d'amorçage de la détonation (ONU)	46
11.5 SÉRIE 1, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	49
11.5.1 Épreuve 1 b) * Épreuve de Koenen (D)	49
11.6 SÉRIE 1, TYPE c) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	55
11.6.1 Épreuve 1 c) i) * Épreuve pression/temps (GB)	55
11.6.2 Épreuve 1 c) ii) Épreuve d'inflammation interne (USA)	62
12. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 2	65
12.1 INTRODUCTION.....	65
12.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	65
12.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	65
12.4 SÉRIE 2, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	66
12.4.1 Épreuve 2 a) * Épreuve d'amorçage de la détonation (ONU)	66
12.5 SÉRIE 2, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	69
12.5.1 Épreuve 2 (b) * Épreuve de Koenen (D)	69
12.6 SÉRIE 2, TYPE c) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	75
12.6.1 Épreuve 2 c) i) * Épreuve pression/temps (GB)	75
12.6.2 Épreuve 2 c) ii) Épreuve d'inflammation interne (USA)	82

TABLE DES MATIÈRES DE LA PREMIÈRE PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
13. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 3	85
13.1 INTRODUCTION.....	85
13.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	85
13.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	86
13.4 SÉRIE 3, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	86
13.4.1 Épreuve 3 a) i) Épreuve au mouton de choc du « Bureau of Explosives » (USA).....	86
13.4.2 Épreuve 3 a) ii) * Épreuve au mouton de choc BAM (D)	92
13.4.3 Épreuve 3 a) iii) Épreuve d'impact Rotter (GB).....	100
13.4.4 Épreuve 3 a) iv) Épreuve au mouton de choc de 30 kg (F)	108
13.4.5 Épreuve 3 a) v) Épreuve d'impact à l'appareil type 12 modifié (C).....	112
13.4.6 Épreuve 3 a) vi) Épreuve de sensibilité à l'impact (RUS)	116
13.4.7 Épreuve 3 a) vii) : Épreuve avec le mouton de choc modifié du Bureau of Mines.....	122
13.5 SÉRIE 3, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	127
13.5.1 Épreuve 3 b) i) * Épreuve de frottement BAM (D)	127
13.5.2 Épreuve 3 b) ii) Épreuve sur machine à frottement rotatif (GB).....	132
13.5.3 Épreuve 3 b) iii) Épreuve de frottement avec impact (RUS)	135
13.5.4 Épreuve 3 b) iv) Épreuve de frottement avec la machine ABL	140
13.6 SÉRIE 3, TYPE c) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	144
13.6.1 Épreuve 3 c) i) * Épreuve de stabilité thermique à 75 °C (F/USA)	144
13.6.2 Épreuve 3 c) ii) Épreuve de stabilité thermique à 75 °C avec SBAT	147
13.7 SÉRIE 3, TYPE d) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	151
13.7.1 Épreuve 3 d) * Épreuve de combustion à petite échelle (F/USA)	151
14. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 4	155
14.1 INTRODUCTION.....	155
14.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	155
14.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	155
14.4 SÉRIE 4, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	155
14.4.1 Épreuve 4 a) * Épreuve de stabilité à la chaleur pour les objets non emballés et les objets emballés (USA)	155
14.5 SÉRIE 4, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	157
14.5.1 Épreuve 4 b) i) * Épreuve de chute dans un tube en acier pour les liquides (F)	157
14.5.2 Épreuve 4 b) ii) * Épreuve de chute de 12 mètres pour les objets non emballés et les objets et matières emballés (USA)	159

TABLE DES MATIÈRES DE LA PREMIÈRE PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
15. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 5	161
15.1 INTRODUCTION.....	161
15.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	161
15.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	161
15.4 SÉRIE 5, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	162
15.4.1 Épreuve 5 a) * Épreuve de sensibilité à l'amorce (D/USA)	162
15.5 SÉRIE 5, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	166
15.5.1 Épreuve 5 b) i) Épreuve de passage de la déflagration à la détonation (F).....	166
15.5.2 Épreuve 5 b) ii) * Épreuve de passage de la déflagration à la détonation (USA)	168
15.5.3 Épreuve 5 b) iii) Épreuve de passage de la déflagration à la détonation (RUS)	170
15.6 SÉRIE 5, TYPE c) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	172
15.6.1 Épreuve 5 c) * Épreuve du feu extérieur (brasier) pour matières de la division 1.5 (ONU)	172
16. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 6	175
16.1 INTRODUCTION	175
16.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	175
16.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	176
16.4 SÉRIE 6, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	176
16.4.1 Épreuve 6 a) * Épreuve sur un seul colis (ONU)	176
16.5 SÉRIE 6, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	178
16.5.1 Épreuve 6 b) * Épreuve sur une pile de colis (ou d'objets) (ONU)	178
16.6 SÉRIE 6, TYPE c) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	180
16.6.1 Épreuve 6 c) * Épreuve du feu extérieur (brasier) (ONU)	180
16.7 SÉRIE 6, TYPE d) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	186
16.7.1 Épreuve 6 d) * Épreuve sur un colis sans confinement (ONU)	186

TABLE DES MATIÈRES DE LA PREMIÈRE PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
17. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 7	189
17.1 INTRODUCTION.	189
17.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	189
17.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	190
17.4 SÉRIE 7, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	191
17.4.1 Épreuve 7 a) * Épreuve de sensibilité à l'amorce pour les MEPS (D/USA)	191
17.5 SÉRIE 7, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	192
17.5.1 Épreuve 7 b) * Épreuve d'amorçage de la détonation pour les MEPS (USA)	192
17.6 SÉRIE 7, TYPE c) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	195
17.6.1 Épreuve 7 c) i) Épreuve d'impact « Susan » (USA).....	195
17.6.2 Épreuve 7 c) ii) * Épreuve de friabilité (F)	199
17.7 SÉRIE 7, TYPE d) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	200
17.7.1 Épreuve 7 d) i) * Épreuve de l'impact de balle pour MEPS (USA)	200
17.7.2 Épreuve 7 d) ii) Épreuve de friabilité (F).....	201
17.8 SÉRIE 7, TYPE e) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	202
17.8.1 Épreuve 7 e) * Épreuve du feu extérieur pour les MEPS (ONU)	202
17.9 SÉRIE 7, TYPE f) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE.....	203
17.9.1 Épreuve 7 f) * Épreuve de chauffage lent pour les MEPS (USA)	203
17.10 SÉRIE 7, TYPE g) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	204
17.10.1 Épreuve 7 g) * Épreuve du feu extérieur pour les objets (ou les composants) de la division 1.6 (ONU)	204
17.11 SÉRIE 7, TYPE h) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	205
17.11.1 Épreuve 7 h) * Épreuve de chauffage lent pour les objets ou les composants de la division 1.6 (USA)	205
17.12 SÉRIE 7, TYPE j) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	206
17.12.1 Épreuve 7 j) * Épreuve de l'impact de balle pour les objets ou les composants de la division 1.6 (USA)	206
17.13 SÉRIE 7, TYPE k) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	207
17.13.1 Épreuve 7 k) * Épreuve sur une pile d'objets pour les objets de la division 1.6 (ONU) .	207
17.14 SÉRIE 7, TYPE l) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	208
17.14.1 Épreuve 7 l) * Épreuve de l'impact de fragment pour les objets (ou les composants) de la division 1.6	208
18. ÉPREUVES DE LA SÉRIE 8	211
18.1 INTRODUCTION.....	211
18.2 MÉTHODES D'ÉPREUVE.....	211
18.3 CONDITIONS D'ÉPREUVE	211
18.4 SÉRIE 8, TYPE a) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	211
18.4.1 Épreuve 8 a) *Épreuve de stabilité à la chaleur pour le nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel	211
18.5 SÉRIE 8, TYPE b) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	213
18.5.1 Épreuve 8 b) * Épreuve d'amorçage de la détonation pour les ENA	213
18.6 SÉRIE 8, TYPE c) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	218
18.6.1 Épreuve 8 c) * Épreuve de Koenen	218

**TABLE DES MATIÈRES DE LA PREMIÈRE PARTIE
(suite)**

<u>Section</u>		Page
18.7	SÉRIE 8, TYPE d) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	225
18.7.1	Épreuve 8 d) i) * Épreuve du tube avec événement.....	225
18.7.2	Épreuve 8 d) ii) * Épreuve modifiée du tube avec événement.....	228
18.8	SÉRIE 8, TYPE e) : DISPOSITIONS D'ÉPREUVE	228
18.8.1	Épreuve 8 e) * Épreuve de pression minimale de combustion du CanmetLCRE	231

SECTION 10

INTRODUCTION À LA PREMIÈRE PARTIE

10.1 Objet

10.1.1 La première partie du Manuel d'épreuves et de critères présente le système ONU de classification des matières et objets explosibles. Elle définit notamment les procédures et critères d'épreuve considérés comme les plus utiles pour une classification correcte des matières et objets explosibles. Ce texte est à utiliser conjointement avec les diagrammes de décision décrivant les procédures de classement (figures 10.1, 10.2, 10.3, 10.4 et 10.5), les conditions générales relatives aux épreuves énoncées dans la sous-section 1.5 et les méthodes d'épreuves décrites dans les sections 11 à 18 du présent Manuel d'épreuves et de critères.

10.1.2 La classe des matières et objets explosibles du SGH couvre tous les secteurs. La classe 1 est une subdivision de cette classe et porte sur les matières et objets explosibles présentés au transport. La classe des matières et objets explosibles inclut les matières explosibles instables, qui sont interdites au transport. Les marchandises de la classe 1 sont affectés à l'une des six divisions de danger en fonction de la nature du danger qu'elles présentent (voir le chapitre 2.1, par. 2.1.1.4 du Règlement type et le chapitre 2.1, par. 2.1.2 du SGH) et, aux fins de certains règlements (de transport par exemple), à l'un des 13 groupes de compatibilité auxquels sont affectés les matières et objets explosibles. La procédure générale de classement d'une matière ou d'un objet examiné en vue de sa classification dans la classe des matières et objets explosibles est représentée schématiquement à la figure 10.1. L'évaluation se fait en deux étapes. Dans la première, on vérifie la capacité d'une matière ou d'un objet à exploser et on détermine sa stabilité et sa sensibilité tant chimique que physique. Pour garantir une classification uniforme entre les responsables de la classification, il leur est recommandé, en s'aidant du diagramme de décision de la figure 10.2, d'analyser systématiquement les données des épreuves en fonction des critères applicables. Si la matière ou l'objet est provisoirement accepté dans la classe des matières et objets explosibles, on doit alors passer à la seconde étape qui consiste à l'affecter à la division appropriée en utilisant les diagrammes de décision des figures 10.3 et 10.5. L'affectation à un groupe de compatibilité ne se fait pas sur la base des résultats d'épreuves, sauf pour les groupes N et S. Dans le cas du groupe de compatibilité S, l'autorité compétente peut décider de renoncer aux épreuves, si une classification est possible par analogie sur la base des résultats d'épreuves effectuées sur un objet comparable.

10.1.3 Les épreuves des séries 4 et 6 sont effectuées sur les objets tels que présentés au transport. Les matières et objets explosibles se distinguent par le fait que le type d'emballage et l'environnement ont souvent un effet déterminant sur le danger et donc sur l'affectation à une division donnée (voir le chapitre 2.1 du Règlement type, nota liminaire 4). Il peut, par conséquent, être nécessaire de tenir compte d'éléments supplémentaires lorsque la classification pour le transport est utilisée dans d'autres secteurs.

10.1.4 Les méthodes d'épreuves permettent d'évaluer le danger des matières et objets explosibles, pour qu'une classification appropriée puisse être attribuée. Le cas échéant, cette évaluation est faite par l'autorité compétente.

10.2 Domaine d'application

10.2.1 Les produits nouveaux qui sont présumés avoir des propriétés explosives ou qui sont conçus pour leur effet explosif doivent d'abord faire l'objet d'un examen en vue de leur classement dans la classe des matières et objets explosibles. Pour les matières telles que les matières autoréactives ou les peroxydes organiques, on se référera à la deuxième partie du présent Manuel. Dans ce contexte, on entend par produit nouveau un produit qui, de l'avis éventuel de l'autorité compétente, répond à l'une des définitions suivantes :

- a) Une matière explosible nouvelle, destinée à un usage explosif ou pyrotechnique, considérée comme sensiblement différente d'autres matières déjà classées ;
- b) Une matière ou un objet nouveau, non destiné à un usage explosif, ayant, ou étant présumé avoir, des propriétés explosives ;

- c) Un nouveau modèle d'objet contenant une matière explosible ou un objet contenant une nouvelle matière explosible ; ou
- d) Un nouveau modèle d'emballage pour une matière ou un objet explosible, y compris un nouveau modèle d'emballage intérieur ou une nouvelle disposition des objets ; une modification relativement mineure d'un emballage intérieur ou extérieur peut, en effet, avoir un effet critique et transformer un danger relativement faible en un danger d'explosion en masse.

10.2.2 Le responsable de la classification d'un nouveau produit devrait documenter les informations adéquates concernant les noms et les caractéristiques de toutes les matières explosibles contenues dans le produit et toutes les épreuves pertinentes qui ont été effectuées. Cette information devrait être fournie aux autorités compétentes, si nécessaire.

10.3 Procédure d'acceptation

10.3.1 Généralités

10.3.1.1 La procédure d'acceptation vise à déterminer si une matière telle que présentée pour la classification est susceptible d'appartenir à la classe des matières et objets explosibles. À cette fin, on contrôle qu'une matière provisoirement acceptée dans la classe des matières et objets explosibles n'est pas trop insensible pour relever de cette classe ou est acceptée comme matière explosible instable (et considérée comme trop dangereuse pour le transport) ou si les objets proprement dits ou les objets emballés sont acceptés comme objets explosibles instables (et considérés comme trop dangereux pour le transport).

10.3.2 Types d'épreuve

10.3.2.1 Les épreuves utilisées pour déterminer si une matière doit être provisoirement acceptée dans la classe des matières et objets explosibles sont groupées en quatre séries (épreuves des séries 1 à 4) ; les résultats à ces épreuves permettent de répondre aux questions de la figure 10.2.

10.3.2.2 La réponse à la question « S'agit-il d'une matière explosible ? » (case 5 de la figure 10.2) est fonction des définitions nationales et internationales d'une matière explosible et des résultats aux trois types d'épreuve de la série 1 permettant de déterminer les effets explosifs éventuels. Les trois types d'épreuve utilisés sont :

Type 1 a) : épreuve d'excitation avec relais détonant et confinement définis pour déterminer l'aptitude de la matière à propager une détonation ;

Type 1 b) : épreuve pour déterminer l'effet du chauffage sous confinement ; et

Type 1 c) : épreuve pour déterminer l'effet de l'inflammation sous confinement.

10.3.2.3 Les épreuves de la série 2 sont utilisées pour répondre à la question « La matière est-elle trop insensible pour relever de cette classe ? » (case 7 de la figure 10.2). Le dispositif d'essai y est pratiquement le même que celui utilisé pour les épreuves de la série 1, mais avec des critères d'épreuve moins sévères. Pour les épreuves d'amorçage de la détonation dites « gap test », par exemple, l'amorçage se fait à travers une barrière d'épaisseur non nulle. Les trois types d'épreuve utilisés sont les suivants :

Type 2 a) : épreuve d'excitation avec dispositif d'excitation et confinement définis pour déterminer la sensibilité à une onde de choc ;

Type 2 b) : épreuve pour déterminer l'effet du chauffage sous confinement ; et

Type 2 c) : épreuve pour déterminer l'effet de l'inflammation sous confinement.

Figure 10.1 : Procédure générale de classement d'une matière ou d'un objet dans la classe des matières et objets explosibles

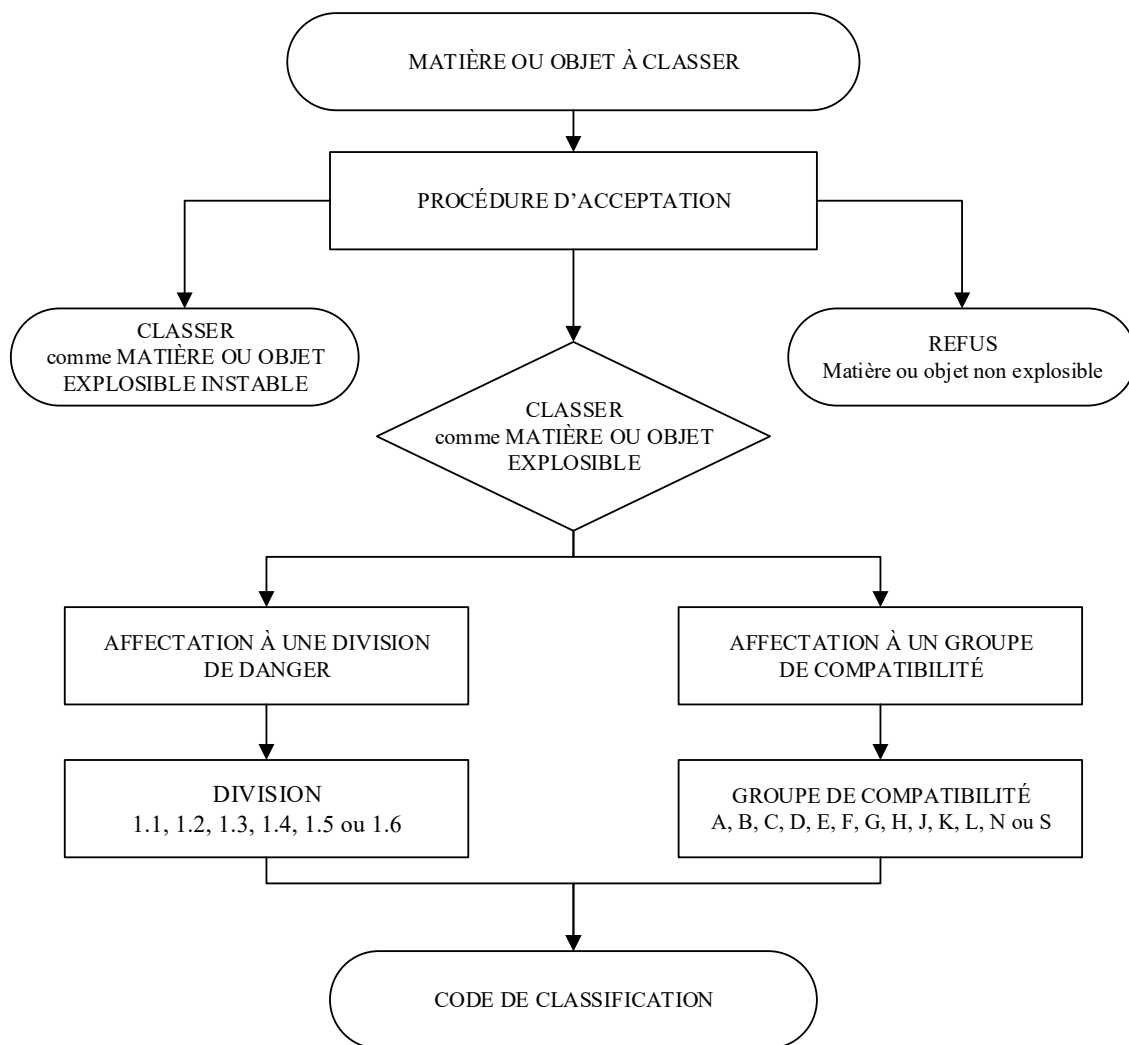
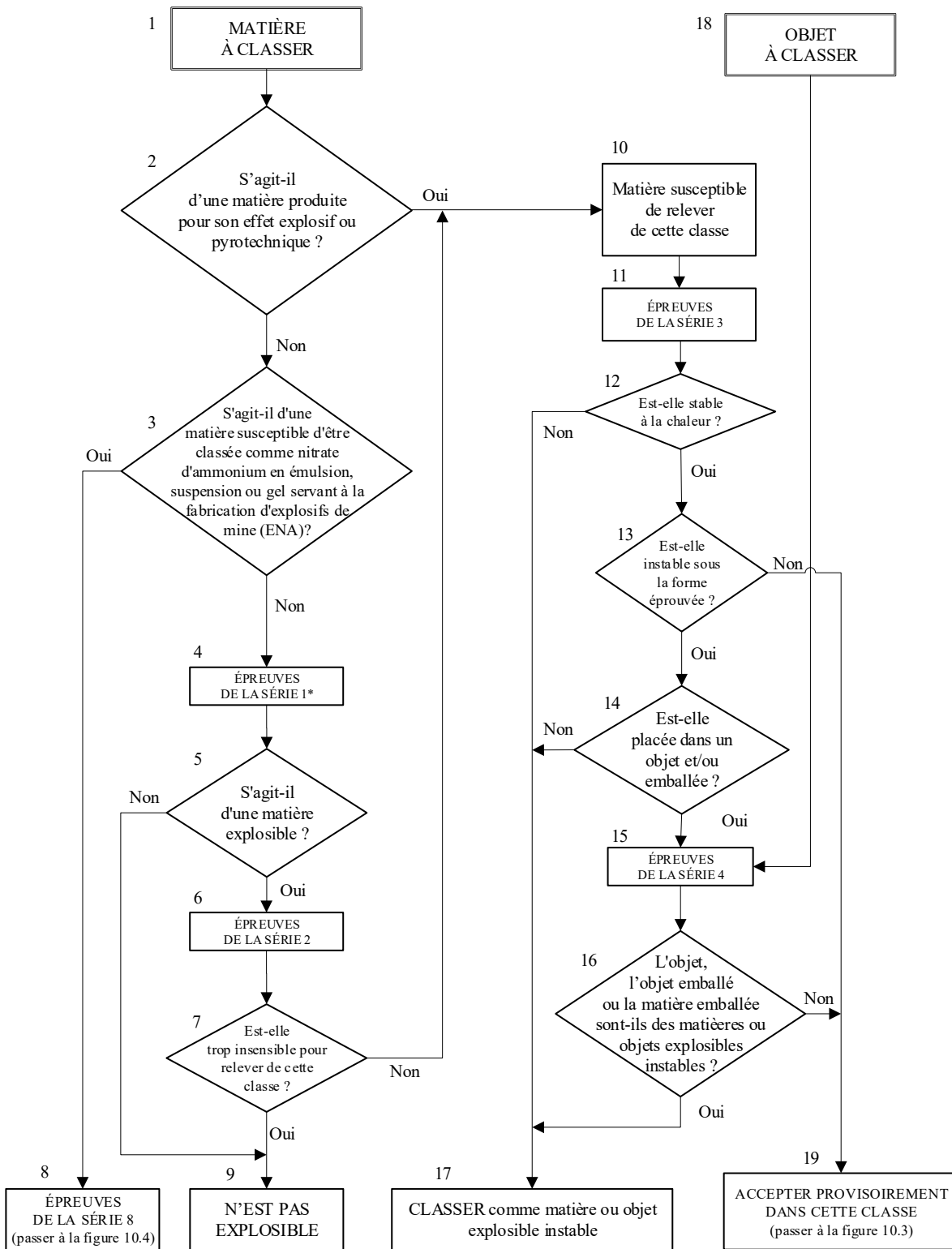


Figure 10.2 : Procédure d'acceptation temporaire d'une matière ou d'un objet dans la classe des matières et objets explosibles



* Aux fins de classement, commencer par les épreuves de la série 2.

10.3.2.4 Les épreuves de la série 3 sont utilisées pour déterminer la réponse aux questions « Est-elle stable à la chaleur ? » (case 12 de la figure 10.2) et « Est-elle instable sous la forme éprouvée ? » (case 13 de la figure 10.2) ; il s'agit d'épreuves visant à déterminer la sensibilité de la matière aux sollicitations mécaniques (choc et frottement), ainsi qu'à la chaleur et à la flamme. Les quatre types d'épreuve utilisés sont :

Type 3 a) : épreuve au mouton de choc pour déterminer la sensibilité à l'impact ;

Type 3 b) : épreuve de frottement ou de frottement avec choc pour déterminer la sensibilité au frottement ;

Type 3 c) : épreuve de chauffage pour déterminer la stabilité à la chaleur ; et

Type 3 d) : épreuve d'inflammation pour déterminer la réaction d'une matière à l'inflammation.

10.3.2.5 Les épreuves de la série 4 sont utilisées pour répondre à la question « L'objet, l'objet emballé, ou la matière emballée sont-ils des matières ou objets explosibles instables ? » (case 16 de la figure 10.2). Les conditions à prendre en compte à cet égard sont les températures extrêmes, les taux élevés d'humidité relative, les vibrations, les chocs et les chutes. Les deux types d'épreuve utilisés sont les suivants :

Type 4 a) : épreuve de stabilité thermique pour les objets ; et

Type 4 b) : épreuve destinée à déterminer les dangers résultant d'une chute.

10.3.3 *Application des méthodes d'épreuves*

10.3.3.1 L'ordre de numérotation des séries d'épreuves 1 à 4 correspond à l'ordre dans lequel les résultats doivent être évalués, mais non à celui dans lequel les épreuves doivent être exécutées. ***Afin de réduire les risques pour le personnel d'épreuve, il est vivement recommandé d'exécuter certains essais préliminaires sur de petites quantités de matière avant d'aborder les essais avec de plus grandes quantités.*** Les résultats de ces essais préliminaires peuvent aussi être pris en compte dans la procédure de classement.

10.3.3.2 La procédure d'acceptation pour les matières conçues pour avoir un effet pratique explosif ou pyrotechnique commence par les épreuves de la série 3 qui visent à déterminer si la matière est trop sensible pour être transportée sous la forme éprouvée. Si la matière donne un résultat négatif, la procédure d'affectation à la division appropriée est appliquée. Si la matière donne un résultat positif à l'une des épreuves, il est interdit de la transporter sous la forme éprouvée. On peut modifier une matière qui a donné un résultat positif à l'épreuve du type 3 c) et lui faire repasser cette épreuve. On peut placer dans un objet ou emballer une matière qui a donné un résultat positif aux épreuves des types 3 a), 3 b) ou 3 d), de manière à réduire sa sensibilité aux sollicitations externes et lui faire passer l'épreuve du type 4 b).

10.3.3.3 Tous les objets tels que présentés au transport (emballés ou non) doivent être soumis aux épreuves de la série 4. Cependant, si l'on dispose de suffisamment d'information pour indiquer que l'objet ne serait pas trop dangereux pour le transport, l'autorité compétente peut décider, le cas échéant, de renoncer à tout ou partie de ces épreuves. Si le produit donne un résultat négatif à toutes les épreuves requises de la série 4, la procédure d'affectation à la division appropriée est appliquée. Si le produit donne un résultat positif à l'une des épreuves requises, il est interdit de le transporter sous la forme éprouvée mais il peut être modifié ou réemballé afin de lui faire repasser les épreuves de la série 4. Si l'on soupçonne (par exemple l'autorité compétente le cas échéant) que le produit peut être soumis en pratique à des sollicitations autres que celles utilisées dans les types d'épreuve 4 et qu'il risque d'en résulter des effets dangereux, des renseignements ou épreuves supplémentaires pourront être nécessaires (voir le nota au 2.1.3.3.1 du Règlement type).

10.3.3.4 Les épreuves de la série 1 servent à déterminer si une matière a des propriétés explosives. Toutefois, dans le cas d'une nouvelle matière non conçue pour avoir un effet explosible ou pyrotechnique, il vaut mieux commencer la procédure par les épreuves de la série 3. Ces épreuves nécessitent des échantillons relativement petits, qui réduisent les risques encourus par le personnel chargé d'effectuer les épreuves. Si la matière donne des résultats positifs aux épreuves de la série 3, l'étape suivante consiste à exécuter les épreuves de la série 2 qui permettent de déterminer si la matière est trop insensible pour être classée dans la classe des matières et objets explosibles. Il n'est pas vraiment nécessaire de procéder aux épreuves de la série 1 à ce stade. Les matières qui ne satisfont pas aux épreuves de la série 2 mais obtiennent des résultats positifs aux épreuves de la série 3 doivent être soumises à la procédure d'affectation à la division appropriée. Il est important de

noter, toutefois, qu'une matière qui ne satisfait pas aux épreuves de la série 2 peut toujours être exclue de la classe des matières et objets explosibles à condition qu'elle ne soit pas conçue pour avoir un effet explosible ou pyrotechnique et qu'elle ne présente aucun effet dangereux sous une forme emballée lors des épreuves de la série 6 de la procédure d'affectations.

10.3.3.5 Si des objets contiennent des composants de régulation inertes, coûteux, à des fins d'épreuves ils peuvent être remplacés par des composants inertes de masse et de volume semblables.

10.4 Procédure d'affectation à une division de la classe des matières et objets explosibles

10.4.1 Généralités

10.4.1.1 À moins d'être classés comme instables, les matières et objets explosibles sont affectés à l'une des six divisions de danger, selon le type de danger qu'ils présentent (voir 2.1.1.4 du Règlement type et 2.1.2 du SGH). La procédure d'affectation (figures 10.3 et 10.5) s'applique à toutes les matières et tous les objets susceptibles d'appartenir à cette classe, sauf ceux qui sont à classer d'office dans la division 1.1. Une matière ou un objet doivent être affectés à la division qui correspond aux résultats des épreuves auxquelles ils ont été soumis. D'autres résultats d'épreuves, ainsi que des informations provenant d'accidents réels, peuvent aussi être pris en considération. Comme l'indique la case 39 de la figure 10.3, l'autorité compétente peut juger qu'un objet est exclu de la classe des matières et objets explosibles en se basant sur les résultats d'épreuve et sur la définition des « objets explosibles » (voir les paragraphes 2.1.1.1 b) du Règlement type et 2.1.1.2 b) du SGH). Des critères spécifiques en fonction desquels des objets peuvent être exclus de la classe des matières et objets explosibles sont énoncés au paragraphe 2.1.3.6.4 du Règlement type.

10.4.2 Types d'épreuve

10.4.2.1 Les épreuves utilisées pour l'affectation à une division sont groupées en trois séries (Épreuves des séries 5 à 7), dont les résultats doivent permettre de répondre aux questions de la figure 10.3. Le responsable de la classification ne devrait pas modifier les conditions des épreuves des séries 5, 6 et 7 s'il n'est pas en mesure de justifier cette décision devant les autres pays.

10.4.2.2 Pour répondre à la question « S'agit-il d'une matière explosible très peu sensible présentant un danger d'explosion en masse ? » (case 28, figure 10.3), on se fonde sur les résultats de trois types d'épreuve de la série 5, à savoir :

Type 5 a) : épreuve d'excitation par onde de choc visant à déterminer la sensibilité à une sollicitation mécanique intense ;

Type 5 b) : épreuve visant à déterminer la tendance au passage de la déflagration à la détonation ; et

Type 5 c) : épreuve visant à déterminer si une matière explose lorsqu'elle est soumise, en grande quantité, à un feu intense.

Figure 10.3 : Procédure d'affectation à une division de la classe des matières et objets explosibles

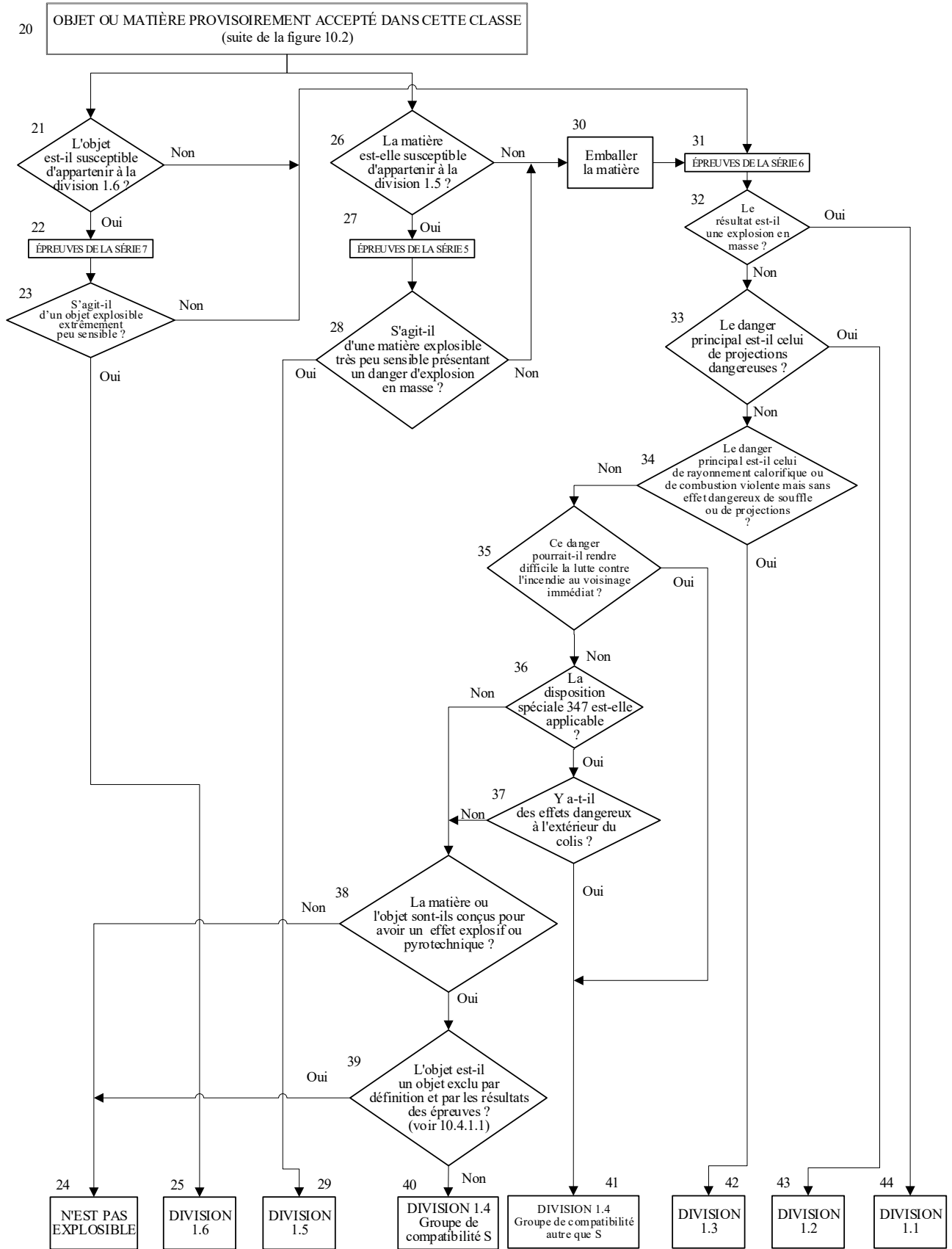


Figure 10.4 : Procédure pour les nitrates d'ammonium en émulsion, suspension ou gel (ENA) servant à la fabrication d'explosifs de mine

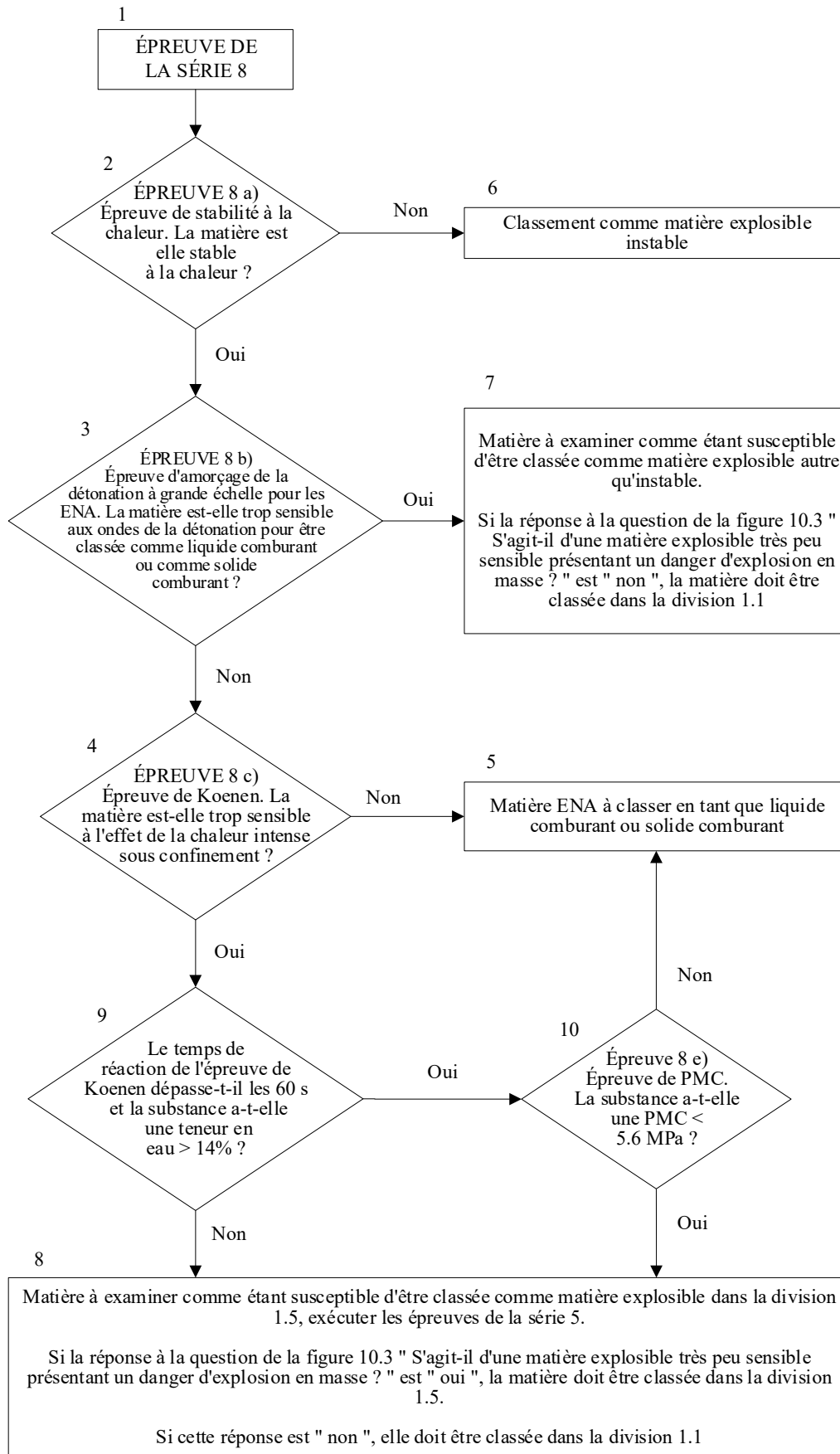
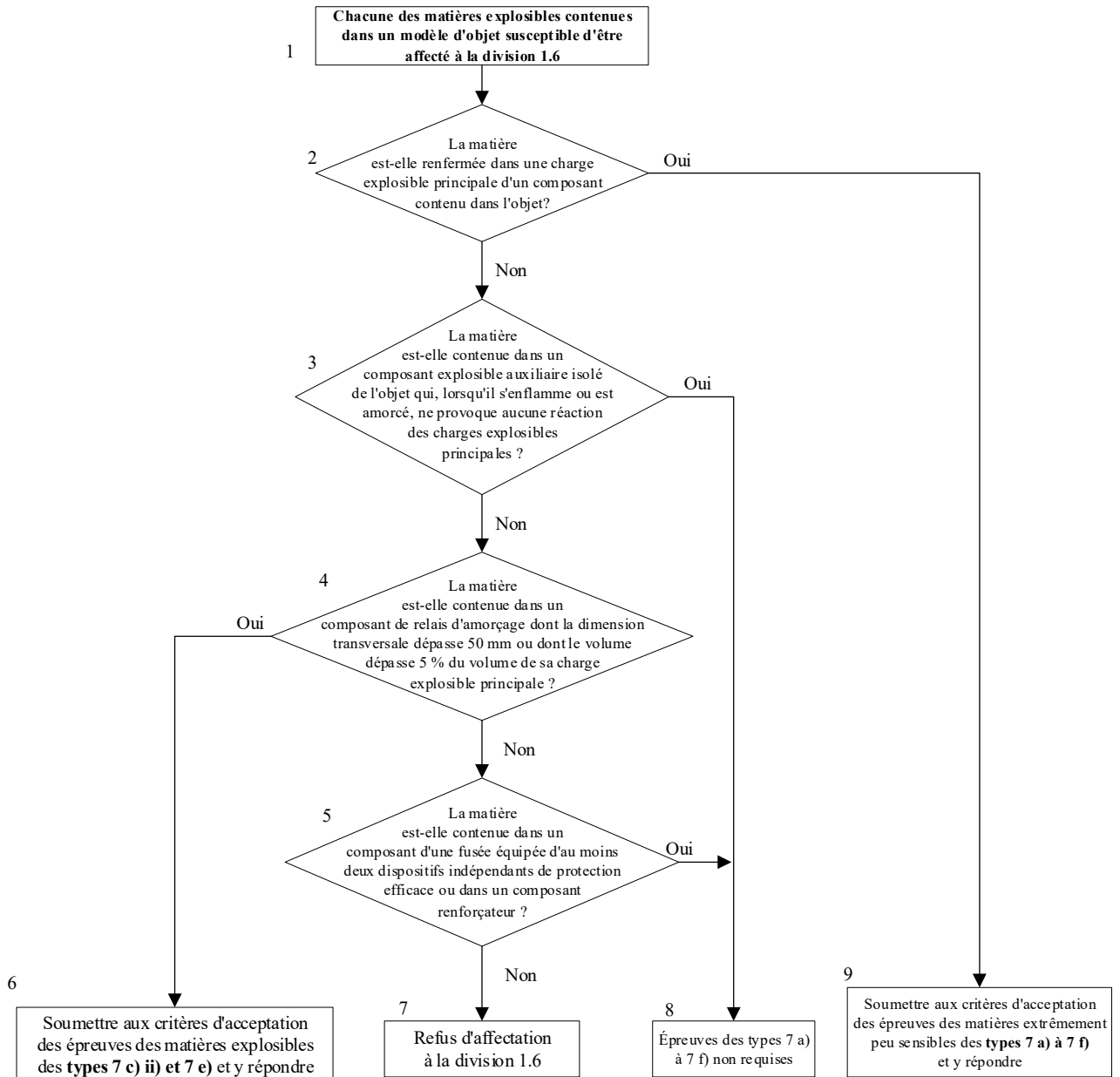


Figure 10.5 : Procédure visant à déterminer les épreuves que doivent subir les matières contenues dans un objet en vue de son affectation à la division 1.6



10.4.2.3 Les résultats de quatre types d'épreuve de la série 6, selon le cas, sont utilisés pour déterminer quelle division parmi les divisions 1.1, 1.2, 1.3 et 1.4 correspond le mieux au comportement de la matière ou de l'objet explosibles lorsqu'ils sont exposés à un feu d'origine interne ou externe, ou à une explosion d'origine interne (cases 32, 33, 34, 35, 36 et 37 de la figure 10.3). On se base également sur les résultats de ces épreuves pour déterminer si une matière ou un objet tels que présentés pour le transport peuvent être affectés au groupe de compatibilité S (division 1.4) ou s'ils peuvent être exclus de la classe des matières et objets explosibles (cases 38 et 39 de la figure 10.3). Ces quatre types d'épreuve sont :

- Type 6 a) : épreuve sur un seul colis pour déterminer s'il y a explosion du contenu ;
- Type 6 b) : épreuve sur une pile de colis de matière explosible ou de colis d'objets explosibles, ou encore sur une pile d'objets explosibles non emballés, pour déterminer si une explosion se propage d'un colis ou d'un objet non emballé à l'autre ;
- Type 6 c) : épreuve sur une pile de colis de matière explosible ou colis d'objets explosibles, ou encore sur une pile d'objets explosibles non emballés pour déterminer s'il y a explosion en masse ou danger résultant de projections dangereuses, de rayonnement calorifique intense ou de combustion violente ou encore tout autre effet dangereux en cas d'incendie ; et
- Type 6 d) : épreuve sur un colis, sans confinement, d'objets explosibles auxquels la disposition spéciale 347 du chapitre 3.3 du Règlement type s'applique, pour déterminer si une inflammation accidentelle ou un amorçage accidentel du contenu entraîne des effets dangereux à l'extérieur du colis.

10.4.2.4 À la question « S'agit-il d'un objet extrêmement peu sensible ? » (case 23 de la figure 10.3) il est répondu au moyen des épreuves de la série 7 ; toute matière susceptible d'être affectée à la division 1.6 doit passer avec succès chacune des onze épreuves de la série. La procédure visant à déterminer les épreuves prescrites est donnée dans la figure 10.5. Les épreuves des six premiers types (7 a) à 7 f)) servent à déterminer s'il s'agit d'une matière extrêmement peu sensible (MEPS). Ces épreuves ont pour objet de fournir une analyse de la sensibilité d'une ou des matières contenues dans l'objet, qui informe et donne confiance en les épreuves des objets. Les épreuves des cinq derniers types (7 g), 7 h), 7 j), 7 k) et 7 l)) servent à déterminer si un objet contenant principalement des MEPS peut être affecté à la division 1.6. Les onze types d'épreuves sont les suivantes :

- Type 7 a) : épreuve d'excitation par onde de choc pour déterminer la sensibilité à une sollicitation mécanique intense ;
- Type 7 b) : épreuve d'excitation avec relais détonant et confinement défini pour déterminer la sensibilité à une onde de choc ;
- Type 7 c) : épreuve visant à déterminer l'aptitude de la matière explosible à se dégrader dangereusement sous l'effet d'un impact ;
- Type 7 d) : épreuve visant à déterminer la réaction d'une matière explosible à l'impact et à la perforation par un projectile d'énergie donnée ;
- Type 7 e) : épreuve visant à déterminer la réaction à un feu extérieur d'une matière explosible confinée ;
- Type 7 f) : épreuve visant à déterminer la réaction d'une matière explosible soumise à une température externe qui augmente lentement jusqu'à 365 °C ;
- Type 7 g) : épreuve visant à déterminer la réaction à un feu extérieur d'un objet tel qu'il est présenté pour la classification ;
- Type 7 h) : épreuve visant à déterminer la réaction d'un objet soumis à une température externe qui augmente lentement jusqu'à 365 °C ;
- Type 7 j) : épreuve visant à déterminer la réaction d'un objet à l'impact et à la pénétration par un projectile d'énergie donnée ;
- Type 7 k) : épreuve visant à déterminer si la détonation d'un objet amorce une détonation dans un objet adjacent identique ; et

Type 7 l) : épreuve visant à déterminer la sensibilité d'un objet aux impacts dirigés sur des composants vulnérables.

10.4.2.5 Il est répondu à la question « S'agit-il d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA) ? » (case 3 de la figure 10.2) au moyen des épreuves de la série 8, chaque matière susceptible de l'être devant être soumise aux quatre épreuves de la série. Les quatre types d'épreuves sont les suivants :

Type 8 a) : épreuve pour déterminer la stabilité de la chaleur ;

Type 8 b) : épreuve d'excitation par onde de détonation pour déterminer la sensibilité à une onde de choc violent ;

Type 8 c) : épreuve pour déterminer l'effet du chauffage sous confinement ; et

Type 8 e) : épreuve de pression minimale de combustion du CanmetLCRE.

La série d'épreuves 8 d) figure dans la présente section en tant que méthode visant à déterminer si les ENA peuvent être placés dans des citernes mobiles en tant que matières comburantes.

10.4.3 *Application des méthodes d'épreuves*

10.4.3.1 Des explications sur certains termes utilisés pour l'affectation à une division et à un groupe de compatibilité sont données dans le glossaire de l'appendice B du Règlement type (explosion en masse, matière pyrotechnique, totalité du chargement, totalité du contenu, explosion, explosion de la totalité du contenu).

10.4.3.2 Pour déterminer si une matière peut être affectée à la division 1.5, les épreuves à exécuter sont les épreuves de la série 5. Seules les matières qui donnent un résultat négatif aux trois épreuves peuvent être classées dans la division 1.5.

10.4.3.3 Les épreuves de la série 6 doivent être exécutées sur les colis de matières ou objets explosibles dans l'état et la forme dans lesquels ils sont présentés au transport. La disposition géométrique des produits doit être représentative de la méthode d'emballage et des conditions de transport réelles, et doit être telle qu'elle permette d'obtenir les résultats d'épreuve les plus sévères. Pour les objets explosibles qui sont classés sans emballage, les épreuves doivent être exécutées sur les objets non emballés. Tous les types d'emballage contenant des matières ou objets doivent être soumis aux épreuves, excepté si :

- a) Le produit, y compris son emballage éventuel, peut, le cas échéant, être affecté sans incertitude à une division par l'autorité compétente sur la base de résultats d'autres épreuves ou de renseignements disponibles par ailleurs ;
- b) Le produit, y compris son emballage éventuel, est affecté à la division 1.1.

10.4.3.4 Les épreuves des types 6 a), 6 b), 6 c) et 6 d) sont normalement exécutées dans cet ordre. Par contre, il n'est pas toujours nécessaire de suivre cet ordre et les épreuves ne sont pas toujours toutes nécessaires.

- a) On peut renoncer à l'épreuve du type 6 a) si les objets explosibles sont classés sans emballage ou si l'emballage contient un seul objet (voir aussi l'alinéa 10.4.3.4 d) ci-dessous).
- b) On peut également renoncer à l'épreuve du type 6 b) si, dans l'épreuve du type 6 a) (voir aussi l'alinéa 10.4.3.4 d) ci-dessous) :
 - i) Aucun dommage extérieur n'est causé à l'emballage par l'amorçage interne ;
 - ii) Le contenu du colis n'explose pas, ou explose si faiblement que l'on peut exclure la possibilité d'une propagation de l'effet explosif d'un colis à l'autre dans l'épreuve du type 6 b).

- c) On peut renoncer à exécuter l'épreuve du type 6 c) si, lors de l'épreuve du type 6 b), il y a explosion pratiquement instantanée de la quasi-totalité du contenu de la pile. Dans un tel cas, le produit est affecté à la division 1.1.
- d) L'épreuve de type 6 d) sert à déterminer si le classement dans la division 1.4, groupe de compatibilité S, est approprié, et n'est utilisée que si la disposition spécial 347 du chapitre 3.3 du Règlement type s'applique. Lors des épreuves sur des objets auxquels s'applique la disposition spéciale 347, l'épreuve du type 6 d) peut être exécutée en premier. Les épreuves des types 6 a) et 6 b) ne sont pas obligatoires si les résultats de l'épreuve du type 6 d) indiquent qu'un classement dans la division 1.4, groupe de compatibilité S, est approprié.

10.4.3.5 Si une matière donne un résultat négatif (-) (pas de propagation de la détonation) pour l'épreuve du type a) de la série 1, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve 6 a) avec un détonateur. Si une matière donne un résultat négatif (-) (pas de déflagration ou déflagration lente), dans une épreuve du type c) de la série 2, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve 6 a) avec un allumeur.

10.4.3.6 On utilise les épreuves des types 7 a) à 7 f) pour déterminer s'il s'agit d'une matière extrêmement peu sensible, puis les épreuves des types 7 g), 7 h), 7 j), 7 k) et 7 l) pour déterminer si les objets contenant principalement une ou des MEPS peuvent être affectés à la division 1.6.

10.4.3.7 Les épreuves des types 7 g), 7 h), 7 j), 7 k) et 7 l) sont exécutées pour déterminer si un objet, renfermant une ou des charges explosives principales contenant des MEPS et des composants de relais d'amorçage peu sensibles appropriés, peut être affecté à la division 1.6. Ces épreuves sont effectuées sur des objets dans l'état où ils sont et sous la forme qu'ils ont lorsqu'ils sont présentés pour la classification, sauf que les composants non explosifs peuvent être omis ou simulés si le responsable de la classification estime que cela n'invalide pas les résultats des épreuves. La procédure détaillant les épreuves prescrites est donnée dans la figure 10.5 et certains points sont expliqués ci-après.

- a) Les objets complexes peuvent contenir plusieurs matières et les épreuves des types 7 a) à 7 f) doivent être réalisées pour toutes les charges explosibles principales et toutes les matières des composants de relais d'amorçage, selon le cas, qui figurent dans l'objet à classer dans la division 1.6.
- b) Il est répondu à la question « La matière est-elle renfermée dans une charge explosive principale d'un composant contenu dans l'objet ? » (case 2 de la figure 10.5) en examinant le modèle de l'objet. Les matières renfermées dans les charges explosives principales sont celles qui sont chargées dans des composants contenus dans l'objet, autres que les fusées, les relais d'amorçage ou les composants explosifs auxiliaires isolés. Toutes les matières contenues dans les charges explosives principales doivent se « Soumettre aux critères d'acceptation des épreuves des matières extrêmement peu sensibles des types 7 a) à 7 f) et y répondre » (case 9 de la figure 10.5). Si un résultat positif (+) est obtenu pour une quelconque matière contenue dans une charge explosive principale lors d'une des épreuves des types 7 a) à 7 f), la matière n'est pas une MEPS et la réponse à la question dans la case 21 de la figure 10.3 est « Non ». L'objet n'est pas susceptible d'être affecté à la division 1.6.
- c) La réponse à la question « La matière est-elle contenue dans un composant explosif auxiliaire isolé de l'objet, qui, lorsqu'il s'enflamme ou est amorcé, ne provoque aucune réaction des charges explosives principales ? » (case 3 de la figure 10.5) nécessite la connaissance du modèle de l'objet ainsi que des effets d'explosion qui se produisent lorsque ces composants s'enflamment ou sont amorcés, soit de par leur conception soit accidentellement. Il s'agit généralement de petits déclencheurs d'explosion ou de petits dispositifs pyromécaniques qui assurent les fonctions de déplacement, de coupure ou d'ouverture. Si la réponse à cette question est « Oui », les épreuves des types 7 a) à 7 f) ne sont pas requises pour les matières contenues dans des composants explosifs auxiliaires isolés et l'objet est toujours susceptible d'être affecté à la division 1.6.

- d) Il est répondu à la question « La matière est-elle contenue dans un composant de relais d'amorçage dont la dimension transversale dépasse 50 mm ou dont le volume dépasse 5 % du volume de sa charge explosive principale ? » (case 4 de la figure 10.5) en examinant le modèle de l'objet. Toutes les matières renfermées dans ces grands composants des relais d'amorçage, notamment celles qui sont renfermées dans les composants explosifs des fusées à double protection contenues dans un objet, doivent se « Soumettre aux critères d'acceptation des épreuves des matières explosibles des types 7 c) ii) et 7 e) et y répondre » (case 6 de la figure 10.5). Si un résultat positif (+) est obtenu pour une quelconque matière contenue dans un de ces grands composants des relais d'amorçage lors des épreuves du type 7 c) ii) et du type 7 e), la réponse à la question dans la case 21 de la figure 10.3 est « Non ». L'objet n'est pas susceptible d'être affecté à la division 1.6.
- e) Il est répondu à la question « La matière est-elle contenue dans un composant d'une fusée équipée d'au moins deux dispositifs indépendants de protection efficace ou dans un composant renforçateur ? » (case 5 de la figure 10.5) en analysant la conception et la fabrication de l'objet. Si la réponse est « Non », l'objet n'est pas considéré comme ayant des caractéristiques intrinsèques appropriées de sécurité et la réponse à la question dans la case 21 de la figure 10.3 est « Non ». L'objet n'est pas susceptible d'être affecté à la division 1.6.

NOTA : *Des connaissances sur le modèle et les effets explosifs peuvent être obtenues par modélisation ou par des épreuves indicatives etc.*

10.4.3.8 Les types d'épreuves 8 a) à 8 c) doivent être utilisés en vue d'établir si une émulsion, une suspension ou un gel de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA) peut être accepté comme matière solide ou liquide comburante. Les matières qui ne satisfont pas à l'une des épreuves peuvent être considérées comme susceptibles d'appartenir à la classe des matières et objets explosibles conformément à la figure 10.4.

10.5 Exemples de rapports d'épreuve

10.5.1 Des exemples de rapports d'épreuve, et de l'utilisation des diagrammes de décision des procédures d'acceptation dans la classe des matières et objets explosibles et d'affectation à une division, dans le cas de l'hexanitrostilbène (No. ONU 0392) et du musk xylène (No. ONU 2956) sont présentés dans les figures 10.6 a) à d) et 10.7 a) à d).

10.5.2 Un modèle de formule de rapport d'épreuve pour les objets est présenté dans la figure 10.8.

Figure 10.6 a) : Exemple de résultats de l'application à l'hexanitrostilbène de la procédure d'acceptation temporaire dans la classe des matières et objets explosibles (Figure 10.2)

1.	Nom de la matière :	Hexanitrostilbène
2.	Renseignements généraux	
2.1	Composition :	Hexanitrostilbène
2.2	Formule chimique :	C ₁₄ H ₆ N ₆ O ₁₂
2.3	Forme physique :	Poudre
2.4	Couleur :	Jaune orange
2.5	Masse volumique apparente :	1 700 kg/m ³
2.6	Granulométrie :	0,1-0,3 mm
3.	Case 2 :	S'agit-il d'une matière produite pour son effet explosif ou pyrotechnique ?
3.1	Réponse :	Oui
3.2	Sortie :	Aller à la case 10
4.	Case 10 :	Matière susceptible de relever de cette classe
5.	Case 11 :	Épreuves de la série 3
5.1	Stabilité à la chaleur :	48 heures à 75 °C (épreuve 3 c)
5.2	Conditions :	Masse de l'échantillon 100 g, 75°C
5.3	Observations :	Pas d'inflammation, d'explosion, d'échauffement spontané ni de décomposition visible
5.4	Résultat :	« - », la matière est stable
5.5	Sensibilité à l'impact :	Épreuve au mouton de choc BAM (épreuve 3 a) ii)
5.6	Conditions :	Échantillon dans l'état de réception
5.7	Observations :	Énergie limite d'impact 5 J
5.8	Résultat :	« - », pas instable sous la forme éprouvée
5.9	Sensibilité au frottement :	Épreuve de frottement BAM (épreuve 3 b) i))
5.10	Conditions :	Échantillon dans l'état de réception
5.11	Observations :	Force limite >240 N
5.12	Résultat :	« - », pas instable sous la forme éprouvée
5.13	Aptitude au passage de la déflagration à la detonation :	Épreuve de combustion à petite échelle (épreuve 3 d))
5.14	Conditions :	Température ambiante
5.15	Observations :	S'enflamme et brûle
5.16	Résultat :	« - », pas instable sous la forme éprouvée
5.17	Sortie :	Aller à la case 12
6.	Case 12 :	Est-elle stable à la chaleur ?
6.1	Réponse d'après l'épreuve 3 c) :	Oui
6.2	Sortie :	Aller à la case 13

7.	Case 13 :	Est-elle instable sous la forme éprouvée ?
7.1	Réponse d'après les épreuves de la série 3 :	Non
7.2	Sortie :	Aller à la case 19

8.	Conclusion :	ACCEPTER PROVISOIREMENT DANS CETTE CLASSE
8.1	Sortie :	La matière est soumise à la procédure d'affectation à la classe des matières et objets explosibles

Figure 10.6 b) : Procédure d'acceptation temporaire de l'hexanitrostilbène dans la classe des matières et objets explosibles

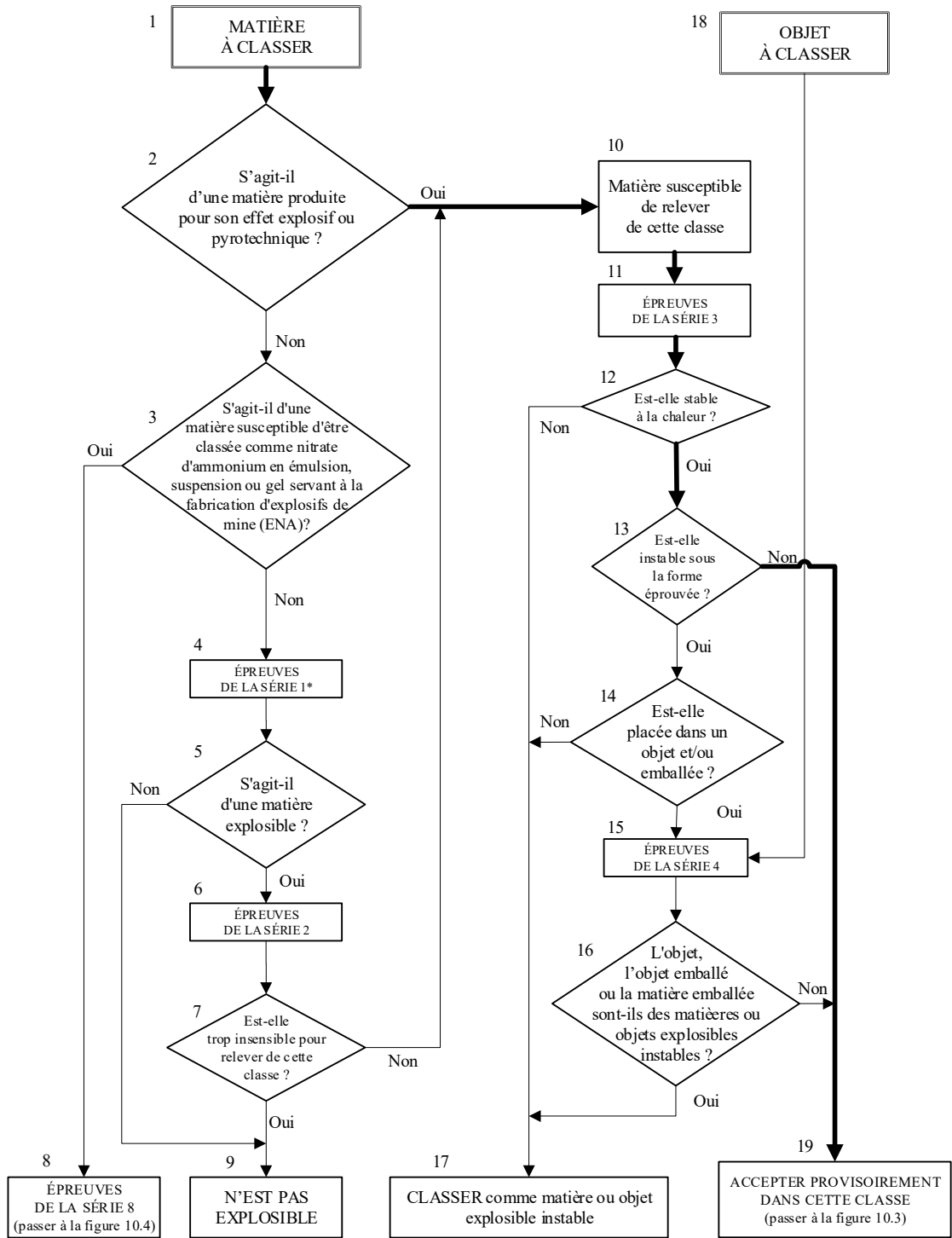


Figure 10.6 c) : Résultat de l'application de la procédure d'affectation de l'hexanitrostilbène à une division de la classe des matières et objets explosibles (Fig. 10.3)

1.	Case 26 :	La matière est-elle susceptible d'appartenir à la division 1.5 ?
1.1	Réponse :	Non
1.2	Résultat :	Emballer la matière (case 30)
1.3	Sortie :	Aller à la case 31
2.	Case 31 :	Épreuves de la série 6
2.1	Effet de l'amorçage à l'intérieur du colis :	Épreuve 6 a) avec détonateur
2.2	Conditions :	Température ambiante, fût en carton de 50 kg
2.3	Observations :	Détonation, cratère
2.4	Résultat :	Explosion en masse
2.5	Effet de l'inflammation entre les colis :	Épreuve 6 b) avec détonateur
2.6	Conditions :	Température ambiante ; 3 fûts en carton
2.7	Observations :	Détonation, cratère
2.8	Résultat :	Explosion en masse
2.9	Effet d'un feu intense :	L'épreuve 6 c) n'est pas nécessaire
3.	Case 32 :	Le résultat est-il une explosion en masse ?
3.1	Réponse d'après les épreuves de la série 6	Oui
3.2	Sortie	Aller à la case 44
4.	Conclusion :	Affecter à la division 1.1

Figure 10.6 d) : Procédure d'affectation de l'hexanitrostilbène à une division de la classe des matières et objets explosibles

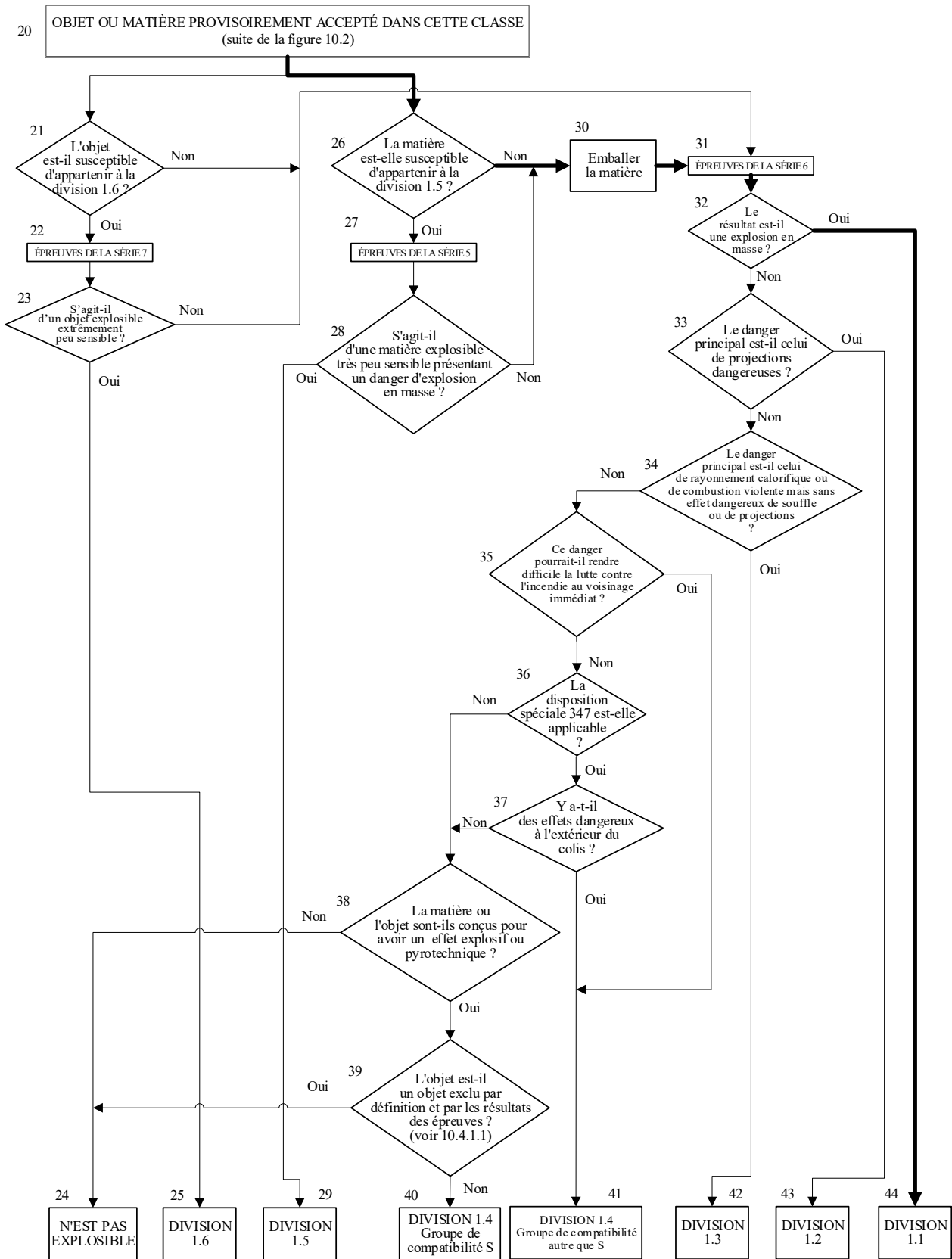


Figure 10.7 a) : Résultats de l'application de la procédure d'affectation temporaire du musk xylène à la classe des matières et objets explosibles (Figure 10.2)

1.	Nom de la matière :	5-tert-BUTYL-2,4,6-TRINITRO-m-XYLENE (MUSK XYLENE)
2.	Renseignements généraux	
2.1	Composition :	99 % tert-butyl-2,4,6-trinitro-m-xylène
2.2	Formule chimique :	C ₁₂ H ₁₅ N ₃ O ₆
2.3	Forme physique :	Fine poudre cristalline
2.4	Couleur :	Jaune pâle
2.5	Masse volumique apparente :	840 kg / m ³
2.6	Granulométrie :	<1,7 mm
3.	Case 2 :	S'agit-il d'une matière produite pour avoir son explosif ou pyrotechnique ?
3.1	Réponse :	Non
3.2	Sortie	Aller à la case 3
4.	Case 3 :	S'agit-il d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel, servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA) ?
4.1	Réponse :	Non
4.2	Sortie :	Aller à la case 4
5.	Case 4 :	Épreuves de la série 1
5.1	Aptitude à la détonation :	Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU (épreuve 1 a))
5.2	Conditions :	Température ambiante
5.3	Observations :	Longueur de fragmentation 40 cm
5.4	Résultat :	« + », propagation de la détonation
5.5	Effet du chauffage sous confinement	Épreuve de Koenen (épreuve 1 b))
5.6	Conditions :	Masse de l'échantillon 22,6 g
5.7	Observations :	Diamètre limite 5,0 mm Type de fragmentation « F » (délai de réaction : 52 s ; durée de réaction : 27 s)
5.8	Résultat :	« + », certains effets explosifs lors d'un chauffage sous confinement
5.9	Effet de l'inflammation sous confinement :	Épreuve pression/temps (épreuve 1 c) i))
5.10	Conditions :	Température ambiante
5.11	Observations :	Pas inflammation
5.12	Résultat :	« - », pas d'inflammation sous confinement
5.13	Sortie :	Aller à la case 5
6.	Case 5 :	S'agit-il d'une matière explosible ?
6.1	Réponse d'après les épreuves de la série 1 :	Oui
6.2	Sortie :	Aller à la case 6

7.	Case 6 :	Épreuves de la série 2
7.1	Sensibilité à l'onde de choc :	Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU (épreuve 2 a))
7.2	Conditions :	Température ambiante
7.3	Observations :	Pas de propagation
7.4	Résultat :	« - », pas sensible à l'onde de choc
7.5	Effet du chauffage sous confinement :	Épreuve de Koenen (épreuve 2 b))
7.6	Conditions :	Masse de l'échantillon 22,6 g
7.7	Observations :	Diamètre limite 5,0 mm Type de fragmentation « F » (délai de réaction : 52 s ; durée de réaction : 27 s)
7.8	Résultat :	« + », effets violents lors du chauffage sous confinement
7.9	Effet de l'inflammation sous confinement	Épreuve pression/temps (épreuve 2 c) i))
7.10	Conditions :	Température ambiante
7.11	Observations :	Pas d'inflammation
7.12	Résultat :	« - », pas de réaction lors d'une inflammation sous confinement
7.13	Sortie :	Aller à la case 7
8.	Case 7 :	Est-elle trop insensible pour relever de cette classe ?
8.1	Réponse d'après les épreuves de la série 2 :	Non
8.2	Conclusion	Matière susceptible de relever de cette classe (case 10)
8.3	Sortie :	Aller à la case 11
9.	Case 11 :	Épreuves de la série 3
9.1	Stabilité thermique :	Épreuve de 48 heures à 75 °C (épreuve 3 c))
9.2	Conditions :	Échantillon de 100 g à 75 °C
9.3	Observations :	Pas d'inflammation, d'explosion, d'échauffement spontané ni de décomposition visible
9.4	Résultat :	« - », stable à la chaleur
9.5	Sensibilité à l'impact :	Épreuve au mouton de choc BAM (épreuve 3 a) ii))
9.6	Conditions :	Échantillon dans l'état de réception
9.7	Observations :	Énergie limite d'impact 25 J
9.8	Résultat :	« - », pas instable sous la forme éprouvée
9.9	Sensibilité au frottement :	Épreuve de frottement BAM (épreuve 3 b) i))
9.10	Conditions :	Échantillon dans l'état de réception
9.11	Observations :	Force limite >360 N
9.12	Résultat :	« - », pas instable sous la forme éprouvée
9.13	Aptitude au passage de la déflagration à la détonation	Épreuve de combustion à petite échelle (épreuve 3 d))
9.14	Conditions :	Température ambiante
9.15	Observations :	S'enflamme et brûle lentement

9.16	Résultat :	« - », pas instable sous la forme éprouvée
9.17	Sortie :	Aller à la case 12
10.	Case 12 :	Est-elle stable à la chaleur?
10.1	Réponse d'après l'épreuves 3 c) :	Oui
10.2	Sortie :	Aller à la case 13
11.	Case 13 :	Est-elle instable sous la forme éprouvée ?
11.1	Réponse d'après les épreuves de la série	Non
11.2	Sortie :	Aller à la case 19
12.	Conclusion :	ACCEPTER PROVISOIREMENT DANS CETTE CLASSE
12.1	Sortie :	La matière est soumise à la procédure d'affectation à la classe des matières et objets explosibles

Figure 10.7 b) : Procédure d'acceptation temporaire du musk xylène dans la classe des matières et objets explosibles

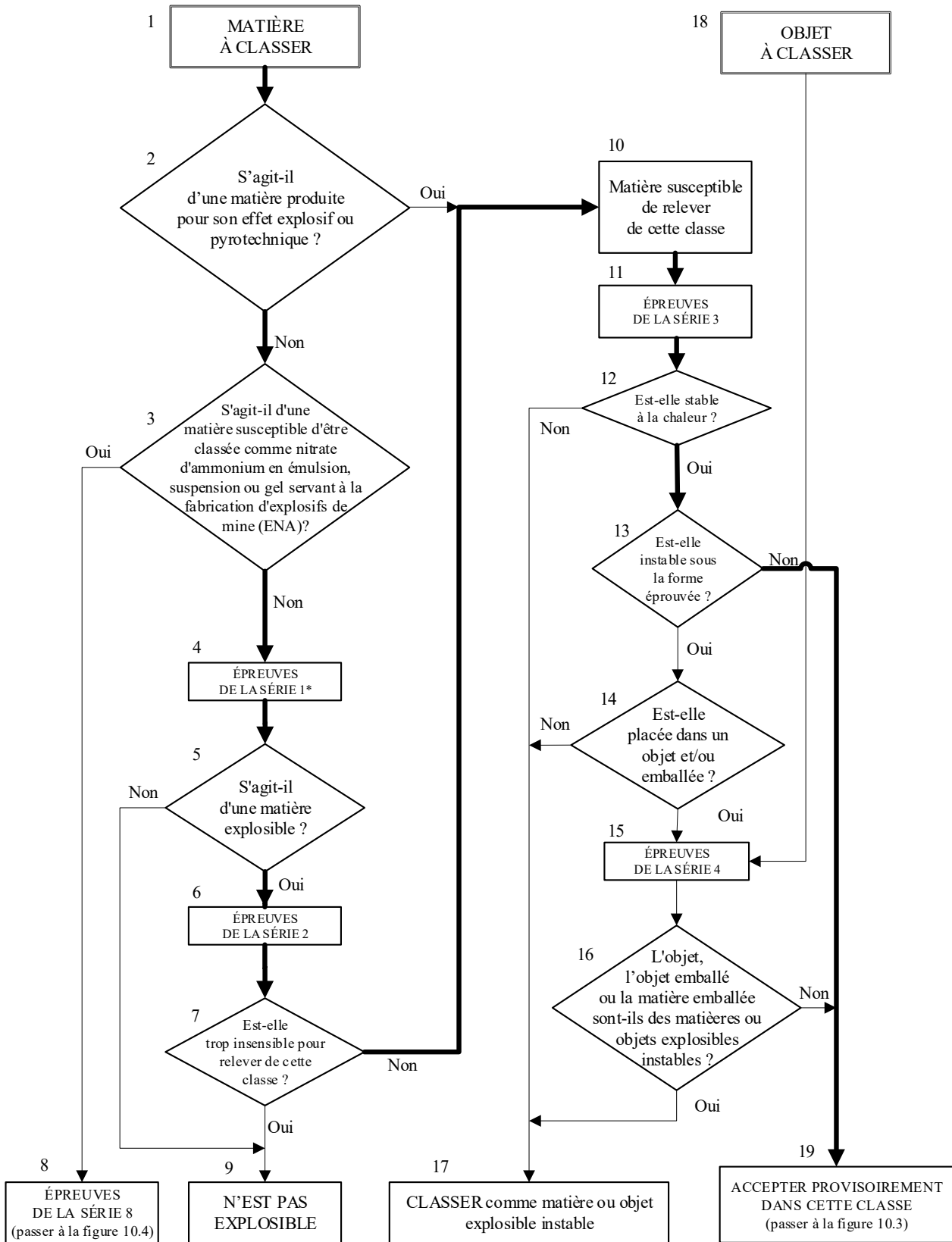


Figure 10.7 c) : Résultats de l'application de la procédure d'affectation du musk xylène à une division de la classe des matières et objets explosibles (Figure 10.3)

1.	Case 26 :	La matière est-elle susceptible d'appartenir à la division 1.5 ?
1.1	Réponse :	Non
1.2	Résultat :	Emballer la matière (case 30)
1.3	Sortie :	Aller à la case 31
2.	Case 31 :	Épreuves de la série 6
2.1	Effet de l'amorçage à l'intérieur du colis :	Épreuve 6 a) avec détonateur
2.2	Conditions :	Température ambiante, fût en carton de 50 kg
2.3	Observations :	Seulement décomposition localisée autour du détonateur
2.4	Résultat :	Pas de réaction significative
2.5	Effet de l'inflammation à l'intérieur du colis :	Épreuve 6 a) avec un allumeur
2.6	Conditions :	Température ambiante, fût en carton de 50 kg
2.7	Observations :	Seulement décomposition localisée autour de l'allumeur
2.8	Résultat :	Pas de réaction significative
2.9	Effet de la propagation :	L'épreuve du type 6 b) n'est pas nécessaire, car il n'y a pas d'effet extérieur au colis dans l'épreuve 6 a)
2.10	Effet d'un feu intense :	Épreuve 6 c)
2.11	Conditions :	3 fûts en carton de 50 kg, montés sur un bâti, au-dessus d'un brasier de lattes de bois entrecroisées
2.12	Observations :	Seulement combustion lente avec dégagement de fumée noire
2.13	Résultat :	Pas d'effet pouvant gêner la lutte contre l'incendie
2.14	Sortie :	Aller à la case 32
3.	Case 32	Le résultat est-il une explosion en masse ?
3.1	Réponse d'après les épreuves de la série 6 :	Non
3.2	Sortie :	Aller à la case 33
4.	Case 33 :	Le danger principal est-il celui de projections dangereuses ?
4.1	Réponse d'après les épreuves de la série 6 :	Non
4.2	Sortie :	Aller à la case 34
5.	Case 34 :	Le danger principal est-il celui de rayonnement calorifique intense ou de combustion violente, mais sans effet dangereux de souffle ou de projections ?
5.1	Réponse d'après les épreuves de la série 6	Non
5.2	Sortie	Aller à la case 35

6.	Case 35	Ce danger pourrait-il rendre difficile la lutte contre l'incendie au voisinage immédiat ?
6.1	Réponse d'après les épreuves de la série 6 :	Non
6.2	Sortie :	Aller à la case 36
7.	Case 36	La disposition spéciale 347 est-elle applicable ?
7.1	Réponse :	Non
7.2	Sortie :	Aller à la case 38
8.	Case 38	La matière ou l'objet sont-ils conçus pour avoir un effet explosif ou pyrotechnique ?
8.1	Réponse :	Non
8.2	Sortie :	Aller à la case 24
9.	Conclusion :	N'EST PAS EXPLOSIBLE
9.1	Sortie :	Envisager une autre classe/division

Figure 10.7 d) : Procédure d'exclusion du musk xylène de la classe des matières et objets explosibles

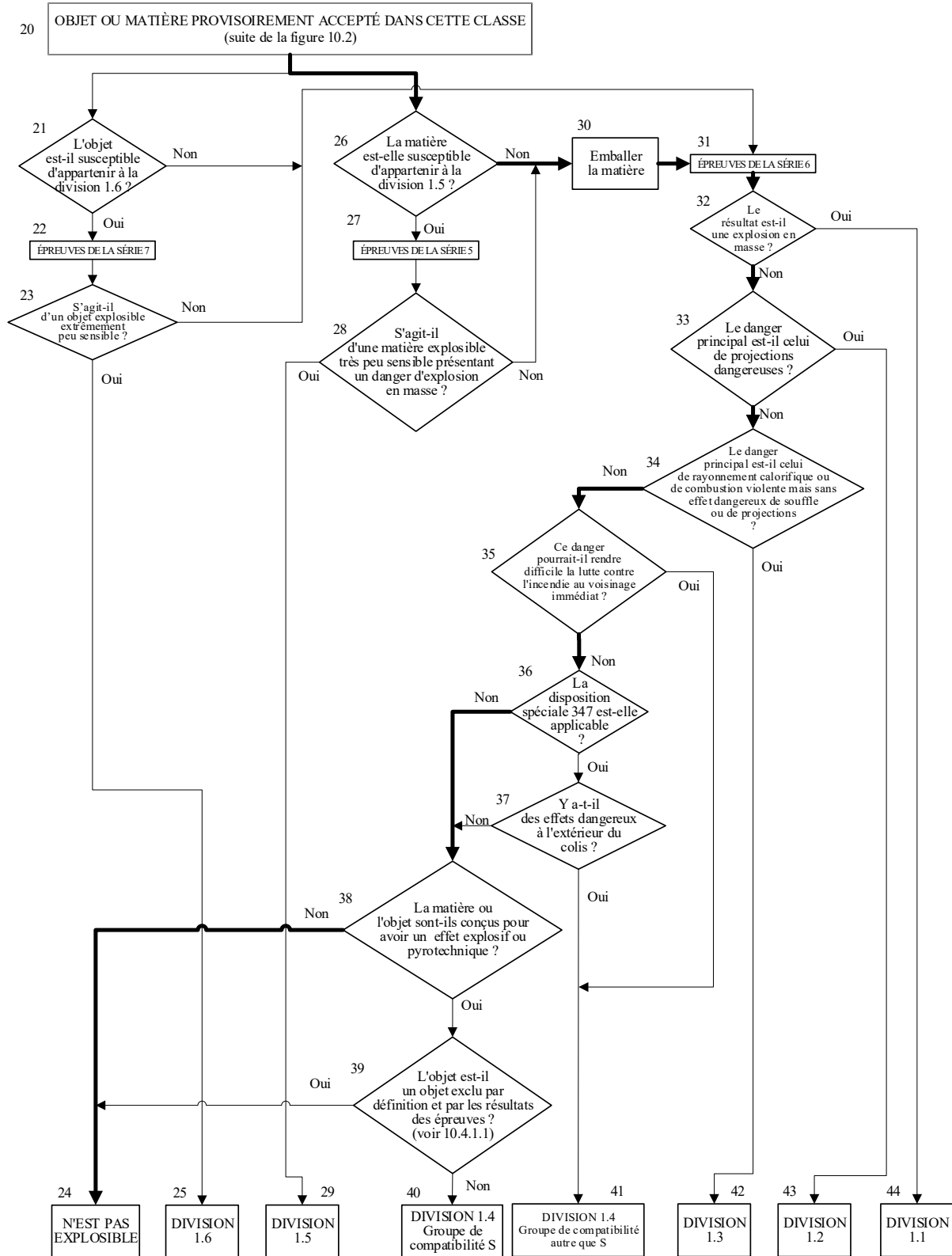


Figure 10.8 : Modèle de formule de rapport d'épreuve pour les objets

Méthode d'épreuve		Date du rapport		Numéro de référence	
Dénomination de l'objet		Numéro de lot		Date de fabrication	

CARACTÉRISTIQUES DE CONSTRUCTION ET CONTENU (joindre schémas, etc...)

EMBALLAGE (s'il y a lieu)

PRÉTRAITEMENT OU CONDITIONNEMENT (s'il y a lieu)

CONFIGURATION D'ÉPREUVE (y compris toute variation par rapport aux procédures du Manuel)

CONDITIONS D'ESSAI

Température ambiante : °C Humidité relative : %

OBSERVATIONS

RÉSULTAT D'ÉPREUVE

CONCLUSION

SECTION 11

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 1

11.1 Introduction

11.1.1 À la question « S'agit-il d'une matière explosible ? » (case 4 de la figure 10.2), on répond d'après les résultats de trois types d'épreuves servant à déterminer les effets explosifs éventuels. La réponse à la question de la case 4 est « oui » si un résultat positif (+) est obtenu pour l'un quelconque des trois types d'épreuves.

11.2 Méthodes d'épreuve

La série d'épreuve 1 comprend trois types d'épreuves :

- Type 1 a) pour déterminer s'il y a aptitude à la détonation ;
- Type 1 b) pour déterminer l'effet du chauffage sous confinement ; et
- Type 1 c) pour déterminer l'effet de l'inflammation sous confinement.

Les méthodes d'épreuve de cette série actuellement utilisées sont énumérées au tableau 11.1.

Tableau 11.1 : Méthodes d'épreuve de la série 1

Code d'épreuve	Nom de l'épreuve	Section
1 a)	Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU ^a	11.4.1
1 b)	Épreuve de Koenen ^a	11.5.1
1 c) i)	Épreuve pression/temps ^a	11.6.1
1 c) ii)	Épreuve d'inflammation interne	11.6.2

^a Épreuve recommandée.

11.3 Conditions d'épreuve

11.3.1 Étant donné l'effet important de la masse volumique apparente de la matière sur les résultats de l'épreuve du type 1 a), elle devrait toujours être enregistrée. La masse volumique apparente des matières solides devrait être déterminée par mesure du volume du tube et de la masse de l'échantillon.

11.3.2 S'il s'agit d'un mélange dont les composants peuvent se séparer, on doit lors de l'épreuve placer l'amorce au contact du composant potentiellement le plus explosif si celui-ci est connu.

11.3.3 Les épreuves sont exécutées à la température ambiante, sauf s'il est probable que la matière se trouvera dans des conditions susceptibles de modifier son état physique ou sa densité.

11.3.4 S'il est envisagé de placer un liquide dans des conteneurs-citernes ou des grands récipients pour vrac d'une capacité supérieure à 450 l, une variante avec cavitation de l'épreuve du type 1 a) doit être exécutée (voir la disposition spéciale 26 dans le chapitre 3.3 du Règlement type).

11.3.5 Pour les matières organiques et les mélanges de matières organiques dont l'énergie de décomposition est supérieure ou égale à 800 J/g, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve de la série 1, type a) si le résultat de l'épreuve de tir au mortier balistique Mk.III d (épreuve F.1), de l'épreuve du mortier balistique (épreuve F.2) ou à l'épreuve de Trauzl BAM (épreuve F.3) avec amorçage par un détonateur normalisé No 8 (voir appendice 1) est « Réaction nulle ». Dans ce cas, le résultat de l'épreuve de la série 1, type a) est réputé être négatif (-). Si le résultat de l'épreuve F.1, F.2 ou F.3 est « Réaction faible » ou « Réaction significative », le résultat de l'épreuve de la série 1, type a), est réputé être positif (+). Dans ce cas, un résultat négatif (-) ne peut être obtenu qu'en exécutant l'épreuve de la série 1, type a).

11.4 Série 1, type a) : Dispositions d'épreuve

11.4.1 Épreuve 1 a) : Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU

11.4.1.1 Introduction

Cette épreuve est utilisée pour déterminer l'aptitude à la détonation d'une matière confinée dans un tube en acier, soumise à l'effet d'un relais détonant.

11.4.1.2 Appareillage et matériels

11.4.1.2.1 Matières solides

Le dispositif d'essai est représenté à la figure 11.4.1.1. L'échantillon est placé dans un tube en acier au carbone sans soudure de 40 ± 2 mm de diamètre extérieur, d'une épaisseur de paroi de 4 mm et d'une longueur de 400 ± 5 mm. Si la matière éprouvée risque de réagir avec l'acier, l'intérieur du tube doit être protégé par un revêtement de résine fluorocarbonée. Le fond du tube est fermé par une feuille de plastique, tendue fermement (jusqu'à déformation plastique) sur le fond du tube et maintenue fermement en place. La feuille de plastique doit être compatible avec la matière éprouvée. Le relais est une charge de 160 g d'hexocire (95/5) ou de pentolite (contenant au moins 50 % de penthrite dans le mélange), de 50 ± 1 mm de diamètre et ayant une masse volumique de $1\,600 \pm 50$ kg/m³. Les charges peuvent être comprimées en un ou plusieurs éléments, pour autant que la charge totale réponde aux conditions ; la charge de pentolite est coulée. Une plaque témoin en acier doux de 3 mm d'épaisseur de 150 ± 10 mm de côté peut être montée à l'extrémité supérieure du tube d'acier et séparée de celui-ci par des cales de $1,6 \pm 0,2$ mm d'épaisseur.

11.4.1.2.2 Matières liquides

Le dispositif d'essai pour les liquides est le même que pour les matières solides. Si une variante avec cavitation de l'épreuve est exécutée (voir le paragraphe 11.3.4), on peut utiliser une des méthodes de cavitation indiquées dans l'appendice 3.

11.4.1.3 Mode opératoire

11.4.1.3.1 Le tube est rempli de matière jusqu'en haut. Pour les matières solides, on obtient la densité de chargement voulue en frappant à petits coups sur le tube jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de tassement visible. On détermine la masse de l'échantillon et, s'il s'agit d'une matière solide, on calcule la masse volumique apparente d'après le volume interne du tube mesuré.

11.4.1.3.2 Le tube est alors installé en position verticale et la charge relais est placée directement contre la feuille de plastique qui ferme le fond du tube. Le détonateur est placé contre la charge et mis à feu. Deux essais sont exécutés, à moins qu'une détonation ne soit observée au premier.

11.4.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Les résultats de l'épreuve sont évalués en fonction du type de fragmentation du tube ou de la perforation ou non de la plaque témoin. Pour le classement, on retient le résultat d'essai le plus défavorable. On considère que le résultat de l'essai est positif (+) et que la matière est apte à propager la détonation, dans l'un ou l'autre des cas suivants :

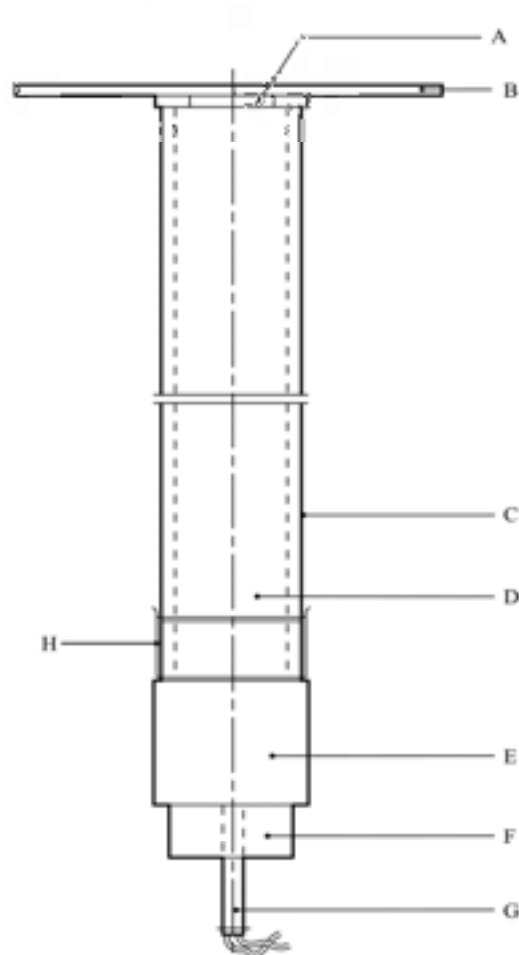
- a) Le tube est entièrement fragmenté ;
- b) Un trou est percé à travers la plaque témoin.

Tout autre résultat est considéré comme négatif (-) et la matière est considérée comme inapte à propager la détonation.

11.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Longueur fragmentée (cm)	Plaque témoin	Résultat
Nitrate d'ammonium en granulés	800	40	bombée	+
Nitrate d'ammonium 200 µm	540	40	percée	+
Nitrate-fioul 94/6	880	40	percée	+
Nitromethane	1 130	40	percée	+
Nitrométhane/méthanol, 55/45	970	20	bombée	-
Penthrite/lactose, 20/80	880	40	percée	+
Penthrite/lactose, 10/90	830	17	intacte	-
Perchlorate d'ammonium 200 µm	1 190	40	percée	+
Tolite coulée	1 510	40	percée	+
Tolite en paillettes	710	40	percée	+
Eau	1 000	<40	bombée	-

Figure 11.4.1.1 : Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU



(A) Cales de séparation	(B) Plaque témoin
(C) Tube d'acier	(D) Matière à éprouver
(E) Relais d'amorçage d'hexocire ou de pentolite	(F) Support du détonateur
(G) Détonateur	(H) Feuille de plastique

11.5 Séries 1, type b) : Dispositions d'épreuve

11.5.1 *Épreuve 1 b) : Épreuve de Koenen*

11.5.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières solides et des liquides à l'effet d'un chauffage intense sous fort confinement.

11.5.1.2 *Appareillage et matériels*

11.5.1.2.1 Le dispositif d'essai est constitué par une douille en acier non réutilisable avec dispositif de fermeture réutilisable, installée dans une enceinte de chauffage et de protection. La douille est obtenue par emboutissage d'une tôle d'acier répondant à la norme DC04 (EN 10027-1), ou la norme équivalente A620 (AISI/SAE/ASTM) ou la norme équivalente SPCEN (JIS G 3141). Ses cotes sont indiquées à la figure 11.5.1.1. À son extrémité ouverte, la douille comporte un rebord. Le disque à lumière, à travers lequel s'échappent les gaz de décomposition de l'échantillon, est en acier au chrome résistant à la chaleur. Les diamètres de lumière disponibles sont les suivants : 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 - 5,0 - 8,0 - 12,0 et 20,0 mm. Les cotes de la bague fileté et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 11.5.1.1.

Pour le contrôle qualité des douilles en acier, 1 % des douilles de chaque lot de production doit être soumis au contrôle qualité et les données suivantes doivent être vérifiées :

- a) La masse des douilles doit être de $26,5 \pm 1,5$ g, les douilles utilisées à chaque séquence d'épreuve ne doivent pas présenter une différence de masse de plus de 1 g ;
- b) La longueur des douilles doit être $75 \pm 0,5$ mm ;
- c) L'épaisseur de paroi des douilles mesurée à 20 mm du fond de la douille doit être $0,5 \pm 0,05$ mm ; et
- d) La pression de rupture telle que déterminée par charge quasi-statique à travers un fluide incompressible doit être 29 ± 4 MPa.

11.5.1.2.2 Pour le chauffage, on utilise quatre brûleurs alimentés en propane à partir d'une bouteille à gaz industriel par l'intermédiaire d'un détendeur, d'un compteur et de tuyaux de répartition. D'autres gaz combustibles peuvent être utilisés à condition que la vitesse de chauffe prescrite soit respectée. La pression du gaz est réglée pour maintenir une vitesse de chauffe de $3,3 \pm 0,3$ K/s, cette valeur étant mesurée par une opération d'étalonnage. Celle-ci consiste à chauffer une douille (munie d'un disque à lumière de 1,5 mm), contenant 27 cm³ d'huile silicone, de densité apparente égale à $0,96 \pm 0,02$ à 20 °C et de capacité thermique égale à $1,46 \pm 0,02$ J/g.K à 25 °C. On enregistre le temps nécessaire pour porter la température du liquide, mesurée avec un thermocouple de 1 mm de diamètre placé en position centrale à 43 mm au-dessous du bord de la douille, de 135 °C à 285 °C et on calcule la vitesse de chauffe correspondante.

11.5.1.2.3 Étant donné le risque d'éclatement de la douille lors de l'essai, le chauffage s'effectue dans une enceinte de protection en métal soudé, ayant la configuration et les dimensions indiquées à la figure 11.5.1.2. La douille est suspendue entre deux tiges passant par des trous percés dans les parois opposées de l'enceinte. La position des brûleurs est indiquée à la figure 11.5.1.2. Les brûleurs sont allumés simultanément au moyen d'une veilleuse ou d'un allumeur électrique. **Le dispositif d'essai est installé dans un local protégé.** Au cours de l'essai on doit prendre des mesures pour éviter que les flammes des brûleurs ne soient déviées par les courants d'air. Le local d'essai doit être muni d'un système d'extraction des gaz ou fumées provenant des essais.

11.5.1.3 *Mode opératoire*

11.5.1.3.1 La matière est normalement soumise à l'épreuve telle qu'elle a été reçue. Dans certains cas cependant il peut être nécessaire de la broyer auparavant. Pour les matières solides, la masse de matière à utiliser pour chaque essai est déterminée au moyen d'un essai à blanc en deux étapes. On remplit une douille

préalablement tarée de 9 cm³ de matière et on tasse¹ celle-ci avec une force de 80 N s'exerçant sur toute la section transversale de la douille. S'il s'agit d'une matière compressible, on complète le plein et on tasse jusqu'à ce que la douille soit remplie à 55 mm du bord. La masse totale de matière utilisée jusque-là est déterminée et deux portions supplémentaires, chacune tassée avec une force de 80 N, sont ajoutées. Ensuite, selon le cas, on enlève l'excédent, ou on rajoute, en tassant, ce qui manque, pour amener le niveau à 15 mm du bord.

On exécute un second essai à blanc, en commençant par charger une portion tassée égale au tiers de la masse totale mesurée lors du premier essai de chargement. On ajoute ensuite deux de ces portions supplémentaires en tassant avec une force de 80 N, et on ajuste le niveau de l'échantillon dans le tube à 15 mm du bord supérieur en ajoutant ou en enlevant de la matière selon le cas. La quantité de matière déterminée lors du second essai de chargement est utilisée pour chaque essai, le remplissage s'effectuant par trois portions égales, chacune comprimée à 9 cm³. (Cette opération peut être facilitée par l'utilisation de bagues d'espacement.) Avec les liquides et matières géli-formes on charge le tube sur 60 mm de haut, en veillant avec un soin particulier, dans le cas de ces dernières, à ce qu'il ne subsiste pas de vides. La bague filetée est enfilée sur la douille par en dessous, le disque à lumière approprié est mis en place et l'écrou est serré à la main après application d'un peu de graisse au bisulfure de molybdène sur le filet. Il est très important de s'assurer qu'il ne subsiste pas de matière prise entre le rebord de la douille et le disque, ou dans les filets.

11.5.1.3.2 Pour les disques avec lumières de 1,0 à 8,0 mm, on utilise des écrous de 10 mm d'ouverture ; au-delà, on doit utiliser un écrou de 20 mm d'ouverture. Une douille n'est utilisée que pour un seul essai. Par contre, les disques à lumière, bagues filetées et écrous peuvent être réutilisés s'ils ne sont pas endommagés.

11.5.1.3.3 La douille est ensuite placée dans un étau solidement ancré et l'écrou est serré avec une clé. Elle est ensuite suspendue entre les deux tiges de l'enceinte de protection. La zone d'épreuve est évacuée, l'arrivée de gaz est ouverte et les brûleurs sont allumés. Le délai de réaction et la durée de la réaction peuvent être des informations supplémentaires utiles pour l'interprétation des résultats. S'il ne se produit pas d'éclatement, on doit prolonger le chauffage pendant cinq minutes au moins avant d'arrêter l'essai. Après chaque essai, s'il y a eu fragmentation, on rassemble et on pèse les fragments de la douille.

11.5.1.3.4 Du point de vue du type de fragmentation, on distingue les effets suivants :

- O : Douille intacte ;
- A : Fond de la douille gonflé ;
- B : Fond et paroi de la douille gonflés ;
- C : Fond de la douille fendu ;
- D : Paroi de la douille fendue ;
- E : Douille fendue en deux² fragments ;
- F : Douille fragmentée en trois² morceaux ou plus, assez gros pour la plupart, éventuellement restés attachés entre eux ;
- G : Douille fragmentée en de nombreux morceaux petits pour la plupart ; dispositif de fermeture intact ; et
- H : Douille fragmentée en de nombreux très petits morceaux ; dispositif de fermeture déformé ou rompu.

Des exemples des types de fragmentation D, E et F sont montrés à la figure 11.5.1.3. Si un essai aboutit à une fragmentation du type O à E, on considère que le résultat est « pas d'explosion ». Si l'on obtient le type de fragmentation F à H, on considère que le résultat est « explosion ».

11.5.1.3.5 La série d'essais commence par un essai simple avec disque à lumière de 20 mm. Si lors de cet essai, il y a explosion, on poursuit la série avec des essais sur des douilles sans disque à lumière ni écrou mais seulement munies de la bague filetée (ouverture : 24 mm). Si par contre il n'y a pas d'explosion on poursuit la

¹ ***Cette méthode peut être inapplicable pour des raisons de sécurité (matières sensibles au frottement). Si la forme physique de l'échantillon risque d'être modifiée par la compression, ou si l'utilisation d'un échantillon comprimé n'est pas représentative des conditions d'exploitation (matériaux fibreux par exemple), on pourra utiliser d'autres méthodes de remplissage adaptées.***

² *Le haut de la douille, retenu dans le dispositif de fermeture, est compté comme un fragment.*

série avec un essai pour chacun des diamètres de lumière suivants : 12,0 - 8,0 - 5,0 - 3,0 - 2,0 - 1,5 - et finalement 1,0 mm, jusqu'à ce que l'on obtienne le résultat positif (« explosion »). On exécute alors des essais à des diamètres croissants selon l'ordre indiqué en 11.5.1.2.1 jusqu'à ce que l'on obtienne trois résultats négatifs (« pas d'explosion ») lors de trois essais au même diamètre. Le diamètre limite pour une matière donnée est le plus grand diamètre pour lequel le résultat « explosion » ait été obtenu. S'il n'y a pas d'explosion même au diamètre de 1 mm, on note comme résultat pour le diamètre limite « moins de 1 mm ».

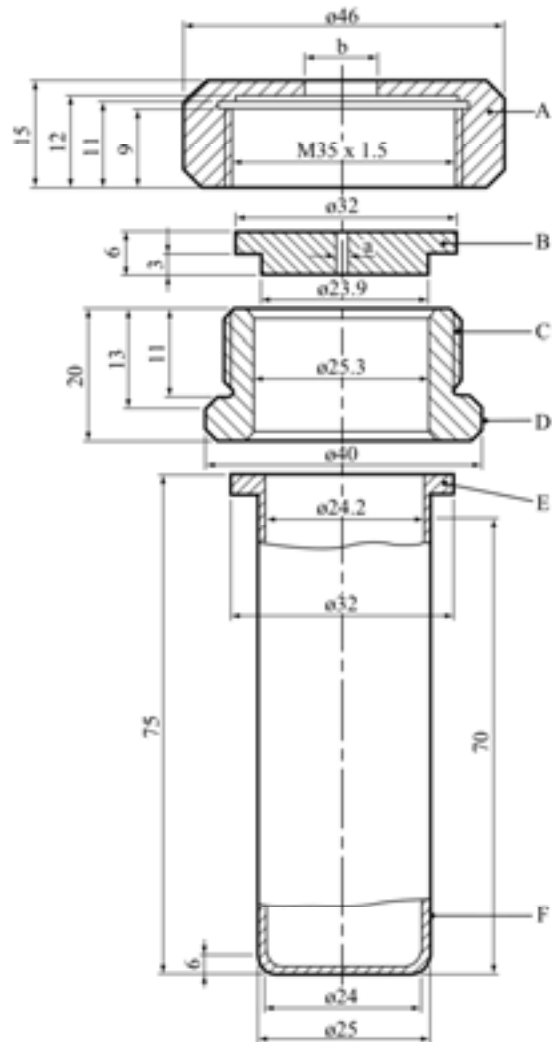
11.5.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière réagit au chauffage sous confinement si le diamètre limite est égal ou supérieur à 1 mm. On considère que le résultat est négatif (-) et que la matière ne réagit pas au chauffage sous confinement s'il est inférieur à ce chiffre.

11.5.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Diamètre limite (mm)	Résultat
Nitrate d'ammonium (cristaux)	1,0	+
Nitrate d'ammonium (perles haute densité)	1,0	+
Nitrate d'ammonium (perles basse densité)	1,0	+
Perchlorate d'ammonium	3,0	+
Dinitro-1,3 benzène (cristaux)	< 1,0	-
Dinitro-2,4 toluène (cristaux)	< 1,0	-
Nitrate de guanidine (cristaux)	1,5	+
Nitroguanidine (cristaux)	1,0	+
Nitrométhane	< 1,0	-
Nitrate d'urée (cristaux)	< 1,0	-

Figure 11.5.1.1 : Douille et accessoires



-
- (A) Écrou ($\varnothing b = 10$ ou 20 mm) de 41 mm entre plats
 - (B) Disque à lumière ($\varnothing a = 1,0$ à $20,0$ mm)
 - (C) Bague filetée
 - (D) 36 mm entre plats
 - (E) Rebord
 - (F) Douille
-

Figure 11.5.1.2 : Enceinte de chauffage et de protection

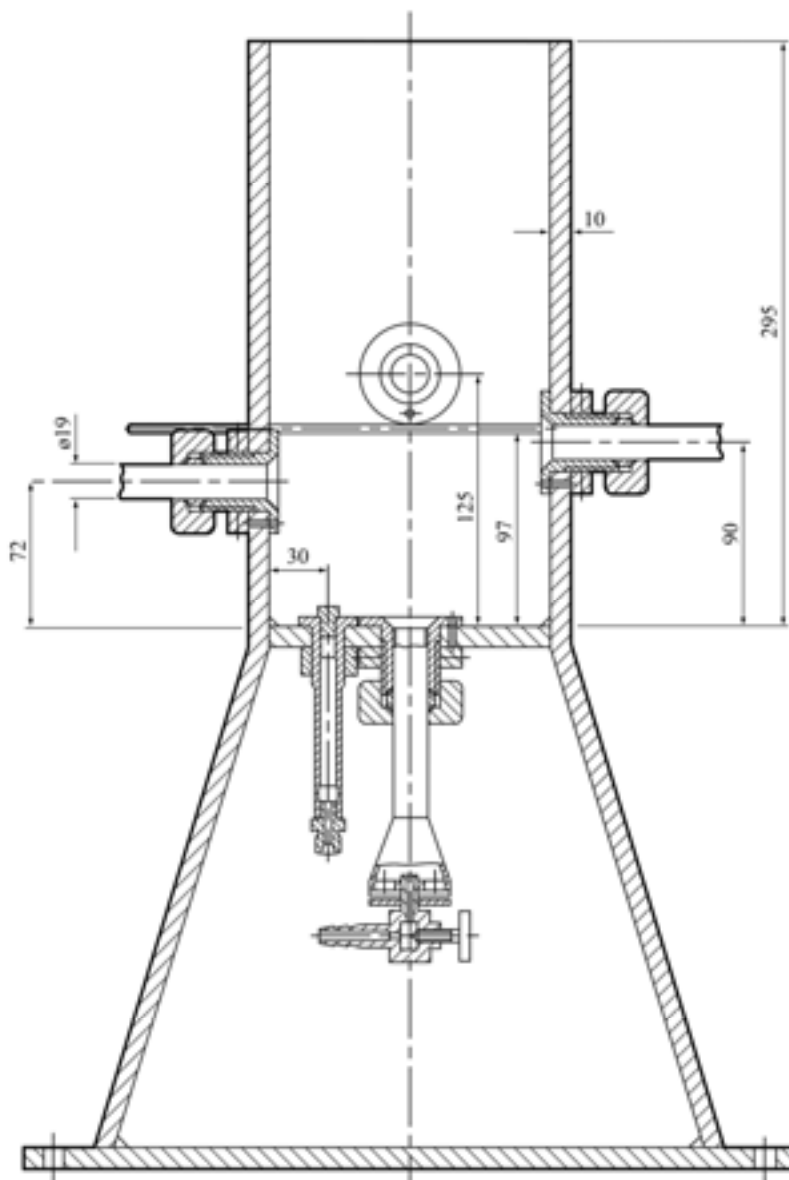
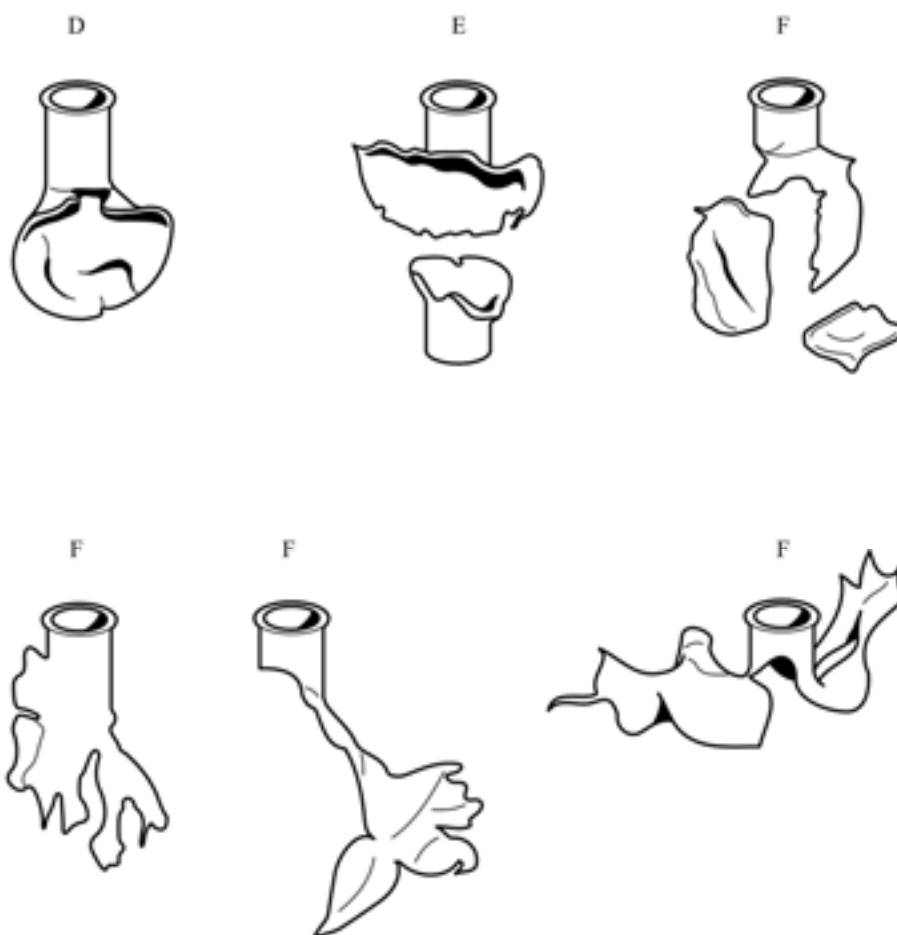


Figure 11.5.1.3 : Exemples des types de fragmentation D, E et F



11.6 Série 1, type c) : Dispositions d'épreuve

11.6.1 *Épreuve 1 c) i) : Épreuve pression/temps*

11.6.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer les effets d'une inflammation de la matière³ sous confinement ; il s'agit de savoir si une inflammation peut causer une déflagration explosive aux pressions qui peuvent être atteintes lorsque les matières sont transportées dans des emballages normaux du commerce.

11.6.1.2 *Appareillage et matériels*

11.6.1.2.1 Le dispositif d'essai (représenté à la figure 11.6.1.1) est constitué par une bombe cylindrique en acier de 89 mm de long et 60 mm de diamètre extérieur. La bombe comporte deux plats usinés en des points diamétralement opposés (ce qui réduit sa largeur à cet endroit à 50 mm), ce qui permet de l'immobiliser pour le serrage du bouchon de mise à feu et du bouchon à évent. Elle est alésée intérieurement à 20 mm et comporte aux deux extrémités un chambrage de 19 mm de profondeur taraudé au pas de 1 in. British Standard Pipe. Une prise de pression est vissée latéralement dans le corps de la bombe à 35 mm d'une extrémité, et à un angle de 90° par rapport aux plats. Elle se visse dans un chambrage de 12 mm de profondeur taraudé au pas de 1/2 in. British Standard Pipe. Un joint en cuivre est utilisé pour assurer l'étanchéité aux gaz. La prise de pression fait saillie latéralement de 55 mm par rapport au corps de la bombe et est percée d'un trou axial de 6 mm. Elle comporte à son extrémité extérieure un chambrage taraudé pour recevoir un capteur de pression du type à diaphragme ; on peut utiliser à cette fin tout dispositif de mesure de pression, à condition qu'il résiste aux gaz chauds et aux produits de décomposition et qu'il puisse répondre à des accroissements de pression de 690 à 2 070 kPa en moins de 5 ms.

11.6.1.2.2 L'extrémité de la bombe la plus éloignée du raccord est fermée par un bouchon de mise à feu qui porte deux électrodes, dont l'une est isolée du corps du bouchon et l'autre mise à la masse. L'autre extrémité est fermée par un disque de rupture en aluminium de 0,2 mm d'épaisseur (réglé pour une pression de rupture d'environ 2 200 kPa), maintenu en place par un bouchon portant un évent de 20 mm de diamètre. Un joint en plomb mou ou en un autre matériau déformable (polyoxyméthylène par exemple) est utilisé avec chaque bouchon pour assurer une bonne étanchéité. Un porte-bombe spécial (figure 11.6.1.2) permet de maintenir la bombe dans la position voulue pendant les essais. Il est constitué par une plaque d'embase en acier doux de 235 mm × 184 mm × 6 mm, sur laquelle est soudé obliquement un tube de section carrée (70 mm × 70 mm × 4 mm) de 185 mm de long.

11.6.1.2.3 À une extrémité du tube carré, on a enlevé une certaine longueur de métal sur deux faces opposées, ce qui laisse une longueur de 86 mm de tube carré prolongée par deux côtés plats. Les extrémités de ces plats sont coupées à 60° par rapport à l'axe du tube et soudées à la plaque d'embase.

11.6.1.2.4 Une encoche de 22 mm de large et de 46 mm de profondeur est découpée sur un côté en haut du tube carré, de telle manière que lorsque la bombe est posée dans le support, bouchon de mise à feu vers le bas, le raccord de prise de pression vienne s'y loger. Une entretoise en acier de 30 mm de large et 6 mm d'épaisseur est soudée sur la paroi intérieure du tube du côté orienté vers le bas. Deux trous taraudés dans le côté opposé reçoivent des vis à molettes de 7 mm, qui servent à fixer la bombe. Deux rebords en acier de 12 mm de large et de 6 mm d'épaisseur soudés sur les flancs du support à la base de la section carrée soutiennent la bombe par le fond.

11.6.1.2.5 Le dispositif d'inflammation comprend une tête d'amorce électrique du type couramment utilisé dans les détonateurs à basse tension, sur laquelle est enfilé un morceau carré de 13 mm de côté de tissu enduit de composition d'amorçage. D'autres têtes d'amorce ayant des caractéristiques équivalentes peuvent être

³ Lors d'un essai exécuté sur des liquides énergétiques thermiquement stables tels que le nitrométhane (No ONU 1261), il arrive que les résultats ne soient pas reproductibles parce que la matière produit deux pointes de pression.

utilisées. Le tissu imprégné est de la toile de lin enduite des deux côtés d'une composition pyrotechnique de nitrate de potassium/silicium/poudre noire sans soufre⁴.

11.6.1.2.6 Pour les essais sur les matières solides, les opérations de préparation du dispositif d'allumage consistent en premier à décoller de la carte isolante les fils conducteurs plats en cuivre d'une amorce électrique (voir figure 11.6.1.3). La partie découverte de la carte est alors coupée. La tête d'amorce est ensuite soudée aux bornes du bouchon d'allumage par les conducteurs plats, de telle manière que le sommet de l'amorce soit situé à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon. Un morceau carré de 13 mm de côté de tissu enduit de composition d'amorçage, percé d'un trou central, est placé sur la tête d'amorce, puis replié autour de celle-ci et attaché avec un fil de coton fin.

11.6.1.2.7 Pour les essais sur les liquides, des fils sont soudés aux conducteurs plats de la tête d'amorce. On fait alors passer les fils à l'intérieur d'une portion de 8 mm de long de tube en caoutchouc au silicone d'un diamètre extérieur de 5 mm et intérieur de 1 mm, puis l'on repousse cette portion de tube pour l'enfiler sur les conducteurs plats de la manière indiquée à la figure 11.6.1.4. Le morceau de tissu imprégné de composition d'amorçage est alors rabattu autour de l'amorce et une gaine en PVC mince d'un seul morceau, ou en un matériau équivalent, est enfilée sur le tissu imprégné et le tube en caoutchouc. La gaine est fermée de manière étanche autour du tube par un collier de sertissage en fil métallique mince la serrant autour du tube. Les fils du dispositif sont alors soudés aux bornes du bouchon de mise à feu de telle manière que le sommet de l'amorce soit situé à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon.

11.6.1.3 *Mode opératoire*

11.6.1.3.1 La bombe montée, avec son capteur de pression, mais non fermée sur son disque de rupture, est posée bouchon d'allumage vers le bas dans son support. On introduit alors 5 g⁵ de matière dans la bombe, de telle manière que l'échantillon touche le dispositif d'allumage. Exceptionnellement, il pourra être nécessaire de tasser légèrement l'échantillon pour faire tenir cette quantité. Si un léger tassement ne le permet pas, le tir doit s'effectuer avec un récipient rempli complètement. On doit alors enregistrer le poids de la charge. On pose ensuite le joint de plomb et le disque de rupture en aluminium, puis on visse solidement le bouchon. La bombe chargée est alors introduite dans son support, disque de rupture vers le haut, et l'ensemble est placé dans une sorbonne blindée ou dans une chambre de tir. Un exploseur est raccordé aux bornes extérieures du bouchon et la charge est mise à feu. Le signal émis par le capteur de pression est enregistré avec un appareillage approprié, permettant à la fois d'effectuer une analyse des phénomènes rapides et d'obtenir un enregistrement permanent de la courbe pression/temps (enregistreur de signaux transitoires couplé avec un enregistreur à bande de papier).

11.6.1.3.2 On exécute trois essais. On note le temps nécessaire pour que la pression passe de 690 kPa à 2 070 kPa (pression manométrique). On retient le temps le plus court aux fins du classement.

11.6.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Pour l'évaluation des résultats, on détermine si la pression de 2 070 kPa a été atteinte et, dans ce cas, le temps nécessaire pour l'accroissement de pression de 690 kPa à 2 070 kPa.

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière est apte à déflager si la pression maximale atteinte lors d'un essai est égale ou supérieure à 2 070 kPa (pression manométrique). On considère que le résultat est négatif (-) et que la matière n'a pas d'aptitude à la déflagration si la pression maximale atteinte

⁴ Cette composition peut être obtenue auprès du correspondant national pour les conditions d'épreuve du Royaume-Uni (voir l'appendice 4).

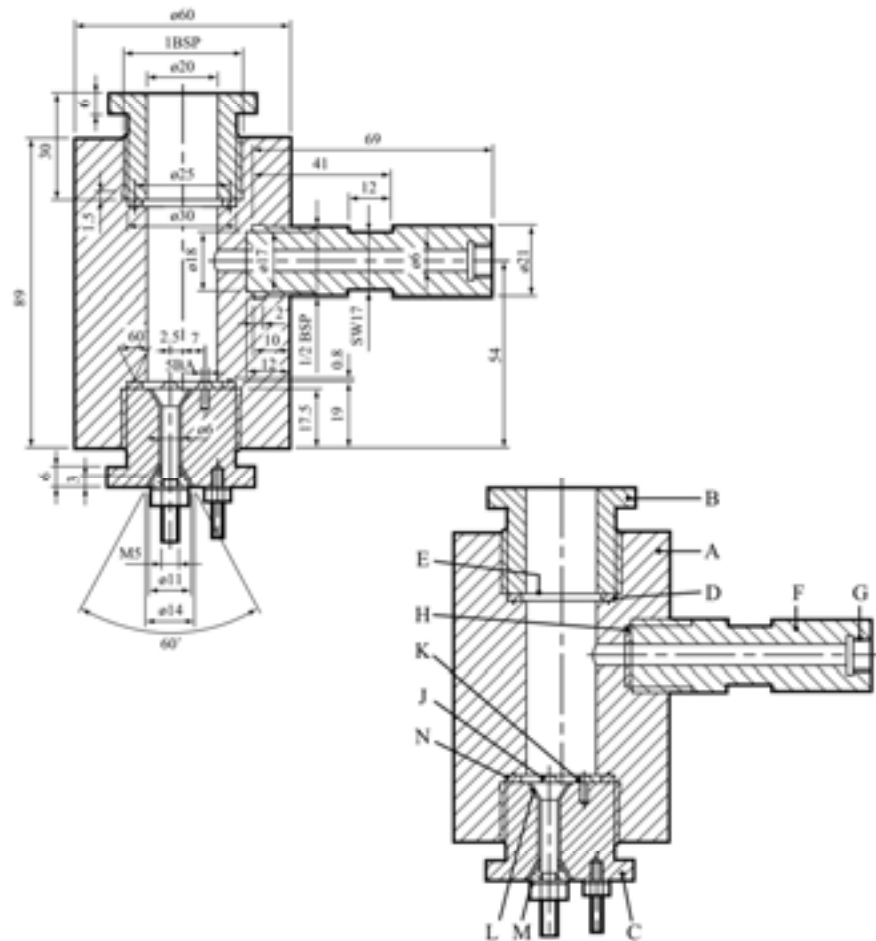
⁵ **Quand lors d'épreuves préalables effectuées pour déterminer si une matière est dangereuse à manipuler (chauffage dans une flamme par exemple) ou lors d'épreuves de combustion préalables (épreuve de la série 3, type d), par exemple indiquent que celle-ci est susceptible de réaction violente, on doit réduire la dimension de l'échantillon à 0,5 g jusqu'à ce que l'on connaisse avec précision l'intensité de la réaction. En partant de 0,5 g, on procédera en augmentant progressivement la taille de l'échantillon jusqu'à 5 g, à moins qu'un résultat positif (+) ne soit obtenu auparavant.**

lors des trois essais est inférieure à cette valeur. Le fait qu'il n'y ait pas eu inflammation n'indique pas nécessairement que la matière n'a pas de propriétés explosives.

11.6.1.5 Exemples de résultats

Matière	Pression maximale (kPa)	Temps d'accroissement de pression de 690 à 2 070 kPa (ms)	Résultat
Nitrate d'ammonium (granulés haute densité)	< 2 070	-	-
Nitrate d'ammonium (granulés basse densité)	< 2 070	-	-
Perchlorate d'ammonium (2 µm)	> 2 070	5	+
Perchlorate d'ammonium (30 µm)	> 2 070	15	+
Azoture de baryum	> 2 070	<5	+
Nitrate de guanidine	> 2 070	606	+
Nitrite d'isobutyle	> 2 070	80	+
Nitrate d'isopropyle	> 2 070	10	+
Nitroguanidine	> 2 070	400	+
Acide picramique	> 2 070	500	+
Picramate de sodium	> 2 070	15	+
Nitrate d'urée	> 2 070	400	+

Figure 11.6.1.1 : Bombe



(A)	Corps de la pompe	(H)	Joint en cuivre
(B)	Bouchon retenant le disque de rupture	(J)	Électrode isolée
(C)	Bouchon de mise à feu	(K)	Électrode mise à la masse
(D)	Joint en plomb mou	(L)	Isolation
(E)	Disque de rupture	(M)	Cône en acier
(F)	Raccord de prise de pression	(N)	Rainure de matage du joint
(G)	Taroudage pour capteur		

Figure 11.6.1.2 : Porte-bombe

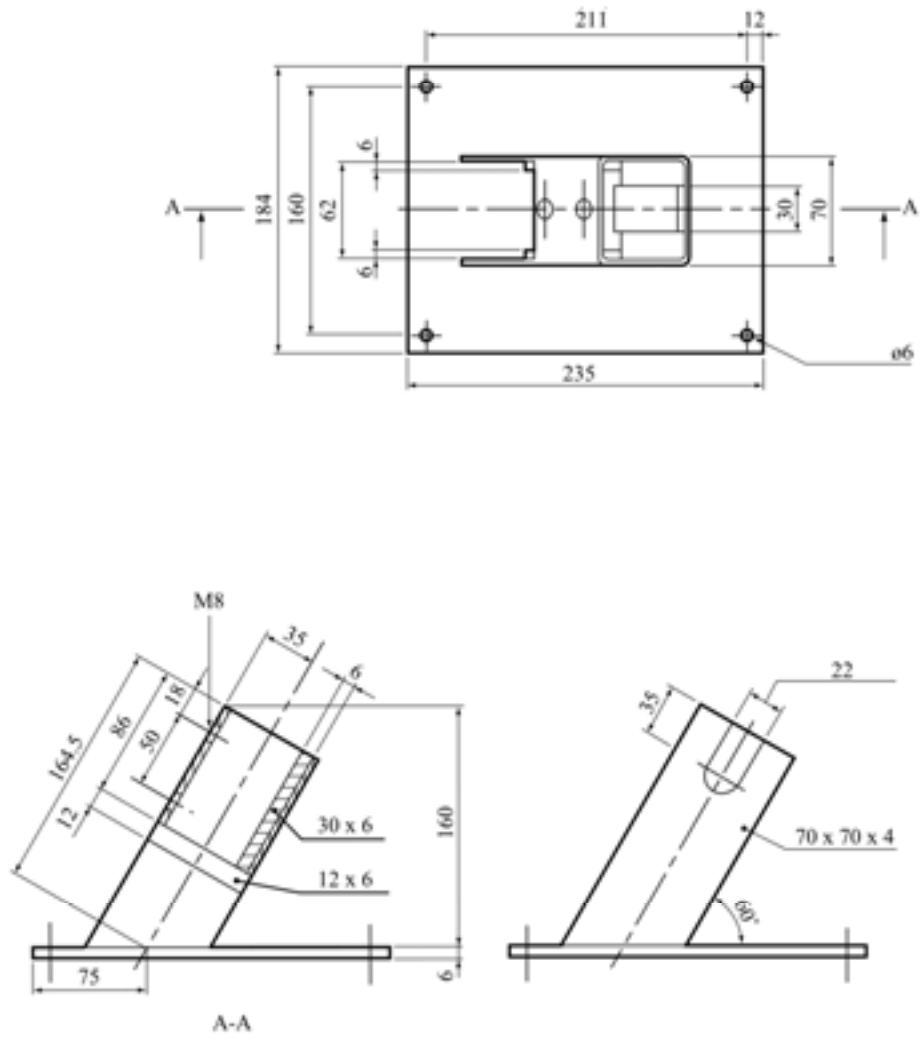
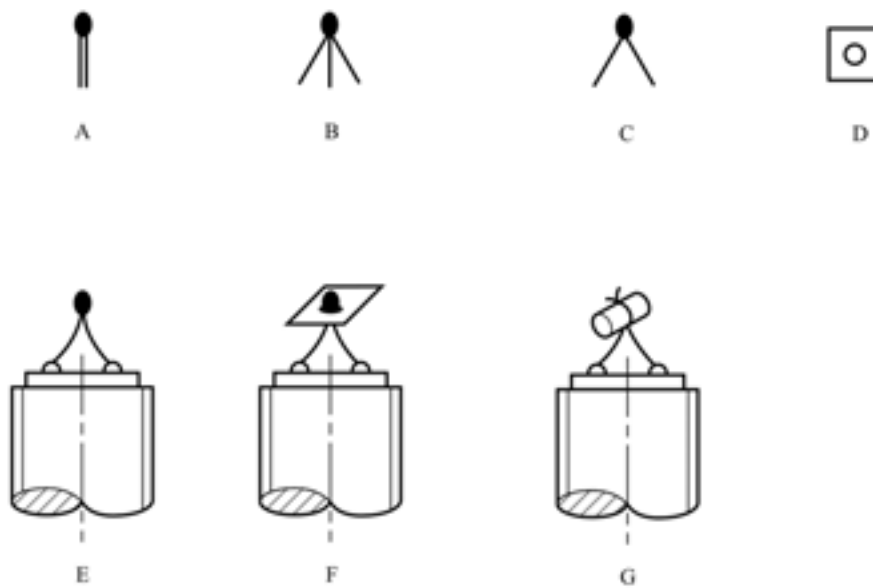
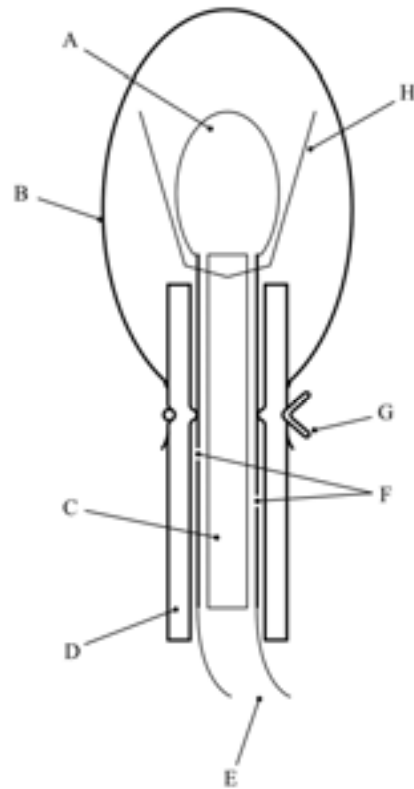


Figure 11.6.1.3 : Dispositif d'allumage pour les matières solides



-
- (A) Tête d'amorce électrique standard
 - (B) Conducteurs plats en laiton décollés de la carte isolante
 - (C) Carte isolante découpée et enlevée
 - (D) Carré de 13 mm de tissu enduit de composition d'amorçage SR252, avec trou central
 - (E) Tête d'amorce soudée aux broches du bouchon de mise à feu
 - (F) Tissu placé sur la tête d'amorce
 - (G) Tissu replié autour de la tête d'amorce et attaché avec du fil de coton
-

Figure 11.6.1.4 : Dispositif d'allumage pour les liquides



-
- | | |
|-----|------------------------------------------|
| (A) | Tête d'amorce |
| (B) | Gaine en PVC |
| (C) | Carte isolante |
| (D) | Tube en caoutchouc au silicone |
| (E) | Fils de mise à feu |
| (F) | Conducteurs plats |
| (G) | Collier métallique de sertissage |
| (H) | Tissu imprégné de composition d'amorçage |
-

11.6.2 *Épreuve 1 c) ii) : Épreuve d'inflammation interne*

11.6.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à passer de la déflagration à la détonation.

11.6.2.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est représenté à la figure 11.6.2.1. Un échantillon de la matière à éprouver est placé dans un tube d'acier au carbone (A53 qualité B) de 74 mm de diamètre intérieur et de 7,6 mm d'épaisseur de paroi (« 3 inch schedule 80 »), long de 45,7 cm, fermé aux deux extrémités par un bouchon de tuyauterie en acier forgé (type « 3 000 lb »). Un allumeur contenant 20 g de poudre noire (traversant à 100 % la maille No 20 de 0,84 mm et retenu à 100 % par la maille No 50 de 0,297 mm) est placée au centre du tube. Il est constitué d'un étui cylindrique de 21 mm de diamètre et de 64 mm de long fait d'une couche d'acétate de cellulose de 0,54 mm d'épaisseur maintenue extérieurement par deux couches d'acétate renforcée de filament nylon. L'étui contient une boucle d'allumage formée de 25 mm de fil résistant au nickel-chrome de 0,30 mm de diamètre, ayant une résistance électrique de 0,35 ohms. Cette boucle est reliée à deux fils de cuivre étamé isolés de 0,7 mm de diamètre (diamètre extérieur avec gaine 1,3 mm). Les fils passent par deux petits trous percés dans la paroi du tube, l'étanchéité étant assurée par de la résine époxyde.

11.6.2.3 *Mode opératoire*

On charge la matière dans le tube à température ambiante, jusqu'à une hauteur de 23 cm ; on introduit l'allumeur au centre du tube (les fils doivent passer par les trous de la paroi) et on scelle les trous à la résine époxyde après avoir tendu les fils. On charge ensuite le reste de l'échantillon et on visse le bouchon du haut. Pour les matières gélatineuses, la densité de remplissage doit être aussi proche que possible de la densité normale de transport. Pour les matières sous forme granulaire, on tasse la matière à la densité voulue par petits chocs répétés contre une surface dure. Le tube est placé en position verticale et l'allumeur mis à feu avec un courant de 15 A/20 V alternatif. Trois essais doivent être exécutés à moins qu'il n'y ait passage de la déflagration à la détonation dès le premier ou le deuxième.

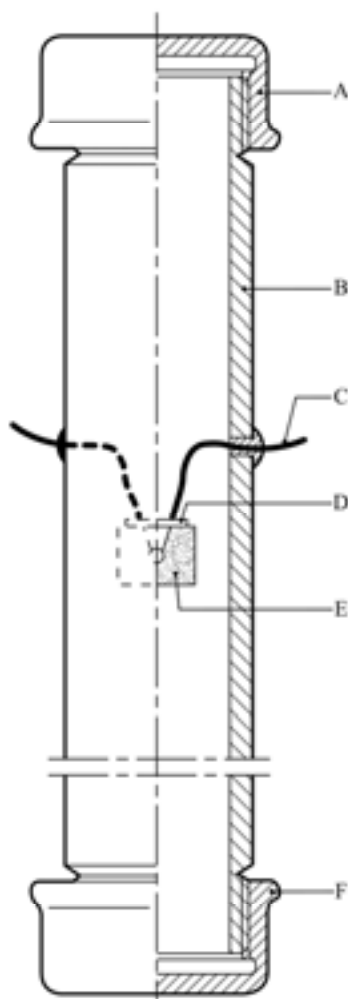
11.6.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) si le tube ou l'un au moins des bouchons d'extrémité est fragmenté en au moins deux morceaux distincts. Si le tube est seulement fendu ou éventré, ou s'il y a seulement déformation du tube ou des bouchons au point que les bouchons sautent, on considère que le résultat est négatif (-).

11.6.2.5 *Exemples de résultats*

Matière	Résultat
Nitrate-fioul aluminisé	+
Nitrate d'ammonium (granulés poreux basse densité)	-
Perchlorate d'ammonium (45 µm)	+
Nitrocarbonate	-
TNT (granulés)	+
Gel aqueux	+

Figure 11.6.2.1 : Épreuve d'inflammation interne



-
- | | |
|-----|------------------------|
| (A) | Bouchon en acier forgé |
| (B) | Tube en acier |
| (C) | Fils de mise à feu |
| (D) | Joint d'étanchéité |
| (E) | Allumeur |
| (F) | Bouchon en acier forgé |
-

SECTION 12

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 2

12.1 Introduction

12.1.1 À la question « La matière est-elle trop insensible pour relever de la classe des matières et objets explosibles ? » (case 6 de la figure 10.2), on répond selon les résultats de trois types d'épreuves visant à évaluer les effets explosifs éventuels. La réponse à cette question est non si un résultat positif (+) est obtenu pour l'un quelconque des trois types d'épreuves.

12.2 Méthodes d'épreuves

La série d'épreuves 2 comprend trois types d'épreuves :

- Type 2 a) pour déterminer la sensibilité à l'onde de choc ;
- Type 2 b) pour déterminer l'effet du chauffage sous confinement ; et
- Type 2 c) pour déterminer l'effet de l'inflammation sous confinement.

Les méthodes d'épreuves de cette série actuellement utilisées sont énumérées au tableau 12.1.

Tableau 12.1 : Méthodes d'épreuves de la série 2

Code	Nom de l'épreuve	Section
2 a)	Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU ^a	12.4.1
2 b)	Épreuve de Koenen ^a	12.5.1
2 c) i)	Épreuve pression/temps ^a	12.6.1
2 c) ii)	Épreuve d'inflammation interne	12.6.2

^a Épreuve recommandée.

12.3 Conditions d'épreuve

12.3.1 Étant donné l'effet important de la masse volumique apparente de la matière sur le résultat de l'épreuve du type 2 a), elle doit toujours être enregistrée. La masse volumique apparente des matières solides doit être déterminée à partir de la mesure du volume du tube et de la masse de l'échantillon.

12.3.2 S'il s'agit d'un mélange dont les composants peuvent se séparer, on doit exécuter l'épreuve de telle manière que l'amorce soit en contact avec le composant qui est potentiellement le plus explosif si celui-ci est connu.

12.3.3 Les épreuves sont exécutées à la température ambiante sauf s'il est probable que la matière se trouvera dans des conditions susceptibles de modifier son état physique ou sa densité.

12.3.4 Pour les matières organiques et les mélanges de matières organiques dont l'énergie de décomposition est supérieure ou égale à 800 J/g, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve de la série 2, type a) si le résultat de l'épreuve de tir au mortier balistique Mk.III d (épreuve F.1), de l'épreuve du mortier balistique (épreuve F.2) ou de l'épreuve de Trauzl BAM (épreuve F.3) avec amorçage par un détonateur normalisé No 8 (voir appendice 1) est « Réaction nulle ». Dans ce cas, le résultat de l'épreuve de la série 2, type a) est réputé être négatif (-). Si le résultat de l'épreuve F.1, F.2 ou F.3 est « Réaction faible » ou « Réaction significative », le résultat de l'épreuve de la série 2, type a), est réputé être positif (+). Dans ce cas, un résultat négatif (-) ne peut être obtenu qu'en exécutant l'épreuve de la série 2, type a).

12.4 Série 2, type a) : Dispositions d'épreuve

12.4.1 Épreuve 2 a) : Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU

12.4.1.1 Introduction

Cette épreuve est utilisée pour déterminer la sensibilité à une onde de choc d'une matière confinée dans un tube d'acier.

12.4.1.2 Appareillage et matériels

Le dispositif d'essai, identique pour les matières solides et les liquides, est représenté à la figure 12.4.1.1. L'échantillon est placé dans un tube en acier au carbone sans soudure de 48 ± 2 mm de diamètre extérieur, d'une épaisseur de paroi de 4 mm et d'une longueur de 400 ± 5 mm. Si la matière éprouvée risque de réagir avec l'acier, l'intérieur du tube doit être protégé par un revêtement de résine fluorocarbonée. Le fond du tube est fermé par une couche de feuille de plastique, tendue fermement (jusqu'à déformation plastique) sur le fond du tube et maintenue fermement en place. La feuille de plastique doit être compatible avec la matière éprouvée. Le relais est une charge de 160 g d'hexocire (95/5) ou de pentolite contenant au moins 50 % de penthrite dans le mélange, de 50 ± 1 mm de diamètre, et ayant une masse volumique de $1\,600 \pm 50$ kg/m³. Les charges peuvent être comprimées en un ou plusieurs éléments, pour autant que la charge totale réponde aux spécifications ; la charge de pentolite est coulée. Une « barrière » de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) d'un diamètre de 50 ± 1 mm et d'une longueur de 50 ± 1 mm est également utilisée. Une plaque témoin en acier doux de 3 mm d'épaisseur, de 150 ± 10 mm de côté peut être placée à l'extrémité supérieure du tube d'acier et séparée de celui-ci par des cales de $1,6 \pm 0,2$ mm d'épaisseur.

12.4.1.3 Mode opératoire

12.4.1.3.1 Le tube est rempli de matière jusqu'en haut. Pour les matières solides, on obtient la densité de chargement voulue en frappant à petits coups sur le tube jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de tassement visible. On détermine la masse de l'échantillon et, s'il s'agit d'une matière solide, on calcule la masse volumique apparente d'après le volume interne du tube mesuré.

12.4.1.3.2 Le tube est installé en position verticale et la « barrière » en polyméthacrylate de méthyle est placée directement contre la feuille de plastique qui ferme le fond du tube. Après avoir posé la charge relais contre le disque barrière, on fixe le détonateur au fond de la charge et on met à feu. Deux essais sont exécutés à moins que l'on n'observe une détonation au premier.

12.4.1.4 Critères et méthode d'évaluation des résultats

Les résultats de l'épreuve sont évalués en fonction du type de fragmentation du tube ou de la perforation ou non de la plaque témoin. Pour le classement, on retient le résultat d'essai le plus défavorable. On considère que le résultat de l'essai est positif (+) et que la matière est sensible à l'onde de détonation, dans l'un ou l'autre des cas suivants :

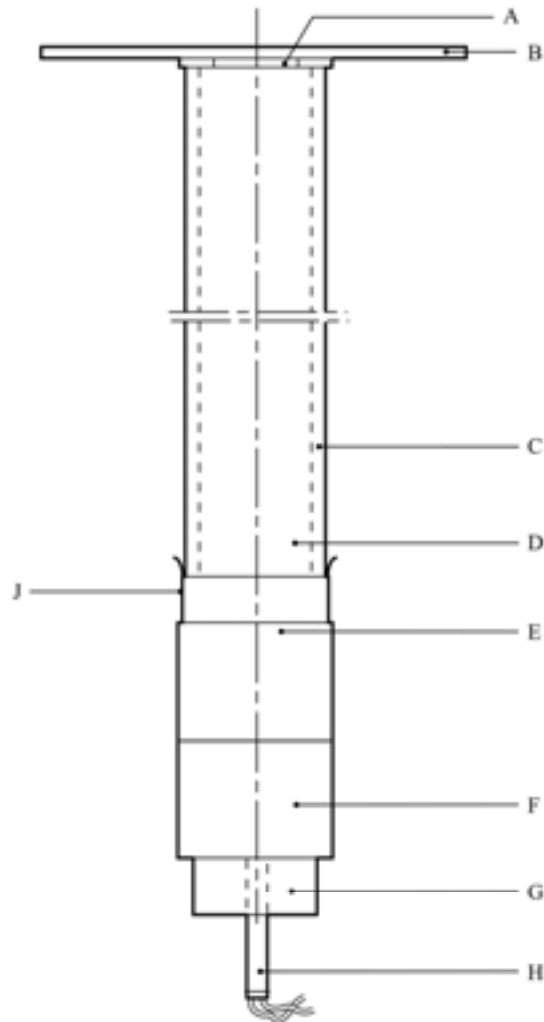
- a) Le tube est entièrement fragmenté ;
- b) La plaque témoin est percée d'un trou.

Tout autre résultat est considéré comme négatif (-) et la matière est considérée comme insensible à l'onde de choc intense.

12.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Longueur fragmentée (cm)	Plaque témoin	Résultat
Nitrate d'ammonium, granulés	800	25	bombée	-
Nitrate d'ammonium, 200 µm	540	40	percée	+
Nitrate-fioul 94/6	880	40	percée	+
Perchlorate d'ammonium (200 µm)	1 190	0	intacte	-
Nitrométhane	1 130	0	intacte	-
Penthrite/lactose, 20/80	880	40	percée	+
Tolite coulée	1 510	20	intacte	-
Tolite en paillettes	710	40	percée	+

Figure 12.4.1.1 : Épreuve d'amorçage de la détonation de l'ONU



(A) Cales de séparation
(C) Tube d'acier
(E) Barrière en PMMA
(G) Support du détonateur
(J) Feuille de plastique

(B) Plaque témoin
(D) Matière à éprouver
(F) Relais d'amorçage d'hexocire ou de pentolite
(H) Détonateur

12.5 Série 2, type b) : Dispositions d'épreuve

12.5.1 Épreuve 2 b) : Épreuve de Koenen

12.5.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières solides et des liquides à l'effet d'un chauffage intense sous confinement défini.

12.5.1.2 Appareillage et matériels

12.5.1.2.1 Le dispositif d'essai est constitué par une douille en acier non réutilisable munie d'un dispositif de fermeture réutilisable, installée dans une enceinte de chauffage et de protection. La douille est obtenue par emboutissage d'une tôle d'acier répondant à la norme DC04 (EN 10027-1), ou la norme équivalente A620 (AISI/SAE/ASTM) ou la norme équivalente SPCEN (JIS G 3141). Ses cotes sont indiquées à la figure 12.5.1.1. À son extrémité ouverte, la douille comporte un rebord. Le disque à lumière, à travers lequel s'échappent les gaz de décomposition de l'échantillon, est en acier au chrome résistant à la chaleur. Les diamètres de lumière disponibles sont les suivants : 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 - 5,0 - 8,0 - 12,0 et 20,0 mm. Les cotes de la bague fileté et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 12.5.1.1.

Pour le contrôle qualité des douilles en acier, 1 % des douilles de chaque lot de production doit être soumis au contrôle qualité et les données suivantes doivent être vérifiées :

- a) La masse des douilles doit être de $26,5 \pm 1,5$ g, les douilles utilisées à chaque séquence d'épreuve ne doivent pas présenter une différence de masse de plus de 1 g ;
- b) La longueur des douilles doit être $75 \pm 0,5$ mm ;
- c) L'épaisseur de paroi des douilles mesurée à 20 mm du fond de la douille doit être $0,5 \pm 0,05$ mm ;
- d) La pression de rupture telle que déterminée par charge quasi-statique à travers un fluide incompressible doit être 29 ± 4 MPa.

12.5.1.2.2 Pour le chauffage, on utilise quatre brûleurs alimentés en propane à partir d'une bouteille à gaz industriel par l'intermédiaire d'un détendeur, d'un compteur et de tuyaux de répartition. D'autres gaz combustibles peuvent être utilisés à condition que la vitesse de chauffe prescrite soit respectée. La pression du gaz est réglée pour maintenir une vitesse de chauffe de $3,3 \pm 0,3$ K/s, cette valeur étant mesurée par une opération d'étalonnage. Celle-ci consiste à chauffer une douille (munie d'un disque à lumière de 1,5 mm), contenant 27 cm³ d'huile silicone, de densité apparente égale à $0,96 \pm 0,02$ à 20 °C et de capacité thermique égale à $1,46 \pm 0,02$ J/g.K à 25 °C. On enregistre le temps nécessaire pour porter la température du liquide, mesurée avec un thermocouple de 1 mm de diamètre placé en position centrale à 43 mm au-dessous du bord de la douille, de 135 °C à 285 °C et on calcule la vitesse de chauffe correspondante.

12.5.1.2.3 Étant donné le risque d'éclatement de la douille lors de l'essai, le chauffage s'effectue dans une enceinte de protection en métal soudé, ayant la configuration et les dimensions indiquées à la figure 12.5.1.2. La douille est suspendue entre deux tiges passant par des trous percés dans les parois opposées de l'enceinte. La position des brûleurs est indiquée à la figure 12.5.1.2. Les brûleurs sont allumés simultanément au moyen d'une veilleuse ou d'un allumeur électrique. **Le dispositif d'essai est installé dans un local protégé.** Au cours de l'essai on doit prendre des mesures pour éviter que les flammes des brûleurs ne soient déviées par les courants d'air. Le local d'essais est muni d'un système d'extraction des gaz ou fumées provenant des essais.

12.5.1.3 *Mode opératoire*

12.5.1.3.1 La matière est normalement soumise à l'épreuve telle qu'elle a été reçue. Dans certains cas cependant il peut être nécessaire de la broyer auparavant. Pour les matières solides, la masse de matière à utiliser pour chaque essai est déterminée au moyen d'un essai à blanc en deux étapes. On remplit une douille préalablement tarée de 9 cm³ de matière et on tasse¹ celle-ci avec une force de 80 N s'exerçant sur toute la section transversale de la douille. S'il s'agit d'une matière compressible, on complète le plein et on tasse jusqu'à ce que la douille soit remplie à 55 mm du bord. La masse totale de matière utilisée jusque-là est déterminée et deux portions supplémentaires, chacune tassée avec une force de 80 N, sont ajoutées. Ensuite, selon le cas, on enlève l'excédent, ou on rajoute ce qui manque en tassant, pour amener le niveau à 15 mm du bord.

On exécute un second essai à blanc, en commençant par charger une portion tassée égale au tiers de la masse totale mesurée lors du premier essai de chargement. On ajoute ensuite deux de ces portions supplémentaires en tassant avec une force de 80 N, et on ajuste le niveau de l'échantillon dans le tube à 15 mm du bord supérieur en ajoutant ou en enlevant de la matière selon le cas. La quantité de matière déterminée lors du second essai de chargement est utilisée pour chaque essai, le remplissage s'effectuant par trois portions égales, chacune comprimée à 9 cm³. (Cette opération peut être facilitée par l'utilisation de bagues d'espacement.) Avec les liquides et matières géli-formes on charge le tube sur 60 mm de haut en veillant avec un soin particulier, dans le cas de ces dernières, à ce qu'il ne subsiste pas de vides. La bague filetée est enfilée sur la douille par en dessous, le disque à lumière approprié est mis en place et l'écrou est serré à la main après application d'un peu de graisse au bisulfure de molybdène sur le filet. Il est très important de s'assurer qu'il ne subsiste pas de matière prise entre le rebord de la douille et le disque, ou dans les filets.

12.5.1.3.2 Pour les disques d'un diamètre de lumière de 1,0 à 8,0 mm, on utilise des écrous de 10 mm d'ouverture ; au-delà, on doit utiliser un écrou à ouverture de 20 mm. La douille ne sert que pour un seul essai. Par contre, les disques à lumière, bagues filetées et écrous peuvent être réutilisés s'ils ne sont pas endommagés.

12.5.1.3.3 La douille est ensuite placée dans un étau solidement ancré et l'écrou est serré avec une clé. Elle est ensuite suspendue entre les deux tiges de l'enceinte de protection. La zone d'épreuve est évacuée, l'arrivée du gaz est ouverte et les brûleurs sont allumés. Le délai de réaction et la durée de la réaction peuvent être des informations supplémentaires utiles pour l'interprétation des résultats. S'il ne se produit pas d'éclatement, on doit prolonger le chauffage pendant au moins cinq minutes avant d'arrêter l'essai. Après chaque essai, s'il y a eu fragmentation, on rassemble et on pèse les fragments de la douille.

12.5.1.3.4 Du point de vue du type de fragmentation, on distingue les effets suivants :

- O : Douille intacte ;
- A : Fond de la douille gonflé ;
- B : Fond et paroi de la douille gonflés ;
- C : Fond de la douille fendu ;
- D : Paroi de la douille fendue ;
- E : Douille fendue en deux² fragments ;
- F : Douille fragmentée en trois² morceaux ou plus, assez gros pour la plupart, éventuellement restés attachés entre eux ;
- G : Douille fragmentée en de nombreux morceaux, petits pour la plupart ; dispositif de fermeture intact ;
- H : Douille fragmentée en de nombreux très petits morceaux ; dispositif de fermeture déformé ou rompu.

¹ ***Cette méthode peut être inapplicable pour des raisons de sécurité (matières sensibles aux frottements).*** Si la forme physique de l'échantillon risque d'être modifiée par la compression, ou si l'utilisation d'un échantillon comprimé n'est pas représentative des conditions d'exploitation (matériaux fibreux par exemple), on pourra utiliser d'autres méthodes de remplissage mieux adaptées.

² *Le haut de la douille, retenu dans le dispositif de fermeture, est compté comme un fragment.*

Des exemples des types de fragmentation D, E et F sont montrés dans la figure 12.5.1.3. Si un essai aboutit à une fragmentation du type O à E, on considère que le résultat est « pas d'explosion ». Si l'on obtient le type de fragmentation F à H, on considère que le résultat est « explosion ».

12.5.1.3.5 La série d'essais commence par un essai simple avec disque à lumière de 20 mm. Si lors de cet essai, il y a explosion, on poursuit la série avec des essais sur des douilles sans disque à lumière ni écrou mais seulement munies de la bague filetée (ouverture : 24 mm). Si par contre il n'y a pas d'explosion, on poursuit la série avec un essai pour chacun des diamètres de lumière suivants : 12,0 - 8,0 - 5,0 - 3,0 - 2,0 - 1,5 - et finalement 1,0 mm, jusqu'à ce que l'on obtienne un résultat positif (« explosion »). On exécute alors des essais à des diamètres croissants selon l'ordre indiqué en 12.5.1.2.1 jusqu'à ce que l'on obtienne trois résultats négatifs (« pas d'explosion ») lors de trois essais au même diamètre. Le diamètre limite pour une matière donnée est le plus grand diamètre pour lequel le résultat « explosion » ait été obtenu. S'il n'y a pas d'explosion même au diamètre de 1 mm, on note comme résultat pour le diamètre limite « moins de 1 mm ».

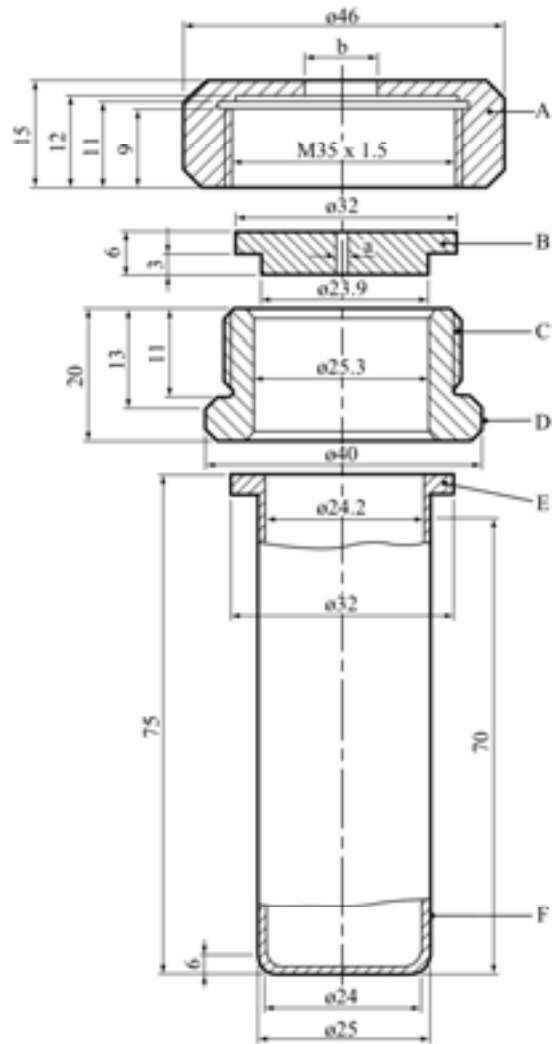
12.5.1.4 *Critère d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière réagit au chauffage sous confinement si le diamètre limite est égal ou supérieur à 2.0 mm. On considère que le résultat est négatif (-) et que la matière ne réagit pas au chauffage sous confinement s'il est inférieur à cette valeur.

12.5.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Diamètre limite (mm)	Résultat
Nitrate d'ammonium (cristaux)	1,0	-
Perchlorate d'ammonium	3,0	+
Picrate d'ammonium (cristaux)	2,5	+
Dinitro-1,3 résorcinol (cristaux)	2,5	+
Nitrate de guanidine (cristaux)	1,5	-
Acide picrique (cristaux)	4,0	+
Pentocire (95/5)	5,0	+

Figure 12.5.1.1 : Douille et accessoires



- | | | | |
|-----|-----------------------------------------------------------------|-----|-----------------------------------------------------|
| (A) | Écrou ($\varnothing b = 10$ ou 20 mm) de 41 mm entre plats | (B) | Disque à lumière ($\varnothing a = 1,0$ à 20 mm) |
| (C) | Bague filetée | (D) | 36 mm entre plats |
| (E) | Rebord | (F) | Douille |

Figure 12.5.1.2 : Enceinte de chauffage et de protection

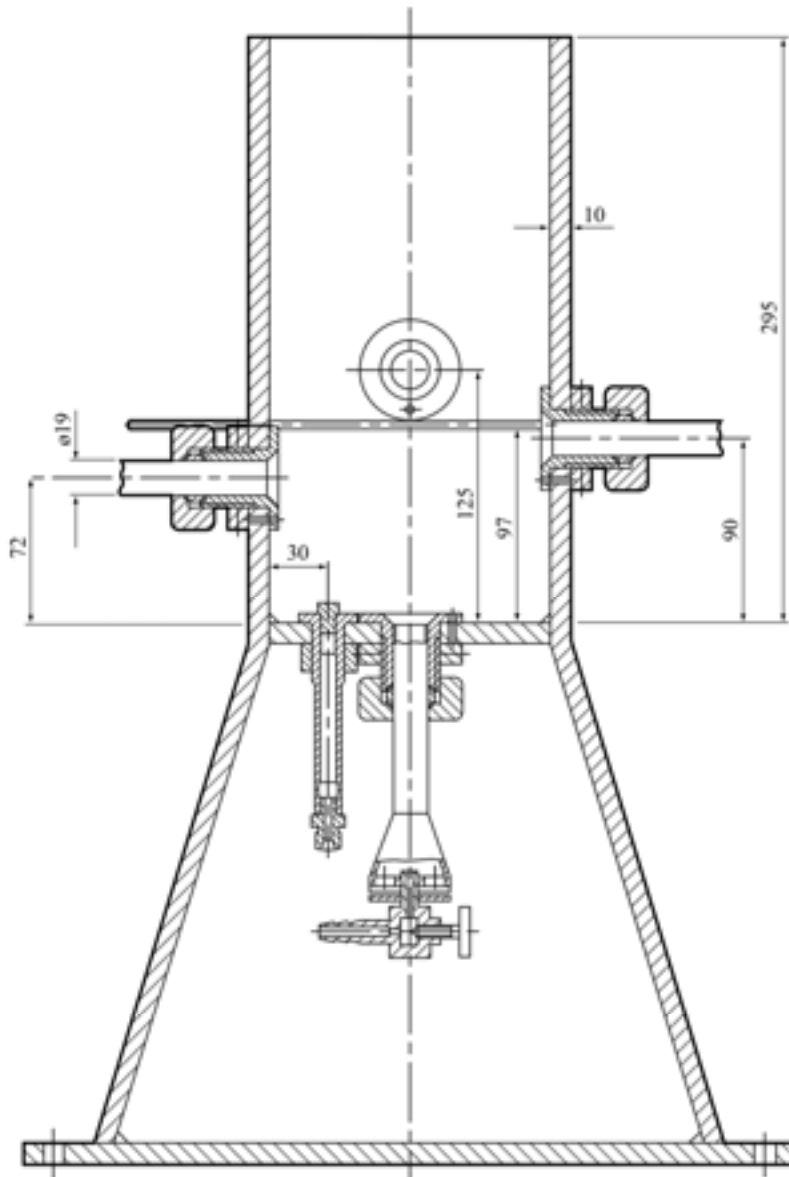
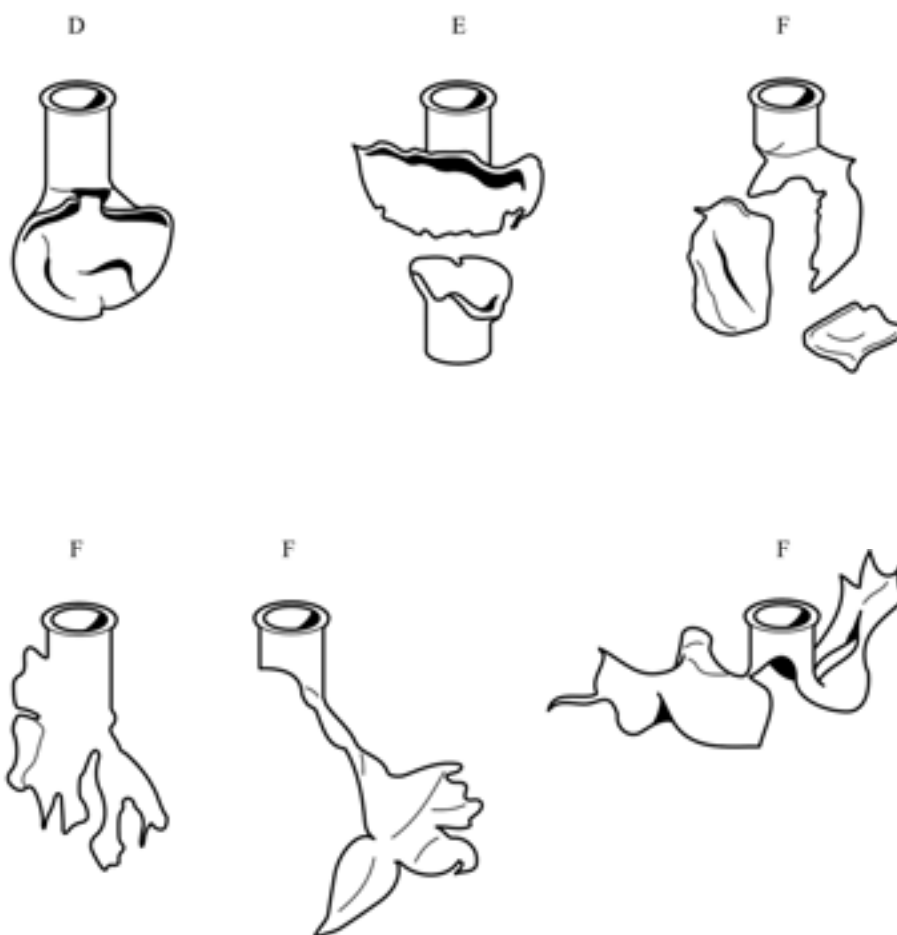


Figure 12.5.1.3 : Exemples des types de fragmentation D, E et F



12.6 Série 2, type c) : Dispositions d'épreuve

12.6.1 Épreuve 2 c) i) : Épreuve pression/temps

12.6.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à déterminer les effets d'une inflammation de la matière³ sous confinement ; il s'agit de savoir si une inflammation peut causer une déflagration explosive aux pressions qui peuvent être atteintes lorsque les matières sont transportées dans des colis normaux du commerce.

12.6.1.2 Appareillage et matériels

12.6.1.2.1 Le dispositif d'essai (représenté à la figure 12.6.1.1) est constitué par une bombe cylindrique en acier de 89 mm de long et 60 mm de diamètre extérieur. La bombe comporte deux plats usinés en des points diamétralement opposés (ce qui réduit sa largeur à cet endroit à 50 mm), ce qui permet de l'immobiliser pour le serrage du bouchon de mise à feu et du bouchon à évent. Elle est alésée intérieurement à 20 mm et comporte à ses deux extrémités un chambrage de 19 mm de profondeur taraudé au pas de 1 in. British Standard Pipe. Une prise de pression est vissée latéralement dans le corps de la bombe à 35 mm d'une extrémité, et à un angle de 90° par rapport aux plats. Elle se visse dans un chambrage de 12 mm de profondeur taraudé au pas de 1/2 in. British Standard Pipe. Un joint en cuivre est utilisé pour assurer l'étanchéité aux gaz. La prise de pression fait saillie latéralement de 55 mm par rapport au corps de la bombe et est percée d'un trou axial de 6 mm. Elle comporte à son extrémité extérieure un chambrage taraudé pour recevoir un capteur de pression du type à diaphragme ; on peut utiliser à cette fin tout dispositif de mesure de pression, à condition qu'il résiste aux gaz chauds et produits de décomposition et qu'il puisse répondre à des accroissements de pression de 690 à 2 070 kPa en moins de 5 ms.

12.6.1.2.2 L'extrémité de la bombe la plus éloignée du raccord est fermée par un bouchon de mise à feu qui porte deux électrodes, dont l'une est isolée du corps du bouchon et l'autre mise à la masse. L'autre extrémité est fermée par un disque de rupture en aluminium de 0,2 mm d'épaisseur (réglé pour une pression de rupture d'environ 2 200 kPa), maintenu en place par un bouchon portant un évent de 20 mm de diamètre. Un joint en plomb mou ou en un autre matériau déformable (polyoxyméthylène par exemple) est utilisé avec chaque bouchon pour assurer une bonne étanchéité. Un porte-bombe spécial (figure 12.6.1.2) permet de maintenir la bombe dans la position voulue pendant les essais. Il est constitué par une plaque d'embase en acier doux de 235 mm × 184 mm × 6 mm, sur laquelle est soudé obliquement un tube de section carrée (70 mm × 70 mm × 4 mm) de 185 mm de long.

12.6.1.2.3 À une extrémité du tube carré, on a enlevé une certaine longueur de métal sur deux faces opposées, ce qui laisse une longueur de 86 mm de tube carré prolongée par deux côtés plats. Les extrémités de ces plats sont coupées à 60° par rapport à l'axe du tube et soudées à la plaque d'embase.

12.6.1.2.4 Une encoche de 22 mm de large et de 46 mm de profondeur est découpée sur un côté en haut du tube carré, de telle manière que lorsque la bombe est posée dans le support, bouchon de mise à feu vers le bas, le raccord de prise de pression vienne s'y loger. Une entretoise en acier de 30 mm de large et 6 mm d'épaisseur est soudée sur la paroi intérieure du tube du côté orienté vers le bas. Deux trous taraudés dans le côté opposé reçoivent des vis à molettes de 7 mm, qui servent à fixer la bombe. Deux rebords en acier de 12 mm de large et de 6 mm d'épaisseur soudés sur les flancs du support à la base de la section carrée soutiennent la bombe par le fond.

12.6.1.2.5 Le dispositif d'inflammation comprend une tête d'amorce électrique du type couramment utilisé dans les détonateurs à basse tension, sur laquelle est enfilé un morceau carré de 13 mm de côté de tissu enduit de composition d'amorçage. D'autres têtes d'amorce ayant des caractéristiques équivalentes peuvent être

³ Lors d'un essai exécuté sur des liquides énergétiques thermiquement stables tels que le nitrométhane (No ONU 1261), il arrive que les résultats ne soient pas reproductibles parce que la matière produit deux pointes de pression.

utilisées. Le tissu imprégné est de la toile de lin enduite des deux côtés d'une composition pyrotechnique de nitrate de potassium/silicium/poudre noire sans soufre⁴.

12.6.1.2.6 Pour les essais sur les matières solides, les opérations de préparation du dispositif d'allumage consistent en premier à décoller de la carte isolante les fils conducteurs plats en cuivre d'une amorce électrique (voir figure 12.6.1.3). La partie découverte de la carte est alors coupée. La tête d'amorce est ensuite soudée aux bornes du bouchon d'allumage par les conducteurs plats, de telle manière que le sommet de l'amorce soit situé à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon. Un morceau carré de 13 mm de côté de tissu enduit de composition d'amorçage, percé d'un trou central, est placé sur la tête d'amorce, puis replié autour de celle-ci et attaché avec un fil de coton fin.

12.6.1.2.7 Pour les essais sur les liquides, des fils sont soudés aux conducteurs plats de la tête d'amorce. On fait alors passer les fils à l'intérieur d'une portion de 8 mm de long de tube en caoutchouc au silicone d'un diamètre extérieur de 5 mm et intérieur de 1 mm, puis l'on repousse cette portion de tube pour l'enfiler sur les conducteurs plats de la manière indiquée à la figure 12.6.1.4. Le morceau de tissu imprégné de composition d'amorçage est alors rabattu autour de l'amorce et une gaine en PVC mince d'un seul morceau, ou en matériau équivalent, est enfilée sur le tissu imprégné et le tube en caoutchouc. La gaine est fermée de manière étanche autour du tube par un collier de sertissage en fil métallique mince. Les fils du dispositif sont alors soudés aux bornes du bouchon de mise à feu de telle manière que le sommet de l'amorce soit situé à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon.

12.6.1.3 *Mode opératoire*

12.6.1.3.1 La bombe montée, avec transducteur de pression, mais non fermée par son disque de rupture, est posée bouchon d'allumage vers le bas dans son support. On introduit alors 5 g⁵ de matière dans la bombe de telle manière que l'échantillon touche le dispositif d'allumage. Exceptionnellement il pourra être nécessaire de tasser légèrement l'échantillon pour faire tenir cette quantité. Si un léger tassement ne le permet pas, le tir doit s'effectuer avec un récipient rempli complètement. On doit alors enregistrer le poids de la charge. On pose ensuite le joint de plomb et le disque de rupture en aluminium, puis on visse solidement le bouchon. La bombe chargée est alors introduite dans son support, disque de rupture vers le haut, et l'ensemble est placé dans une sorbonne blindée ou dans une chambre de tir. Un exploseur est raccordé aux bornes extérieures du bouchon et la charge est mise à feu. Le signal émis par le transducteur de pression est enregistré avec un appareillage approprié, permettant à la fois d'effectuer une analyse des phénomènes rapides et d'obtenir un enregistrement permanent de la courbe pression/temps (enregistreur de signaux transitoires couplé avec un enregistreur à bande de papier).

12.6.1.3.2 On exécute trois essais. On note le temps nécessaire pour que la pression passe de 690 kPa à 2 070 kPa (pression manométrique). On retient le temps le plus court aux fins du classement.

12.6.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Pour l'évaluation des résultats on détermine si la pression de 2 070 kPa a été atteinte, et, dans ce cas, le temps nécessaire pour l'accroissement de pression de 690 kPa à 2 070 kPa.

Le résultat est considéré positif (+) et la matière apte à déflagrer rapidement si le temps de montée en pression de 690 kPa à 2 070 kPa est inférieur à 30 ms. Le résultat est considéré négatif (-) et la matière inapte ou peu apte à déflagrer si ce temps de montée en pression est supérieur ou égal à 30 ms, ou

⁴ Cette composition peut être obtenue auprès du correspondant national pour les conditions d'épreuve du Royaume-Uni (voir l'appendice 4).

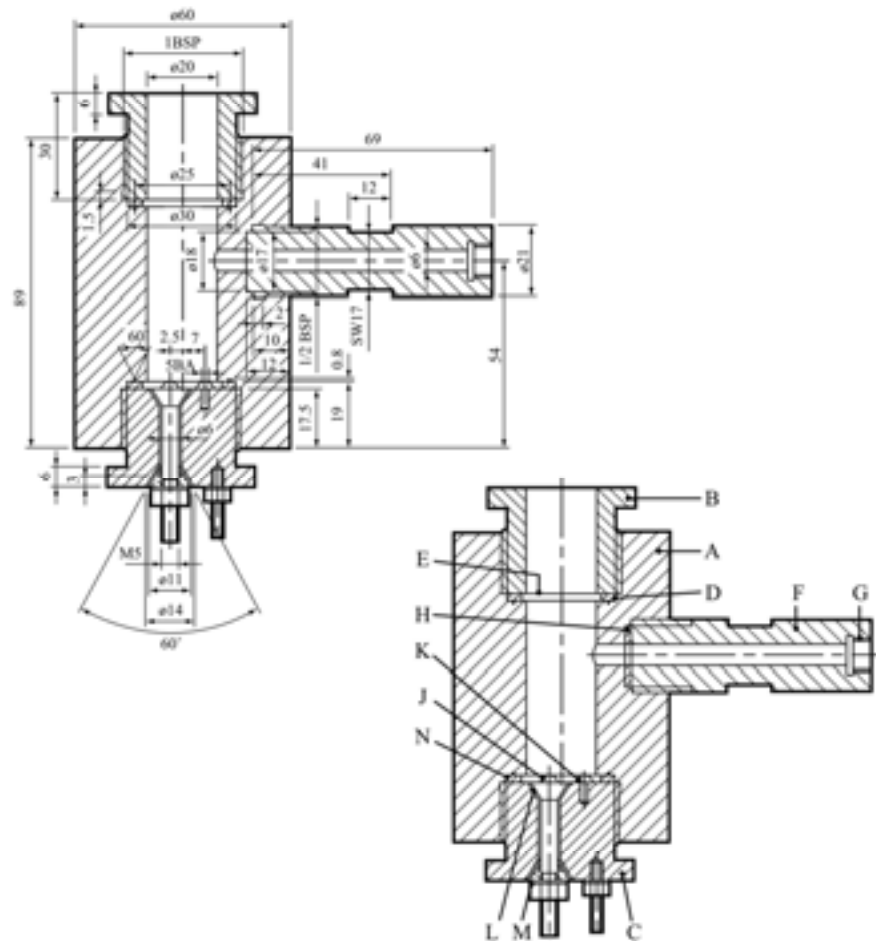
⁵ Quand lors d'épreuves préalables effectuées pour déterminer si une matière est dangereuse à manipuler (chauffage dans une flamme par exemple) ou lors d'épreuves de combustion préalables (épreuve de la série 3, type d), par exemple indiquent que celle-ci est susceptible de réaction violente, on doit réduire la dimension de l'échantillon à 0,5 g jusqu'à ce que l'on connaisse avec précision l'intensité de la réaction. En partant de 0,5 g, on procédera en augmentant progressivement la taille de l'échantillon jusqu'à 5 g, à moins qu'un résultat positif (+) ne soit obtenu auparavant.

encore si la pression de 2 070 kPa n'a pas été atteinte. Le fait qu'il n'y ait pas inflammation n'indique pas nécessairement que la matière n'a pas de propriétés explosives.

12.6.1.5 Exemples de résultats

Matière	Pression maximale (kPa)	Temps de montée en pression de 690 à 2 070 kPa (ms)	Résultat
Nitrate d'ammonium (granulés haute densité)	< 2 070	-	-
Nitrate d'ammonium (granulés basse densité)	< 2 070	-	-
Perchlorate d'ammonium (2 µm)	> 2 070	5	+
Perchlorate d'ammonium (30 µm)	> 2 070	15	+
Azoture de baryum	> 2 070	<5	+
Nitrate de guanidine	> 2 070	606	-
Nitrite d'isobutyle	> 2 070	80	-
Nitrate d'isopropyle	> 2 070	10	+
Nitroguanidine	> 2 070	400	-
Acide picramique	> 2 070	500	-
Picramate de sodium	> 2 070	15	+
Nitrate d'urée	> 2 070	400	-

Figure 12.6.1.1 : Bombe



(A)	Corps de la bombe	(H)	Joint en cuivre
(B)	Bouchon retenant le disque de rupture	(J)	Électrode isolée
(C)	Bouchon de mise à feu	(K)	Électrode mise à la masse
(D)	Joint en plomb mou	(L)	Isolation
(E)	Disque de rupture	(M)	Cône en acier
(F)	Raccord de prise de pression	(N)	Rainure de matage du joint
(G)	Taraudage pour capteur de pression		

Figure 12.6.1.2 : Porte-bombe

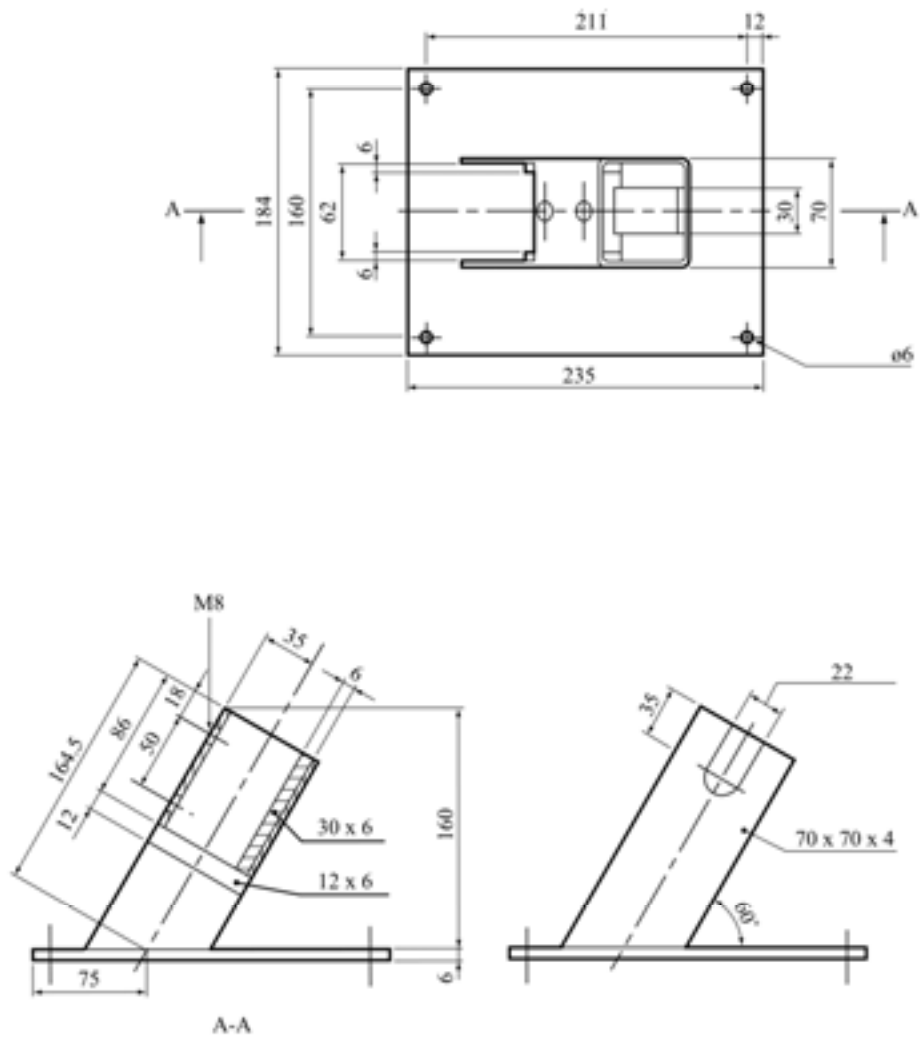
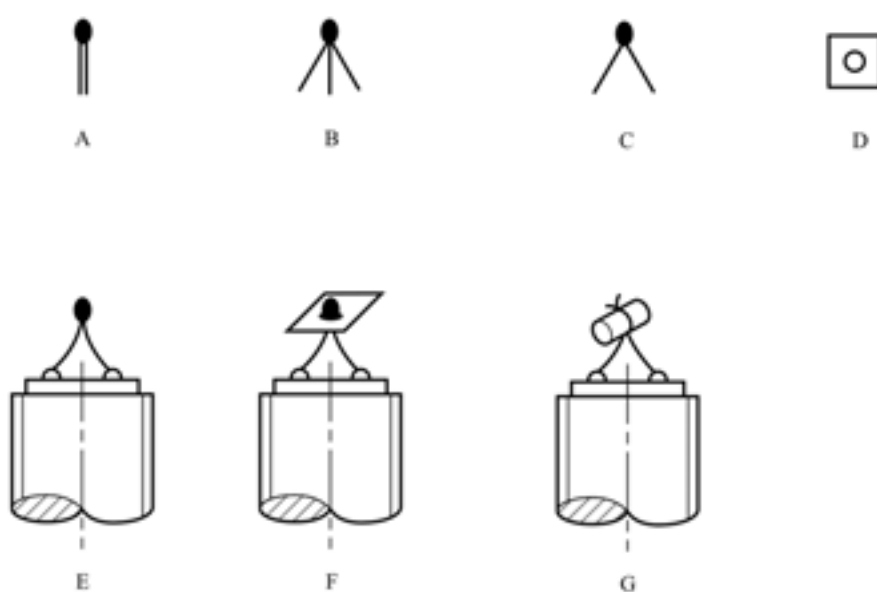
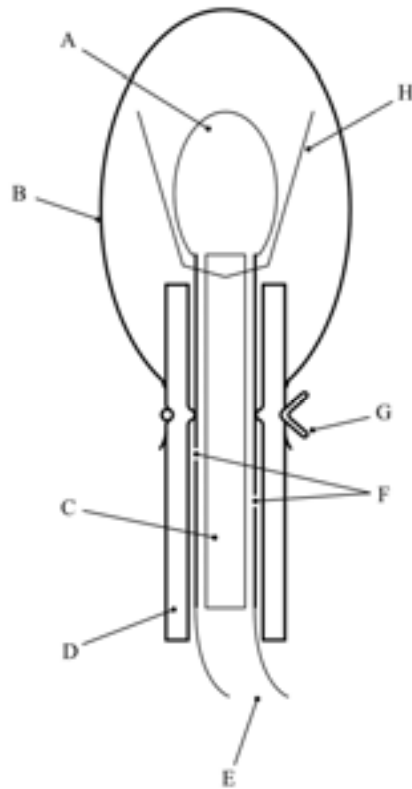


Figure 12.6.1.3 : Dispositif d'allumage pour les matières solides



-
- (A) Tête d'amorce électrique standard
 - (B) Conducteurs plats en laiton décollés de la carte isolante
 - (C) Carte isolante découpée et enlevée
 - (D) Carré de 13 mm de tissu enduit de composition d'amorçage SR252, avec trou central
 - (E) Tête d'amorce soudée aux broches du bouchon de mise à feu
 - (F) Tissu placé sur la tête d'amorce
 - (G) Tissu replié autour de la tête d'amorce et attaché avec du fil de coton
-

Figure 12.6.1.4 : Dispositif d'allumage pour les liquides



-
- | | |
|-----|------------------------------------------|
| (A) | Tête d'amorce |
| (B) | Gaine en PVC |
| (C) | Carte isolante |
| (D) | Tube en caoutchouc au silicone |
| (E) | Fils de mise à feu |
| (F) | Conducteurs plats |
| (G) | Collier métallique de sertissage |
| (H) | Tissu imprégné de composition d'amorçage |
-

12.6.2 *Épreuve 2 c) ii) : Épreuve d'inflammation interne*

12.6.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à passer de la déflagration à la détonation.

12.6.2.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est représenté à la figure 12.6.2.1. Un échantillon de la matière à éprouver est placé dans un tube d'acier au carbone (A53 qualité B) de 74 mm de diamètre intérieur et de 7,6 mm d'épaisseur de paroi (« 3 inch schedule 80 »), long de 45,7 cm, fermé aux deux extrémités par un bouchon en acier forgé (du type « 3 000 lb »). Un allumeur contenant 10 g de poudre noire (traversant à 100 % la maille No 20 de 0,84 mm et retenu à 100 % par la maille No 50 de 0,297 mm) est placée au centre du tube. Il est constitué d'un étui cylindrique de 21 mm de diamètre et de 32 mm de long fait d'une couche d'acétate de cellulose de 0,54 mm d'épaisseur maintenue extérieurement par deux couches de bande d'acétate de cellulose renforcée par des filaments de nylon. L'étui contient une boucle d'allumage formée de 25 mm de fil résistant au nickel-chrome de 0,30 mm de diamètre, ayant une résistance électrique de 0,35 ohm. Cette boucle est reliée à deux fils de cuivre étamé isolés de 0,7 mm de diamètre (diamètre avec gaine : 1,3 mm). Les fils passent par des trous de petit diamètre percés dans la paroi du tuyau, l'étanchéité étant assurée avec de la résine époxyde.

12.6.2.3 *Mode opératoire*

On charge la matière dans le tube, à température ambiante, jusqu'à une hauteur de 23 cm ; on met en place l'allumeur au centre du tube (les fils doivent passer par les trous de paroi) et l'on scelle les trous à la résine époxyde après avoir tendu les fils. On charge ensuite le reste de l'échantillon et on visse le bouchon supérieur. Pour les matières gélatineuses, la densité de remplissage doit être aussi proche que possible de la densité normale au cours de transport. Pour les échantillons sous forme granulaire, on tasse la matière à la densité voulue par petits chocs répétés contre une surface dure. Le tube est placé en position verticale et l'allumeur mis à feu avec un courant de 15 A/20 V alternatif. Trois essais doivent être exécutés à moins qu'il n'y ait passage de la déflagration à la détonation au premier ou au deuxième.

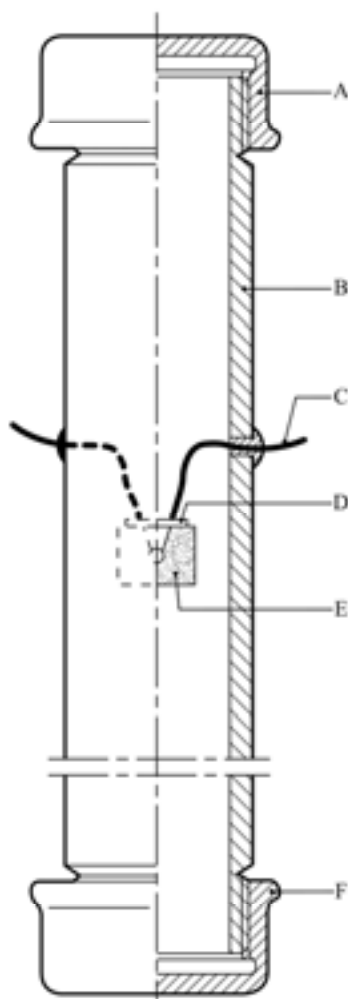
12.6.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) si le tube ou l'un au moins des bouchons d'extrémité est fragmenté en au moins deux morceaux distincts. Si le tube est seulement fendu ou éventré, ou s'il y a seulement déformation du tube ou des bouchons au point que les bouchons sautent, on considère que le résultat est négatif (-).

12.6.2.5 *Exemples de résultats*

Matière	Résultat
Nitrate-fioul aluminisé	-
Nitrate d'ammonium (granulés poreux basse densité)	-
Perchlorate d'ammonium (45 µm)	+
Dinitro-1,3 benzène (cristaux fins)	-
Nitrocarbonate	-
TNT (granulés)	+
Gel aqueux	+

Figure 12.6.2.1 : Épreuve d'inflammation interne



(A)	Bouchon en acier forgé	(B)	Tube en acier
(C)	Fils de mise à feu	(D)	Joint d'étanchéité
(E)	Allumeur	(F)	Bouchon en acier forgé

SECTION 13

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 3

13.1 Introduction

Cette série d'épreuves est utilisée pour répondre aux questions des cases 10 et 11 de la figure 10.2 en déterminant la sensibilité de la matière aux sollicitations mécaniques (choc et frottement), ainsi qu'à la chaleur et à la flamme. La réponse à la question de la case 10 est « non » si un résultat positif (+) est obtenu lors de l'épreuve du type 3 c) et la matière doit être catégorisée en tant que matière explosible instable ; en conséquence, le transport de cette matière n'est pas autorisé. La réponse à la question de la case 11 est « oui » si un résultat positif (+) est obtenu pour l'un quelconque des types d'épreuve 3 a), 3 b) ou 3 d). Si un résultat positif (+) est obtenu, la matière doit être catégorisée en tant que matière explosible instable dans la forme sous laquelle elle a été éprouvée mais elle peut être soit placée dans un objet, soit flegmatisée, soit emballée pour réduire sa sensibilité aux sollicitations externes.

NOTA : Bien que les matières explosibles catégorisées comme matières explosibles instables soient interdites pour le transport, elles ne sont pas interdites dans d'autres secteurs où des précautions spéciales peuvent être appliquées.

13.2 Méthodes d'épreuve

La série d'épreuves 3 comprend quatre types d'épreuve :

Type 3 a) : pour déterminer la sensibilité à l'impact ;

Type 3 b) : pour déterminer la sensibilité au frottement (y compris le frottement avec choc) ;

Type 3 c) : pour déterminer la stabilité de la matière à la chaleur ; et

Type 3 d) : pour déterminer la réaction de la matière à l'inflammation.

Les méthodes d'épreuve de cette série actuellement utilisées sont énumérées au tableau 13.1.

Tableau 13.1 : Méthodes d'épreuve de la série 3

Code	Nom de l'épreuve	Section
3 a) i)	Épreuve au mouton de choc du « Bureau of Explosives »	13.4.1
3 a) ii)	Épreuve au mouton de choc BAM ^a	13.4.2
3 a) iii)	Épreuve d'impact Rotter	13.4.3
3 a) iv)	Épreuve au mouton de choc de 30 kg	13.4.4
3 a) v)	Épreuve d'impact à l'appareil type 12 modifié	13.4.5
3 a) vi)	Épreuve de sensibilité à l'impact	13.4.6
3 a) vii)	Épreuve au mouton de choc modifié du « Bureau of Mines »	13.4.7
3 b) i)	Épreuve de frottement BAM ^a	13.5.1
3 b) ii)	Épreuve de frottement rotatif	13.5.2
3 b) iii)	Épreuve de frottement avec impact	13.5.3
3 b) iv)	Épreuve de sensibilité au frottement à l'aide de la machine de l'Allegany Ballistics Laboratory (ABL)	13.5.4
3 c) i)	Épreuve de stabilité thermique à 75 °C ^a	13.6.1
3 c) ii)	Essai de stabilité thermique à 75 °C à l'aide de l'appareil de mesure de la température d'auto-inflammation simulée (SBAT)	13.6.2
3 d)	Épreuve de combustion à petite échelle ^a	13.7.1

^a Épreuve recommandée.

13.3 Conditions d'épreuve

13.3.1 *Des précautions devront être prises, si l'on doit broyer ou découper des échantillons explosifs avant leur utilisation. On devra utiliser un matériel de protection tel qu'écrans blindés, et travailler sur des quantités minimales.*

13.3.2 Pour les épreuves des types 3 a) et 3 b), les matières mouillées doivent être éprouvées avec la teneur minimale en agent mouillant spécifiée.

13.3.3 Les épreuves des types 3 a) et 3 b) devraient être exécutées à température ambiante sauf si la matière est susceptible de rencontrer des conditions susceptibles de modifier son état physique.

13.3.4 Pour garantir l'obtention de résultats reproductibles, on doit lors des essais des types 3 a) et 3 b), contrôler soigneusement tous les paramètres et exécuter périodiquement un essai sur une matière étalon dont la sensibilité est connue.

13.3.5 Les bulles d'air emprisonnées dans un liquide rendent celui-ci beaucoup plus sensible à l'impact. Pour cette raison, les méthodes d'épreuve du type 3 a) pour les liquides prévoient l'utilisation de procédures ou d'outils spéciaux permettant une compression « adiabatique » de ces bulles dans le liquide.

13.3.6 Les épreuves du type 3 b) ne sont pas nécessaires dans le cas des liquides.

13.4 Série 3, type a) : Dispositions d'épreuve

13.4.1 *Épreuve 3 a) i) : Épreuve au mouton de choc du « Bureau of explosives »*

13.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière à l'impact dû à la chute d'une masse et à déterminer si la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée. Elle peut être appliquée aux matières solides et aux liquides moyennant l'échange du porte-échantillon.

13.4.1.2 *Appareillage et matériels*

13.4.1.2.1 *Matières solides*

Le mouton d'épreuve pour les matières solides est représenté aux figures 13.4.1.1 et 13.4.1.2. Il utilise une masse de 3,63 kg, coulissant entre deux guides cylindriques parallèles et tombant en chute libre d'une hauteur pouvant aller jusqu'à 838 mm sur le dispositif de percussion comprenant un contre-percuteur et un percuteur. Le percuteur est en contact avec l'échantillon qui est placé sur un ensemble galet intermédiaire et enclume à l'intérieur d'un bouchon cylindrique dont le diamètre intérieur est juste suffisant pour permettre le libre coulissement du contre-percuteur et du percuteur. Ces deux derniers, ainsi que la chambre, le galet intermédiaire et l'enclume sont en acier rapide trempé d'une dureté Rockwell C de 50 à 55, et leurs faces de contact entre elles et avec l'échantillon sont finies à 0,8 microns. Le diamètre de la chambre à échantillon est de 5,1 mm.

13.4.1.2.2 *Liquides*

L'appareillage d'épreuve d'impact pour les liquides est semblable à celui utilisé pour les matières solides, sauf en ce qui concerne le dispositif de percussion, qui est représenté à la figure 13.4.1.3.

13.4.1.3 *Mode opératoire*

13.4.1.3.1 *Matières solides*

On dépose sur le galet intermédiaire (C) un échantillon de 10 mg de matière. On place l'enclume (E) et le galet intermédiaire dans le porte-échantillon (F) et on revisse le bouchon (D). Le percuteur (B) et le contre-percuteur (A) sont alors introduits par le haut. La masse de chute est levée jusqu'à

une hauteur de 10,0 cm puis larguée. On observe s'il y eu « explosion » (flamme ou bruit d'explosion). On exécute 10 essais pour chaque matière.

13.4.1.3.2 Liquides

La bague antirebond (A), le contre-percuteur (B) et le percuteur (D) sont assemblés dans le bouchon (C). Une coupelle en cuivre (E) placée dans la bague de centrage (non représentée à la figure 13.4.1.3) et une goutte du liquide à éprouver est déposée dans la coupelle. Le bouchon et ses éléments (A), (B) et (D) sont posés sur la bague de centrage. L'extrémité du percuteur (D) pénètre partiellement dans la coupelle, mais est empêchée par la bague de venir en contact avec le liquide. Si l'on soulève le bouchon, la coupelle reste emboîtée à l'extrémité du percuteur par frottement. Le bouchon est alors vissé dans le porte-échantillon ; les dimensions des différents éléments doivent être telles que le fond de la coupelle touche juste le galet intermédiaire lorsqu'il est vissé à la main. Le porte-échantillon complet est alors installé sur le mouton de choc du « Bureau of Explosives », également utilisé pour les essais d'impact sur matières solides. La masse de chute est levée jusqu'à une hauteur de 25,0 cm puis larguée. On observe s'il y a eu « explosion » (fumée, flamme ou bruit d'explosion). On exécute 10 essais pour chaque matière.

13.4.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

13.4.1.4.1 Matières solides

Le résultat d'épreuve est considéré comme positif (+) si l'on observe une flamme ou un bruit d'explosion pour au moins 5 de 10 essais exécutés d'une hauteur de 10 cm ; dans ce cas la matière est une matière explosible instable sous la forme où elle a été éprouvée. Dans tous les autres cas, le résultat est considéré négatif (-). Pour trancher les cas limites, on devra utiliser la méthode Bruceton (voir l'appendice 2).

13.4.1.4.2 Liquides

Le résultat d'épreuve est considéré positif (+) si l'on observe une fumée, une flamme ou un bruit d'explosion pour au moins 1 des 10 essais exécutés d'une hauteur de 25 cm ; la matière est alors considérée comme une matière explosible instable sous la forme où elle a été éprouvée. Dans tous les autres cas le résultat est considéré comme négatif (-).

13.4.1.5 Exemples de résultats

13.4.1.5.1 Matières solides

Résultats des épreuves destinées à déterminer la sensibilité aux impacts des matières solides éprouvées :

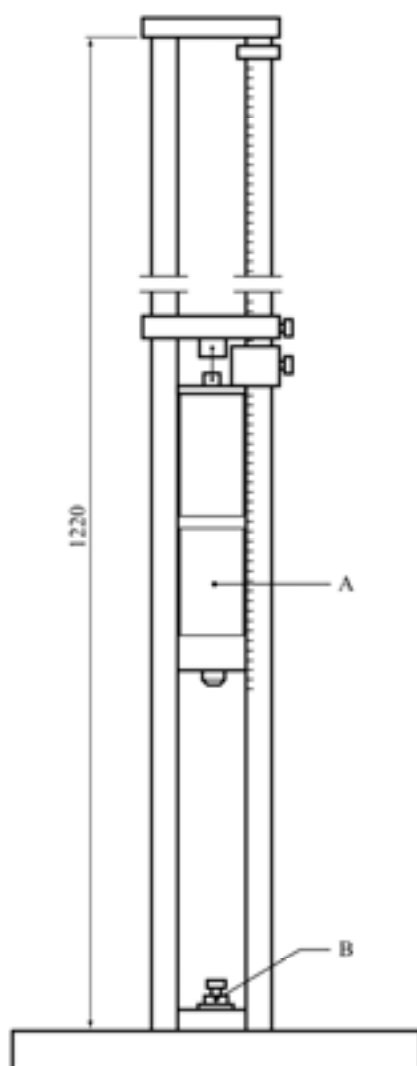
Matière éprouvée	Résultat
Perchlorate d'ammonium	-
Octogène (sec)	+
Dynamite NG	-
Penthrite (sèche)	+
Penthrite/eau, (75/25)	-
Hexogène, (dry)	+

13.4.1.5.2 Liquides

Résultats des épreuves destinées à déterminer la sensibilité aux impacts des liquides éprouvés :

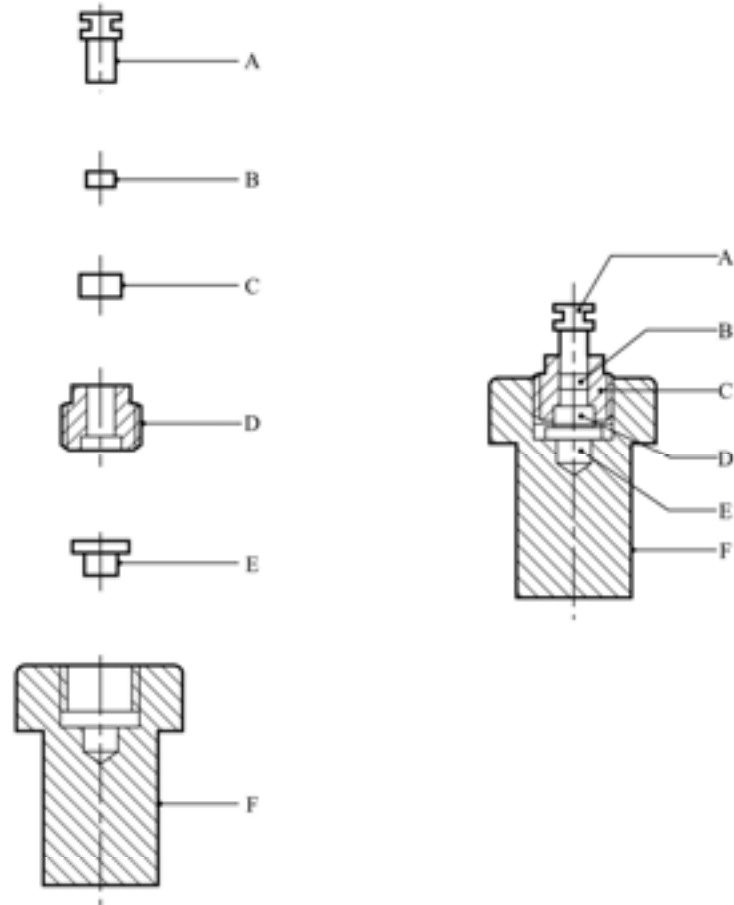
Matière éprouvée	Résultat
Nitroglycérine	+
Nitrométhane	-

Figure 13.4.1.1 : Mouton de choc du « Bureau of explosives »



-
- (A) Masse de chute
 - (B) Dispositif de percussion
-

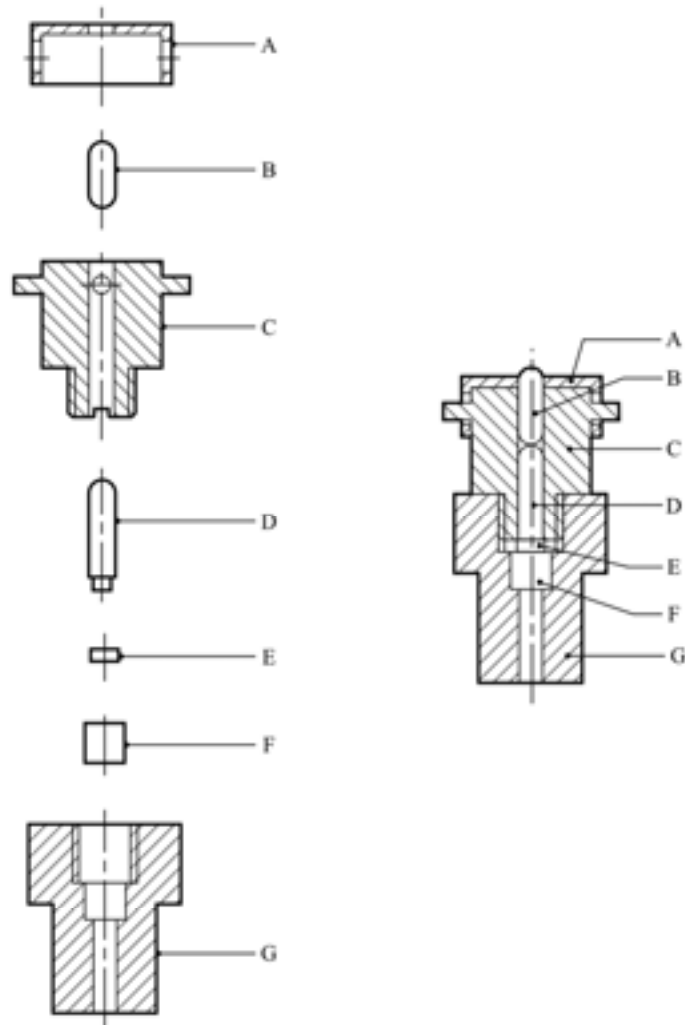
Figure 13.4.1.2 : Dispositif de percussion pour matières solides



(A) Contre-percuteur
(C) Galet intermédiaire
(E) Enclume

(B) Percuteur
(D) Bouchon
(F) Porte-échantillon

Figure 13.4.1.3 : DISPOSITIF DE PERCUSSION POUR LIQUIDES



(A) Bague anti-rebond
(C) Bouchon
(E) Coupelle en cuivre
(G) Porte-échantillon

(B) Contre-percuteur
(D) Percuteur
(F) Galet intermédiaire

13.4.2 *Épreuve 3 a) ii) : Épreuve au mouton de choc BAM*

13.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité des matières solides et des liquides à l'impact d'une masse de chute et à déterminer si la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée.

13.4.2.2 *Appareillage et matériels*

13.4.2.2.1 Les éléments principaux du mouton de choc sont le bloc récepteur en acier coulé et son embase, l'enclume, la colonne, les guides, les masses de chute avec le dispositif de largage et le porte-échantillon. L'appareil comporte une enclume en acier vissée au bloc d'embase en acier coulé. À l'arrière du bloc d'acier est fixé le support de la colonne (formée d'un tube en acier étiré sans soudure). Les dimensions de l'enclume, du bloc en acier, de l'embase et de la colonne sont indiquées à la figure 13.4.2.1. Les deux guides, qui sont fixés à la colonne par trois traverses, sont munis d'une crémaillère pour retenir la masse de chute si elle rebondit et d'une échelle graduée mobile pour régler la hauteur de chute. Le mécanisme de largage est monté coulissant entre les guides et peut être bloqué sur ceux-ci au moyen d'un écrou à levier serrant deux mâchoires. L'appareil est ancré à un massif en béton de 600 × 600 mm, par quatre vis scellées dans le béton ; l'embase doit être en contact avec le béton sur toute sa surface et les guides doivent être parfaitement verticaux. Une caisse pare-éclats en bois, doublée intérieurement, et s'ouvrant facilement, entoure l'appareil jusqu'à la hauteur de la première traverse. Un dispositif extracteur permet d'évacuer les gaz d'explosion et poussières qui ont été retenus par la caisse.

13.4.2.2.2 La masse de chute est représentée à la figure 13.4.2.2. Chaque masse de chute comporte deux mortaises de guidage, un pêne de retenue, un embout de choc amovible et un cliquet antirebond vissés sur la masse. L'embout de choc est en acier durci (dureté Rockwell C 60 à 63) ; son diamètre minimal est de 25 mm ; il comporte un épaulement qui l'empêche de se tasser dans son logement sous l'effet du choc. Il existe trois masses de chute, pesant respectivement 1 kg, 5 kg et 10 kg. La masse de chute d'un kg a une âme massive en acier portant l'embout de choc. Les masses de chute de 5 kg et de 10 kg sont en acier massif et à haute densité (au minimum de la qualité St 31-1 selon la norme DIN 1700).

13.4.2.2.3 L'échantillon de matière à éprouver est déposé dans un dispositif de percussion constitué de deux galets en acier co-axiaux, posés l'un sur l'autre à l'intérieur d'un manchon cylindrique en acier. Les galets sont en acier de roulements à rouleaux de dureté Rockwell comprise entre 58 et 65 ; ils ont une surface polie et des arêtes arrondies. Les dimensions des galets et du manchon sont indiquées à la figure 13.4.2.3. Le dispositif de percussion est placé sur une enclume intermédiaire au moyen d'une bague de centrage pourvue d'une série d'évents disposés en couronne pour l'évacuation des gaz, dont les dimensions sont également indiquées à la figure 13.4.2.3. Celles de l'enclume intermédiaire sont données à la figure 13.4.2.4.

13.4.2.3 *Mode opératoire*

13.4.2.3.1 Pour les matières solides autres que les matières pâteuses ou géli-formes, il convient de tenir compte des points suivants :

- a) Les matières pulvérulentes doivent être tamisées (maille de 0,5 mm), toute la fraction passante est utilisée pour l'épreuve¹ ;
- b) Les matières comprimées, coulées ou en général compactes sont réduites en petits fragments et tamisées ; la fraction passant une maille de 1 mm et retenue par une maille de 0,5 mm est utilisée pour l'épreuve¹ ;
- c) Les matières qui sont fabriquées seulement sous forme de charges sont soumises à l'épreuve sous forme de disques (pastilles) d'environ 4 mm de diamètre et 3 mm d'épaisseur (soit un volume de 40 mm³).

¹ Pour les matières formées de plusieurs constituants, la fraction tamisée utilisée pour l'épreuve doit être représentative de la composition de l'échantillon initial.

Les galets et le manchon de guidage doivent être dégraissés à l'acétone avant l'emploi. Ces pièces doivent seulement être utilisées une fois.

13.4.2.3.2 Pour les matières pulvérulentes, le prélèvement de l'échantillon se fait avec une mesure cylindrique de 40 mm³ (3,7 mm de diamètre × 3,7 mm de profondeur). Pour les matières pâteuses ou géli-formes, on effectue le prélèvement en enfonçant un tube cylindrique de la même contenance dans la matière et en chassant le contenu, après arasement, au moyen d'un piston en bois. Pour les liquides, on se sert d'une pipette fine de 40 mm³ de capacité. L'échantillon est déposé dans le dispositif de percussion ouvert, déjà posé, avec la bague de centrage, sur l'enclume intermédiaire. Dans le cas des matières pulvérulentes, pâteuses ou géli-formes, on appuie doucement sur le percuteur supérieur jusqu'à ce qu'il vienne toucher l'échantillon sans l'aplatir. Les liquides sont déposés dans le dispositif de percussion ouvert, de telle manière qu'ils remplissent la gorge entre le percuteur inférieur et le manchon de guidage. En mesurant avec une jauge de profondeur, on pose le percuteur supérieur, retenu par un joint torique en caoutchouc, et on le fait descendre jusqu'à 2 mm du percuteur inférieur (voir la figure 13.4.2.5). Dans certains cas, il peut arriver que le liquide remonte autour des galets jusqu'au sommet du manchon par effet capillaire. On doit alors nettoyer complètement le porte-échantillon et recommencer la procédure avec un nouvel échantillon. Le dispositif de percussion rempli est posé au centre de l'enclume, l'enceinte de protection en bois est refermée et la masse de chute appropriée, réglée à la hauteur prescrite, est larguée. Pour l'interprétation des résultats, on distingue les effets suivants : « pas de réaction », « décomposition » (sans flamme ni explosion) reconnaissable par un changement de couleur ou d'odeur de l'échantillon, et « explosion » (avec bruit d'explosion plus ou moins fort ou inflammation). Dans certains cas, il est utile d'exécuter des essais avec des matières de référence inertes pour pouvoir mieux évaluer les résultats.

13.4.2.3.3 L'énergie limite d'impact, qui caractérise la sensibilité au choc des matières, correspond à la valeur d'énergie la plus faible à laquelle on obtienne une « explosion » lors d'un essai au moins sur un minimum de six. Pour calculer l'énergie d'impact, on multiplie la masse de l'élément de chute par la hauteur de chute (exemple : 1 kg × 0,5 m ≈ 5 J). La masse de chute de 1 kg est utilisée à des hauteurs de chute de 10, 20, 30, 40 et 50 cm (énergie d'impact : 1 à 5 J). La masse de 5 kg à des hauteurs de 15, 20, 30, 40, 50 et 60 cm (énergie : 7,5 à 30 J) ; et celle de 10 kg à des hauteurs de 35, 40 et 50 cm (énergie : 35 à 50 J). La série d'essais commence par un essai simple à 10 J. Si l'on obtient alors le résultat « explosion », on poursuit la série en abaissant par degrés l'énergie jusqu'à ce que l'on obtienne l'effet « décomposition » ou « pas de réaction ». En gardant cette valeur, on répète l'essai jusqu'à six fois au total s'il n'y a pas « explosion ». Dans le cas contraire, on réduit l'énergie d'impact par degrés jusqu'à ce que on ait déterminé la valeur limite. Si à la valeur de 10 J, l'effet observé est « décomposition » ou « pas de réaction » (c'est-à-dire pas d'explosion) on poursuit la série d'essais en augmentant par degrés l'énergie jusqu'à obtenir le premier effet « explosion ». On réduit alors à nouveau la valeur jusqu'à ce que l'on ait pu déterminer l'énergie limite d'impact.

13.4.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Pour l'évaluation des résultats, on se fonde sur les critères suivants :

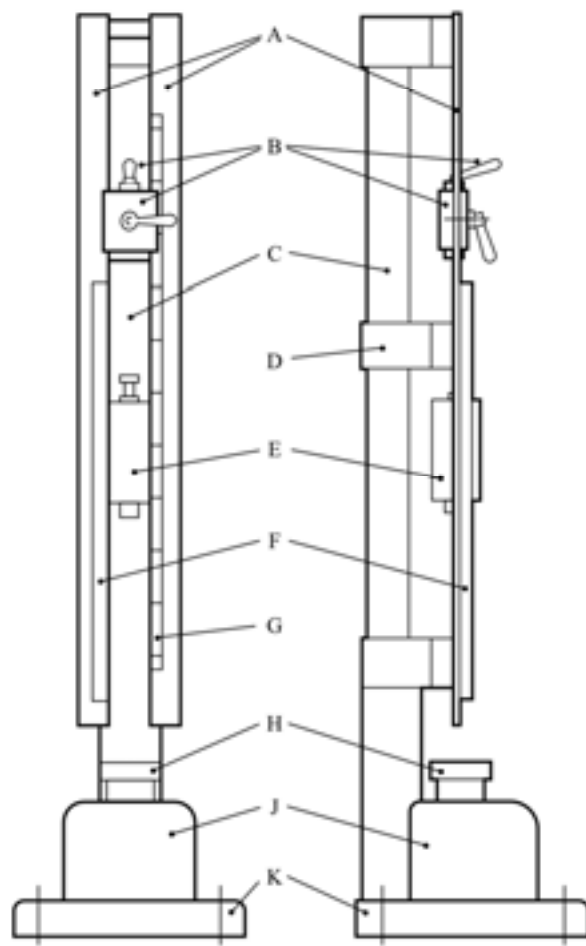
- a) L'observation d'une « explosion » sur l'un au moins de six essais exécutés à une valeur donnée d'énergie d'impact ; et
- b) La plus faible énergie d'impact pour laquelle il y ait au moins une « explosion » lors de six essais.

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la plus faible énergie d'impact à laquelle on ait obtenu au moins une « explosion » lors de six essais est égale ou inférieure à 2 J. On considère autrement que le résultat d'épreuve est négatif (-).

13.4.2.5 *Exemples de résultats*

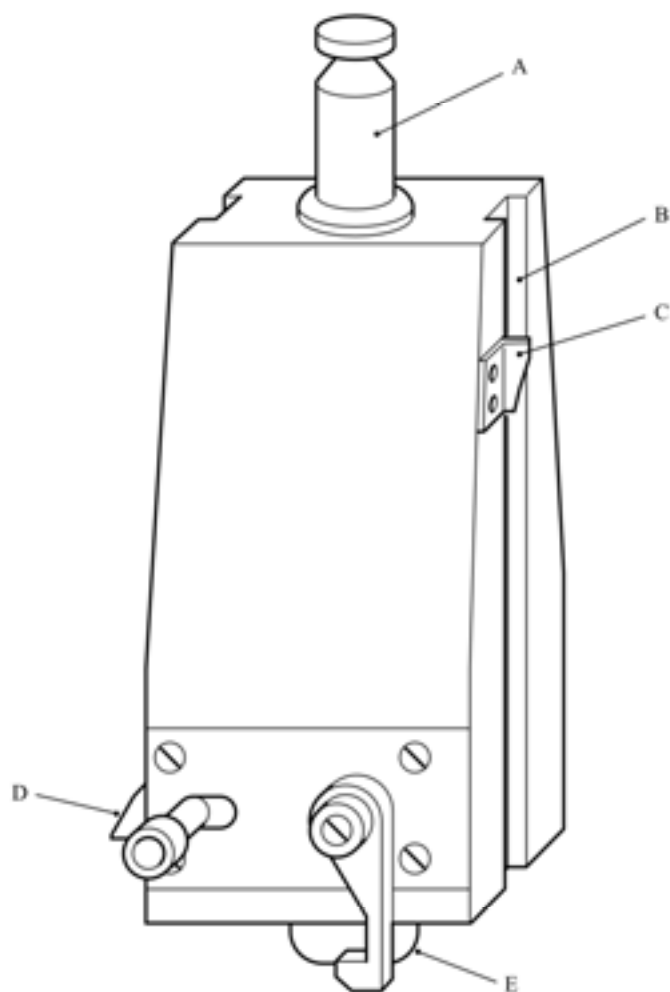
Matière	Énergie limite d'impact (J)	Résultat
Nitrate d'éthyle (liquide)	1	+
Hexal (70/30)	10	-
Perchlorate d'hydrazine (sec)	2	+
Azoture de plomb (sec)	2,5	-
Styphnate de plomb	5	-
Hexanitate de mannitol (sec)	1	+
Fulminate de mercure (sec)	1	+
NG (liquide)	1	+
Penthrite (sèche)	3	-
Pentocire (95/5)	3	-
Pentocire (93/7)	5	-
Pentocire (90/10)	4	-
Penthrite/eau (75/25)	5	-
Penthrite/lactose (85/15)	3	-
Hexogène/eau (74/26)	30	-
Hexogène (sec)	5	-
Tétryl (sec)	4	-

Figure 13.4.2.1 : Mouton BAM - Vue en élévation frontale et latérale



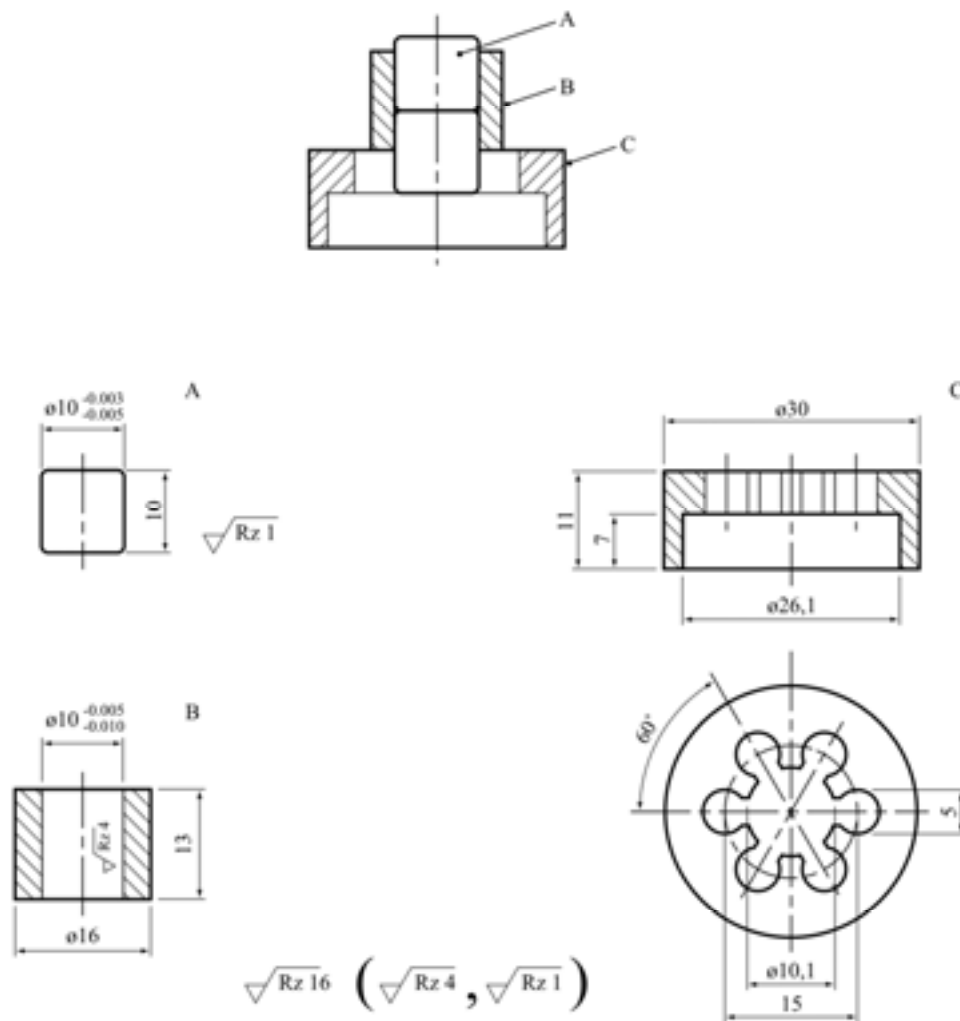
(A)	Guides (deux)	(B)	Dispositif de largage
(C)	Colonne	(D)	Traverse médiane
(E)	Masse de chute	(F)	Crémaillère
(G)	Échelle graduée	(H)	Enclume de (100 mm de diamètre × 70 mm)
(J)	Bloc en acier de (230 × 250 × 200 mm)	(K)	Embase 450 × 450 × 60 mm

Figure 13.4.2.2 : Masse de chute



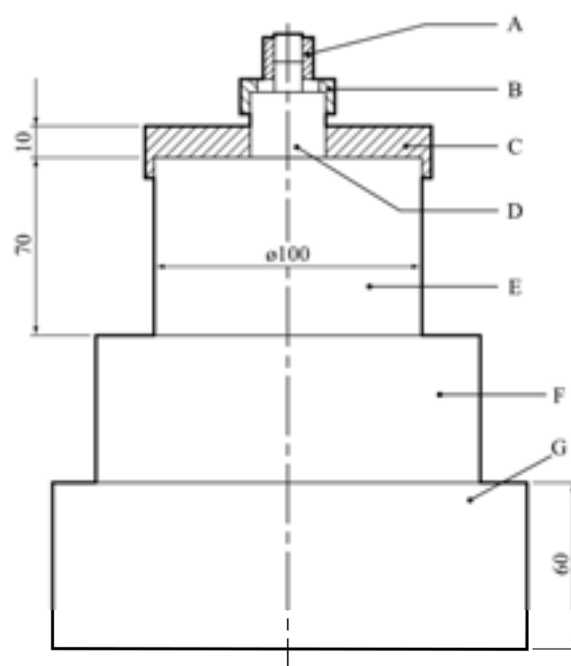
-
- | | |
|-----|---------------------|
| (A) | Pêne de retenue |
| (B) | Mortaise de guidage |
| (C) | Repère de hauteur |
| (D) | Cliquet anti-rebord |
| (E) | Embout de choc |
-

Figure 13.4.2.3 : Dispositif de percussion pour matières pulvérulentes, pâteuses ou gélatineuses, et bague de centrage



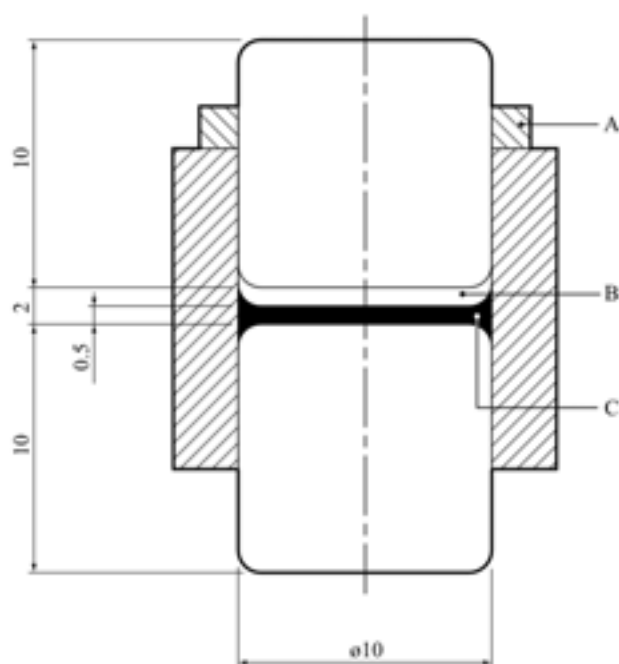
-
- (A) Galets en acier
 - (B) Bague de guidage
 - (C) Bague de positionnement
-

Figure 13.4.2.4 : Partie inférieure du dispositif de percussion



(A)	Dispositif de percussion	(B)	Bague de centrage
(C)	Plaque de centrage	(D)	Enclume intermédiaire (de 26 mm de diamètre × 26 mm de haut)
(E)	Enclume (de 100 mm de diamètre × 70 mm)	(F)	Bloc d'acier (de 230 × 250 × 200 mm)
(G)	Embase (de 450 × 450 × 60 mm)		

Figure 13.4.2.5 : Dispositif de percussion pour liquides



-
- | | |
|-----|----------------------------------------------|
| (A) | Joint en caoutchouc (peut être parfois omis) |
| (B) | Espace vide de liquide |
| (C) | Liquide étalé à la périphérie du galet |
-

13.4.3 *Épreuve 3 a) iii) : Épreuve d'impact Rotter*

13.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière à l'impact d'une masse de chute et à déterminer si cette matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée. Elle est applicable aux matières solides et aux liquides moyennant l'utilisation de deux porte-échantillons différents. La méthode peut inclure une comparaison directe avec un explosif témoin. Les hauteurs de chute médianes (correspondant à une probabilité d'inflammation de 50 %) sont déterminées par la méthode Bruceton (« Up-and-down »).

13.4.3.2 *Appareillage et matériels*

13.4.3.2.1 *Matières solides*

Le mouton de choc Rotter (avec masse de chute de 5 kg) et les accessoires d'épreuve sont représentés à la figure 13.4.3.1; le porte-échantillon est représenté en vue agrandie à la figure 13.4.3.2. Les pièces de percussion en acier trempé, les capsules en laiton, le dispositif de mesure (d'une capacité de 0,03 cm³), le dispositif de tassement et le tube manométrique (d'une capacité de 50 cm³) sont fabriqués selon les plans normalisés. L'explosif témoin est l'hexogène, obtenu par recristallisation à partir de la cyclohexanone, et séché conformément à une procédure type.

13.4.3.2.2 *Liquides*

Pour l'essai des liquides, on utilise le même mouton de choc, mais avec un type différent de dispositif de percussion (figure 13.4.3.3) et de contre-percuteur (figure 13.4.3.4) et sans tube manométrique. La masse de chute est de 2 kg. Les divers accessoires représentés sur les figures 13.4.3.2 à 13.4.3.4, ainsi que le disque en acier trempé utilisé pour l'étalonnage des ensembles coupelle/percuteur, sont fabriqués selon des plans normalisés.

13.4.3.3 *Mode opératoire*

13.4.3.3.1 *Matières solides*

Pour les matières solides autres que les pâtes ou gels, il convient de tenir compte des points suivants :

- a) Si nécessaire, les matières pulvérulentes grossières sont broyées de manière à passer à travers une maille de 850 µm ; et
- b) Les matières coulées sont soit broyées et tamisées à travers une maille de 850 µm, soit découpées en disques ayant nominale 4 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur (0,03 cm³ de volume).

13.4.3.3.2 Les matières pulvérulentes sont déposées dans la capsule au moyen du dispositif de mesure ; celles à faible densité en vrac sont tassées avec le dispositif approprié. On fait pénétrer le bout de l'enclume dans la capsule remplie, en évitant de retourner la capsule avant que celui-ci ne touche l'échantillon. On imprime alors une rotation à la capsule, pour répartir également la matière ; on ferme ensuite le porte-échantillon, on règle le percuteur pour qu'il vienne toucher la capsule et l'on pose le porte-échantillon dans le mouton d'essai. Les logarithmes des hauteurs de chute normalisées sont présentés selon une échelle linéaire. Les valeurs des hauteurs de départ des séries de Bruceton (voir l'appendice 2) pour l'échantillon et pour l'explosif témoin sont déterminées par interpolation entre les plus proches valeurs où il y a réaction positive (inflammation) et réaction négative (pas d'inflammation) jusqu'à ce que celles-ci se produisent à des valeurs contiguës. Dans un essai normal, on exécute des séries Bruceton de 50 tirs. Si l'on applique la procédure SCT (Sample Comparison Test) (Épreuve comparative entre échantillons - voir l'appendice 2), on exécute alternativement des tirs de capsules de l'explosif témoin et de l'échantillon en suivant une série de Bruceton séparée pour chacun. On considère qu'il y a réaction positive si l'on enregistre au manomètre l'émission de 1 cm³ ou plus de produits de décomposition, ou si l'on observe un mouvement transitoire anormal du liquide du manomètre, confirmé par la présence de fumée lors de l'ouverture du porte-échantillon. Pour certaines compositions pyrotechniques, un effet plus faible (changement de couleur de l'échantillon par exemple) est

considéré également comme réaction positive. Après chaque essai individuel, on doit nettoyer entièrement et faire sécher l'enclume et la chambre à échantillon ; l'enclume doit être examinée et remplacée si elle est visiblement endommagée. Une hauteur de chute supérieure à 200 cm peut en elle-même endommager directement l'enclume. Si l'on n'applique pas la méthode SCT, les résultats pour l'échantillon témoin doivent être obtenus par détermination de la moyenne mobile sur 50 tirs.

13.4.3.3.3 Liquides

Les ensembles coupelles/percuteurs pour l'essai des liquides sont appariés avant le début des essais. Le disque d'étalonnage est placé dans chaque coupelle tour à tour, le percuteur est mis en place et l'ensemble est placé dans le dispositif d'impact. La bille d'acier est posée sur le percuteur, et le couvercle est vissé sur le fond du porte-échantillon et bloqué. Le bouchon est alors introduit et vissé jusqu'à ce que le siège de la bille touche celle-ci. La valeur de réglage initiale peut être lue sur une échelle circulaire graduée jusqu'à 100 apposée au sommet du couvercle. La valeur lue est propre à chaque combinaison coupelle/percuteur utilisée. Chaque division sur l'échelle circulaire correspond à un déplacement vertical de 0,02 mm. Pour exécuter l'essai proprement dit, on place un joint torique dans la coupelle. On dépose ensuite une quantité mesurée de 0,025 cm³ du liquide à éprouver dans la cavité ; on peut utiliser à cette fin, une seringue étanche aux gaz de 0,5 cm³ avec une crémaillère et un bec en plastique à bout fin. On dépose alors un disque en acier inoxydable sur le joint torique, qui délimite un espace d'air fermé de 0,025 cm³. Le percuteur est alors posé sur le disque. L'ensemble est mis en place dans le dispositif de percussion, la bille étant posée sur le percuteur, et le couvercle du porte-échantillon est vissé et bloqué. Le bouchon est alors vissé à la main jusqu'à ce qu'il vienne toucher la bille (figure 13.4.3.3). On applique alors un préserrage standard en vissant le bouchon jusqu'à la position initiale d'étalonnage pour l'ensemble coupelle/percuteur utilisé, puis en serrant encore d'un nombre standard de graduations sur l'échelle circulaire. Le porte-échantillon est ensuite installé sous le mouton de choc, le contre-percuteur à bout concave (figure 13.4.3.4) reposant sur la bille. La méthode d'épreuve est la même que pour les matières solides, la même échelle de Bruceton étant utilisée. On juge qu'il y a eu réaction « positive » si le bruit produit lors du choc est plus fort que celui causé par une chute d'égale hauteur sur un liquide inerte ou si l'on observe une surpression résiduelle dans la chambre à échantillon, ou encore si au démontage on constate visuellement ou olfactivement la présence de produits de décomposition. Dans le cas d'un effet négatif, on trouve dans la chambre un liquide intact. Après l'essai, la coupelle et le percuteur sont soigneusement nettoyés, et si l'un ou l'autre présente des dégâts (piqûres le plus souvent) il est remplacé, auquel cas un réétalonnage avec le disque est nécessaire. Pour ce qui est du joint torique et du disque en acier inoxydable, ils sont remplacés systématiquement après chaque essai.

13.4.3.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

13.4.3.4.1 Matières solides

Pour l'évaluation des résultats d'épreuve, on se fonde sur les critères suivants :

- a) L'observation d'une réaction « positive » lors d'un essai ;
- b) La détermination de la hauteur de chute médiane pour l'explosif témoin (hexogène) et l'échantillon par la méthode de Bruceton (voir appendice 2) ;
- c) La comparaison de la hauteur de chute médiane en moyenne mobile de l'explosif témoin (H_1) avec la hauteur de chute médiane de l'échantillon (H_2) conformément à l'équation

$$\text{Indice d'insensibilité (I de I)} = 80 \times H_2/H_1$$

(si $H_2 \geq 200$ cm, I de I est donné comme > 200)

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si l'indice d'insensibilité est inférieur ou égal à 80. On considère que le résultat est négatif (-) s'il est supérieur à ce nombre. Lorsque l'indice obtenu pour la matière éprouvée est de moins de 80, on peut effectuer une comparaison directe avec l'explosif témoin (hexogène) en appliquant la procédure SCT (Sample Comparison Test) (Épreuve comparative entre échantillons - voir l'appendice 2) avec 100 tirs pour chaque matière. S'il existe une probabilité d'au moins 95 % pour que la matière éprouvée ne soit pas plus

sensible que l'hexogène, elle est jugée comme n'étant pas une matière explosible instable sous la forme éprouvée.

13.4.3.4.2 Liquides

Pour l'évaluation des résultats d'épreuve, on se fonde sur les critères suivants :

- a) L'observation d'une réaction positive lors d'un essai ;
- b) La détermination de la hauteur de chute médiane pour l'échantillon par la méthode Bruceton.

La hauteur de chute médiane pour les liquides est calculée comme pour les matières solides, et le résultat est indiqué directement. Pour les échantillons qui ne donnent pas de réaction positive à des hauteurs de chute de 125 cm environ, la hauteur médiane est donnée comme « > 125 cm ». On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que le liquide est une matière explosible instable sous la forme éprouvée s'il se révèle plus sensible lors de cette épreuve que le nitrate d'isopropyle. On se base normalement à cette fin sur le critère de la hauteur de chute médiane, mais si la valeur de hauteur obtenue pour la matière à éprouver est inférieure à celle indiquée pour le nitrate d'isopropyle, à savoir 14,0 cm, on peut effectuer une comparaison directe en appliquant la procédure SCT (Sample Comparison Test) (Épreuve comparative entre échantillons - voir l'appendice 2) en exécutant 100 tirs pour chaque matière. S'il y a une probabilité d'au moins 95 % pour que la matière éprouvée ne soit pas plus sensible que le nitrate d'isopropyle, elle est jugée comme n'étant pas une matière explosible instable sous la forme éprouvée. On considère que le résultat est négatif (-) si la hauteur médiane est égale ou supérieure à celle obtenue pour le nitrate d'isopropyle.

13.4.3.5 Exemples de résultats

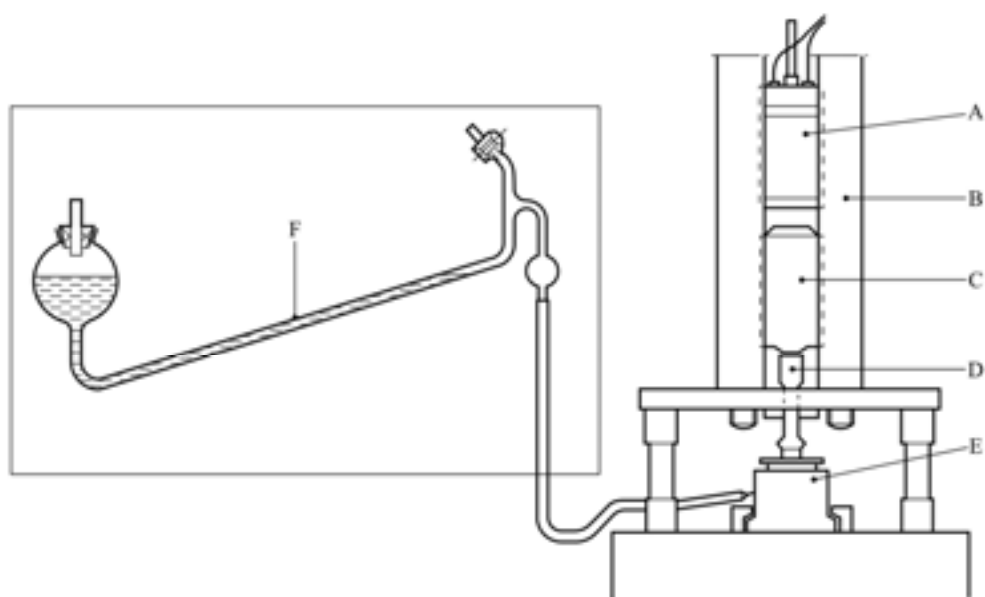
13.4.3.5.1 Matières solides

Matière	Indice d'insensibilité	Résultat
Dynamite gomme (géophex)	15	+
Dynamite gomme (sous-marine)	15	+
Cordite	20	+
Dinitro-1,3 benzène	>200	-
Nitrate de guanidine	>200	-
Octogène	60	+
Azoture de plomb (militaire)	30	+
Penthrite	50	+
Pentocire (90/10)	90	-
Hexogène	80	+
Tétryl	90	-
TNT	140	-

13.4.3.5.2 Liquides

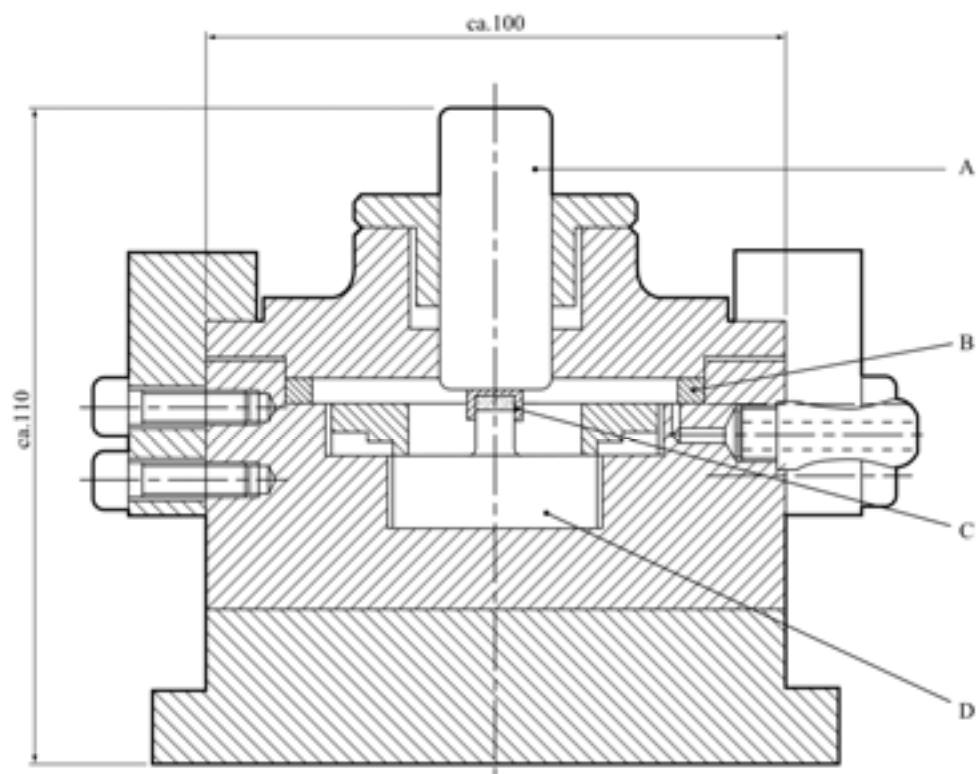
Matière	Hauteur médiane (cm)	Résultat
Dinitrate de diéthylèneglycol	12	+
Mononitrate de diéthylèneglycol	46	-
Dinitro-1,1 éthane	21	-
Dinitroéthylbenzène	87	-
Trinitrate de glycérol (NG)	5	+
Nitrate d'isopropyle	14	+
Nitrobenzène	>125	-
Nitrométhane	62	-
Dinitrate de triéthylèneglycol	10	+
Mononitrate de triéthylèneglycol	64	-

Figure 13.4.3.1 : Épreuve d'impact rotter



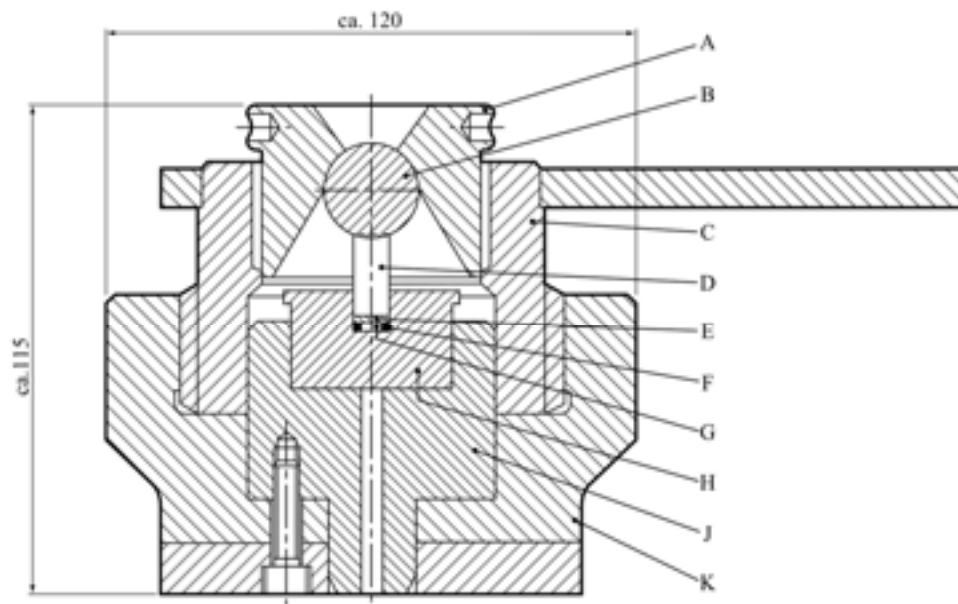
-
- | | |
|-----|-------------------------------------------------------------|
| (A) | Électro-aimant |
| (B) | Guides tubulaires |
| (C) | Masse de chute |
| (D) | Contre-percuteur |
| (E) | Porte-échantillon |
| (F) | Tube manométrique contenant de l'huile de paraffine colorée |
-

Figure 13.4.3.2 : Porte-échantillon pour matières solides



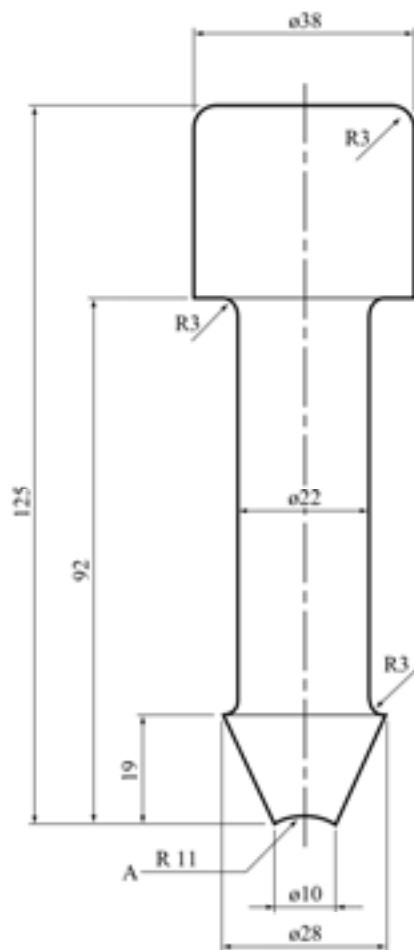
-
- (A) Percuteur
 - (B) Joint d'étanchéité
 - (C) Capsule
 - (D) Enclume
-

Figure 13.4.3.3 : Porte-échantillon pour liquides



(A)	Bouchon	(B)	Bille en acier ($\varnothing 22,2 \text{ mm} = 7/8 \text{ in}$)
(C)	Couvercle du porte-échantillon	(D)	Percuteur en acier rapide trempé
(E)	Disque en acier inoxydable	(F)	Joint torique en caoutchouc
(G)	Échantillon	(H)	Coupelle en acier rapide trempé
(J)	Porte-coupelle	(K)	Fond du porte-échantillon

Figure 13.4.3.4 : Contre-percuteur



(A) Face concave sphérique

13.4.4 *Épreuve 3 a) iv) : Épreuve au mouton de choc de 30 kg*

13.4.4.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière solide ou liquide à l'impact de la chute d'une masse et à déterminer si elle est une matière explosible instable sous la forme éprouvée.

13.4.4.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est décrit sur les figures 13.4.4.1 et 13.4.4.2. Le bac porte-échantillon en tôle d'acier (de 0,4 mm d'épaisseur) a les dimensions suivantes : 8 mm de profondeur, 50 mm de largeur et 150 mm de longueur.

13.4.4.3 *Mode opératoire*

Le bac porte-échantillon est rempli de la matière sur une épaisseur uniforme de 8 mm. Il est posé sur l'enclume de telle façon que la masse tombe sur un point situé sur l'axe médian du bac, à 25 mm d'une extrémité (voir la figure 13.4.4.2). Le mouton de choc est largué d'une hauteur variant de 4,00 m à 0,25 m par paliers de 0,25 m. On considère qu'il y a eu propagation si des effets explosifs, principalement indiqués par une déformation des parois de la cuvette, sont observés à au moins 100 mm du point d'impact. Trois essais sont exécutés à chaque hauteur. La hauteur de chute limite est la plus grande hauteur à laquelle il n'y ait pas propagation de la réaction lors de trois essais. S'il n'est pas constaté de propagation à la hauteur de 4,00 m, la hauteur limite est donnée comme « $\geq 4,00$ m ».

13.4.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Pour l'évaluation des résultats d'épreuve on se fonde sur les critères suivants :

- a) L'observation d'une propagation de la réaction ;
- b) La hauteur de chute limite.

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la hauteur de chute limite est inférieure à 0,75 m. On considère qu'il est négatif (-) si la hauteur de chute limite est égale ou supérieure à 0,75 m.

13.4.4.5 Exemples de résultats

Matière	Hauteur limite (m)	Résultat
Perchlorate d'ammonium	≥ 4,00	-
Octogène (0 - 100 µm : min. 70 % ≤ 40 µm) ^a	0,50	+
Octogène (80 - 800 µm : min. 50 % ≥ 315 µm) ^{a, b}	1,75	-
Nitrate d'hydrazine, fondu ^c	0,25	+
Explosif de mine ^d	≥ 4,00	-
Nitroglycérine	0,50	+
Nitroguanidine	≥ 4,00	-
Penthrite (fine) (min. 40 % ≤ 40 µm)	0,50	+
Hexogène (0 - 100 µm : min. 55 % ≤ 40 µm) ^a	1,00	-
Hexogène granulométrie moyenne 125-200 µm	2,00	-
TNT (paillettes) ^e	≥ 4,00	-
TNT moulé	≥ 4,00	-

^a Recristallisé à partir de la cyclohexanone.

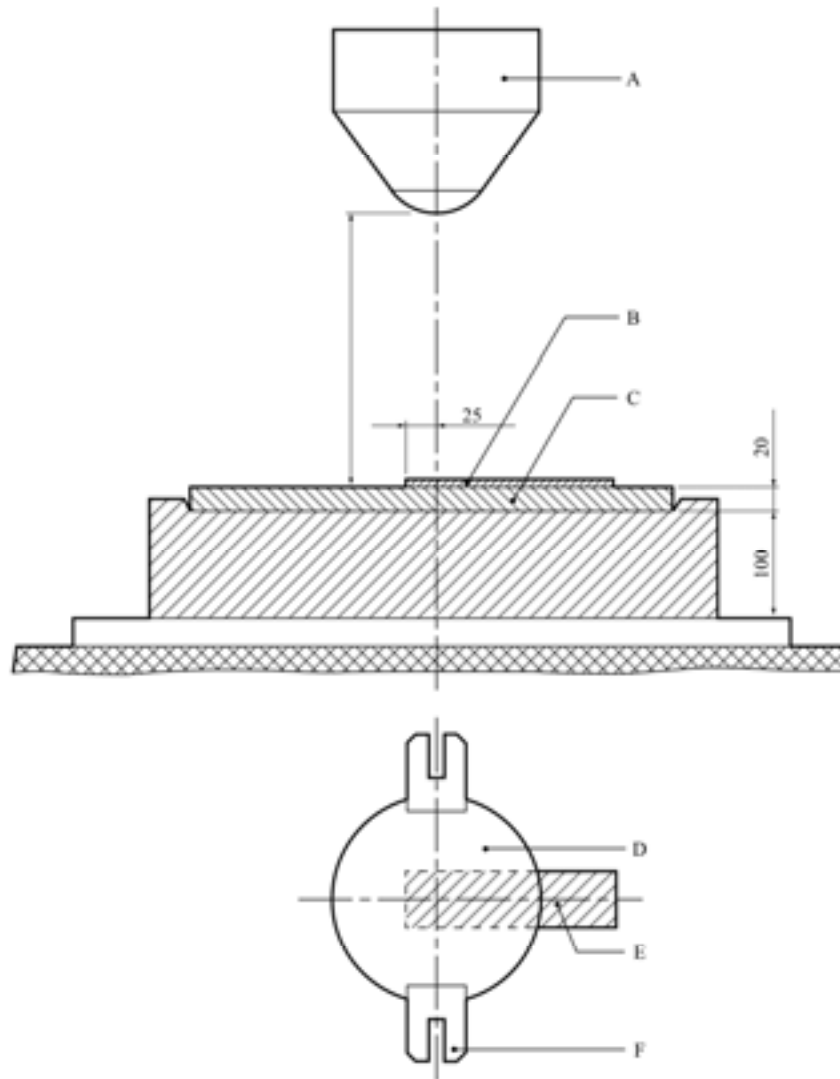
^b Teneur en hexogène : max. 3 %.

^c Température 60 - 80 °C.

^d À base de nitrate d'ammonium, avec 1,5 % de pentolite et 8,5 % d'Al.

^e Point de fusion. ≥ 80,1 °C.

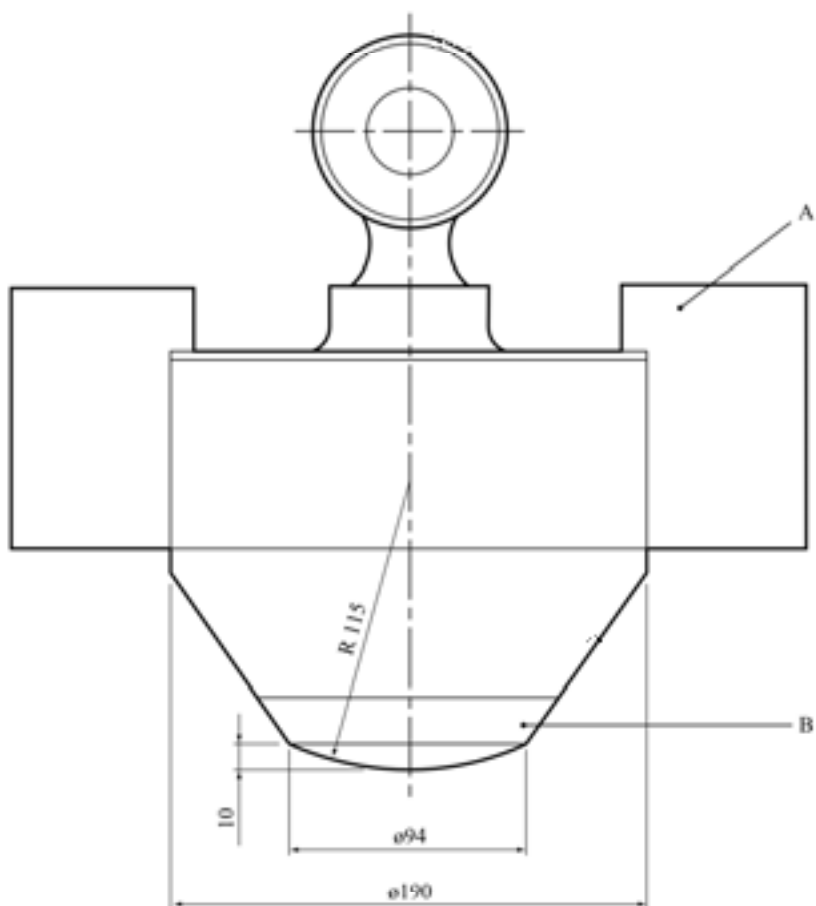
Figure 13.4.4.1 : Mouton de choc de 30 kg - Masse de chute



(A) Masse de chute (30 kg)
(C) Enclume amovible
(E) Échantillon

(B) Échantillon
(D) Masse de chute (30 kg)
(F) Ailettes de guidage

Figure 13.4.4.2 : Vue en élévation et en plan du dispositif d'essai



-
- (A) Ailette de guidage
 - (B) Tête amovible
-

13.4.5 *Épreuve 3 a) v) : Épreuve d'impact à l'appareil type 12 modifié*

13.4.5.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité des matières solides à l'impact d'une masse de chute et à déterminer si la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée. Elle est applicable aux matières solides et aux liquides moyennant le changement du porte-échantillon.

13.4.5.2 *Appareillage et matériels*

On utilise l'appareillage suivant :

- a) Un mouton de choc à trois guides permettant de faire tomber une masse de 1,0 kg, 1,5 kg, 1,8 kg, 2,0 kg, 2,5 kg ou 5,0 kg d'une hauteur pouvant aller jusqu'à 3 m sur une masse-relais reposant sur l'échantillon, lui-même placé sur une enclume. On utilise les combinaisons suivantes de masses de chute et de masses-relais :
 - i) Masse-relais de 1,5 kg avec masses de chute de 1,0 kg, 1,5 kg, 1,8 kg ou 2,0 kg ;
 - ii) Masse-relais de 2,0 kg avec masses de chute de 1,0 kg ou 2,0 kg ; et
 - iii) Masse-relais de 2,5 kg avec masses de chute de 2,5 kg ou 5,0 kg ;
- b) Un dispositif de percussion (appareil type 12 modifié) comprenant une enclume (dont la surface d'impact a un diamètre de 32 mm) et un support-guide pour la masse-relais ;
- c) Du papier abrasif de grenat coupé en carrés de 25 ± 2 mm de côté ;
- d) Une balance d'une précision de ± 1 mg ;
- e) Des capsules de cuivre de 10,0 mm de diamètre, 4,8 mm de hauteur et 0,5 mm d'épaisseur de paroi ;
- f) Des disques d'acier inoxydables de 8,4 mm de diamètre et 0,4 mm d'épaisseur ;
- g) Des joints toriques de 8,4 mm de diamètre et de 1,3 mm d'épaisseur ;
- h) Une seringue de 50 μ l ;
- i) Une micro-spatule.

13.4.5.3 *Mode opératoire*

13.4.5.3.1 *Matières solides*

On soulève la masse-relais. On dépose en vrac 30 ± 5 mg de matières à éprouver en tas au centre de l'enclume (pour les matières les moins sensibles, on dispose 30 ± 5 mg de matières à éprouver sur un carré de papier abrasif de grenat lui-même posé sur l'enclume). On abaisse alors doucement la masse-relais pour qu'elle repose sur la matière. On lève la masse de chute jusqu'à 36,0 cm (hauteur située au milieu de la série logarithmique de hauteur de chute) et on la laisse tomber sur la masse-relais. On soulève ensuite la masse-relais. On considère que le résultat de l'essai est positif s'il y a réaction de l'échantillon caractérisé par un bruit d'explosion audible, l'émission de fumée ou d'odeur, ou des signes visibles d'inflammation. On enregistre le type de réaction observé. Les surfaces sont ensuite essuyées avec un chiffon. La hauteur de chute initiale pour l'application de la méthode Bruceton (voir l'appendice 2) est déterminée par interpolation entre les deux hauteurs de chute les plus proches donnant respectivement des résultats positifs et négatifs jusqu'à ce que ceux-ci se produisent à des niveaux contigus. On exécute alors 25 essais selon la méthode de Bruceton en choisissant un intervalle de 0,093 en logarithme à base 10, donnant les valeurs de hauteur de chute suivantes : 6,5 cm, 8 cm, 10 cm, 12 cm, 15 cm, 19 cm, 24 cm, 29 cm, 36 cm, 45 cm, 55 cm, 69 cm, 85 cm, 105 cm, 131 cm, 162 cm et 200 cm. La hauteur médiane est calculée d'après les résultats obtenus selon la procédure décrite à l'appendice 2. La combinaison d'une masse de chute de 1,8 kg et d'une masse-relais de 1,5 kg, sans papier abrasif, a été jugée optimale s'agissant de déterminer si des matières sont plus ou moins sensibles que l'hexogène.

13.4.5.3.2 Liquides

Un joint torique est introduit dans une capsule et chassé jusqu'au fond de celle-ci. On dépose ensuite $25 \mu\text{l}^2$ de la matière à éprouver dans la capsule à l'aide d'une seringue. On dépose sur le joint torique un disque en acier inoxydable. On abaisse la masse-relais et on pose la capsule chargée sur l'enclume. La masse-relais est abaissée doucement jusqu'à ce qu'elle s'ajuste dans la capsule et vienne s'appuyer sur le joint torique. La masse de chute élevée est larguée sur la masse-relais. On relève ensuite ces dernières. On considère que le résultat de l'essai est positif si l'échantillon réagit avec un bruit d'explosion audible ou une émission de fumée ou d'odeur, ou qu'il y a des signes visibles d'inflammation. On enregistre le type de réaction observé. La hauteur initiale de chute est choisie selon la procédure décrite en 13.4.5.3.1. On exécute 25 essais et on détermine la hauteur moyenne selon la procédure décrite à l'appendice 2. Il est apparu que la combinaison d'une masse de chute de 1,0 kg et d'une masse-relais de 1,5 kg (conçue pour les essais sur les liquides) était optimale s'agissant de déterminer si des matières sont plus ou moins sensibles que le nitrate d'isopropyle.

13.4.5.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

13.4.5.4.1 Pour l'évaluation des résultats d'épreuve, on se fonde sur les critères suivants :

- a) L'obtention d'une réaction positive lors d'un essai ;
- b) La détermination de la hauteur de chute médiane (H_{50}) pour l'échantillon par la méthode de Bruceton.

On trouvera des précisions sur la méthode statistique appliquée pour déterminer H_{50} et l'écart type dans l'appendice 2.

13.4.5.4.2 Matières solides

On considère que le résultat d'essai est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la hauteur de chute médiane (H_{50}) est inférieure ou égale à celle de l'hexogène sec. On considère que le résultat d'essai est négatif (-) si la hauteur de chute médiane (H_{50}) est inférieure à celle de l'hexogène sec.

13.4.5.4.3 Liquides

On considère que le résultat d'essai est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la hauteur de chute médiane (H_{50}) est inférieure à celle du nitrate d'isopropyle. On considère que le résultat d'essai est négatif (-) si la hauteur de chute médiane H_{50} est égale ou supérieure à celle du nitrate d'isopropyle.

² La relation entre le volume de l'échantillon et la sensibilité du liquide est une fonction spécifique du liquide. La valeur de volume prescrite dans la présente méthode convient pour déterminer la sensibilité relative. Une détermination de la relation entre la sensibilité et le volume de l'échantillon devrait être exécutée si l'on a besoin d'informations plus précises sur la matière.

13.4.5.5 *Exemples de résultats*

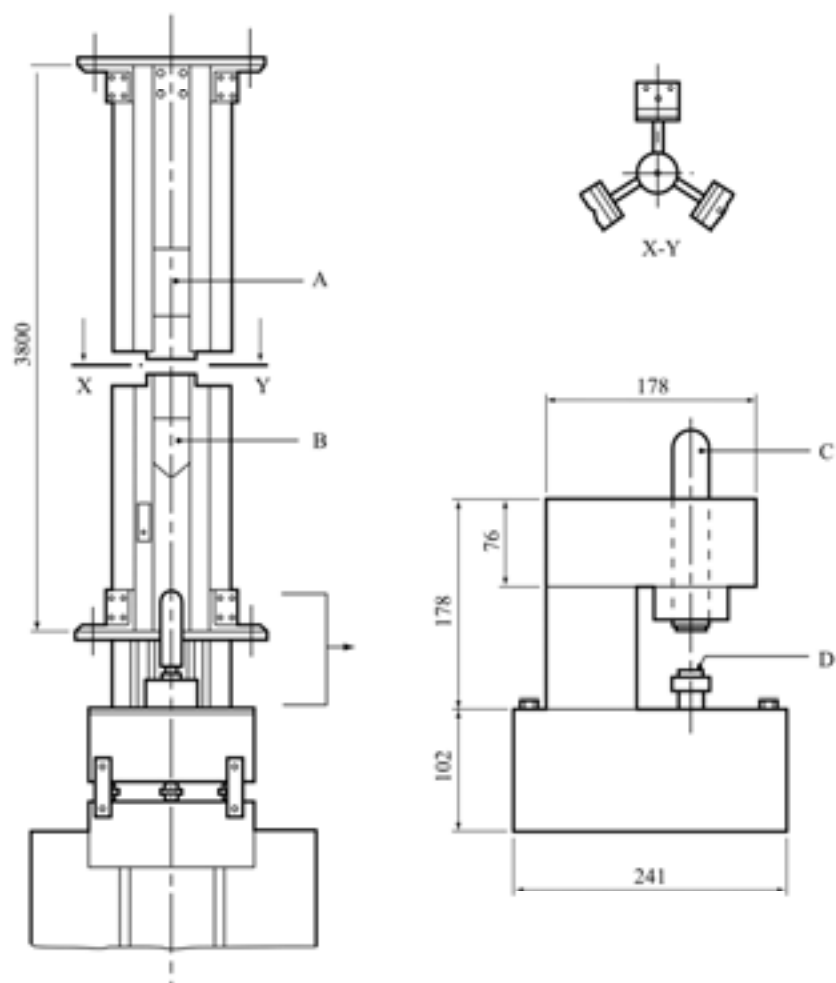
13.4.5.5.1 Matières solides

Matière	Hauteur médiane (cm)	Résultat
Masse de chute de 1,8 kg, masse-relais de 1,5 kg, pas de papier abrasif		
Penthrite (ultrafine)	15	+
Hexogène (qualité 1)	38	+
Hexogène/eau (75/25)	> 200	-
Tétryl Tétryl	> 200	-
TNT (200 mesh)	> 200	-
Masse de chute 2,5 kg, masse-relais de 2,5 kg, avec papier abrasif		
Penthrite (ultrafine)	5	+
Hexogène (Cal. 767)	12	+
Tétryl	13	-
TNT (200 mesh)	25	-

13.4.5.5.2 Liquides

Matière	Hauteur médiane (cm)	Résultat
Masse de chute de 1,0 kg, masse-relais de 2,0 kg		
Nitrate d'isopropyle (99 %, point d'ébullition 101-102 °C)	18	-
Nitrométhane	26	-
Dinitrate de triéthylèneglycol (TEGDN)	14	+
TMETN	10	+
TEGDN/TMETN (50/50)	13	+

Figure 13.4.5.1 : Appareil type 12 modifié (vue complète en élévation, vue en plan et vue latérale agrandie)



-
- (A) Électro-aimant
 - (B) Masse de chute (de 2,5 kg, par exemple)
 - (C) Masse-relais (de 2,5 kg, par exemple ; diamètre 32 mm)
 - (D) Enclume (surface d'impact : 32 mm de diamètre)
-

13.4.6 *Épreuve 3 a) vi) : Épreuve de sensibilité à l'impact*

13.4.6.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière à l'impact d'une masse de chute et à déterminer si cette matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée. On peut l'appliquer aux matières solides et aux liquides en utilisant deux porte-échantillon différents.

13.4.6.2 *Appareillage et matériels*

13.4.6.2.1 La figure 13.4.6.1 décrit le mouton de choc, qui comprend les éléments suivants :

- a) Une enclume en acier massif ;
- b) Deux glissières parallèles guidant la chute d'une masse ;
- c) Une masse de chute en acier de 10 kg avec cliquet antirebond ; l'embout de choc est en acier trempé (dureté Rockwell C : 60-63) ;
- d) Un dispositif de largage ;
- e) Une crémaillère qui arrête la masse de chute en cas de rebond ; et
- f) Une règle graduée en millimètres.

13.4.6.2.2 L'échantillon à éprouver est placé dans le dispositif de percussion No 2 (matières solides) ou No 3 (liquides). Les cotes et caractéristiques de ces dispositifs sont indiquées dans les figures 13.4.6.2 et 13.4.6.3. On doit également disposer de matériel suivant :

- a) Une balance de laboratoire d'une précision de 0,005 g ;
- b) Une presse hydraulique fournissant une pression de compression de 290 MPa ; et
- c) Un explosif de référence : le tétryl en cristaux de 0,200 à 0,270 mm, obtenu par recristallisation de l'acétone.

13.4.6.3 *Mode opératoire*

13.4.6.3.1 *Matières solides*

13.4.6.3.1.1 Les matières sont normalement soumises à l'épreuve dans l'état où elles ont été reçues. Les matières mouillées doivent avoir la teneur minimale en agent mouillant spécifiée. Selon leur état physique, les matières doivent être soumises à la préparation suivante :

- a) Les matières granulées, en paillettes, comprimées, coulées ou compactes sont broyées et tamisées ; les particules doivent passer à travers un tamis à maille de 0,9 à 1,0 mm ;
- b) Les matières à consistance gommeuses sont hachées avec une lame tranchante sur un plateau de bois en fragments ne dépassant pas 1 mm ; elles ne sont pas tamisées ; et
- c) Les échantillons d'explosifs plastiques et pulvérulents ne sont pas broyés ni tamisés.

On dégraisse les dispositifs de percussion à l'acétone ou à l'alcool éthylique. Dans les ensembles préparés pour l'épreuve, il ne devrait pas y avoir plus de 0,02 à 0,03 mm de jeu diamétral entre le manchon et les galets. Les éléments du dispositif peuvent être réutilisés s'ils restent conformes aux spécifications.

13.4.6.3.1.2 On dépose une portion de matière, d'une masse de 100 ± 5 mg, à la surface supérieure du galet inférieur dans le dispositif de percussion No 2 ouvert. Le manchon doit alors être dans la position « gorge vers le bas ». On pose le second galet sur la matière et on le fait tourner en exerçant simultanément une pression pour égaliser la matière. L'ensemble porte-échantillon est alors placé sur le plateau d'une presse hydraulique, où il est soumis à une pression de 290 MPa. Pour les explosifs sous forme plastique, de gomme et de pâte, la pression est fixée d'avance à une valeur telle que la matière ne puisse pas être refoulée et remonter entre la

paroi des galets et le manchon. Les explosifs mouillés ne sont pas comprimés. Le manchon, avec les galets et l'échantillon, est alors retourné sur un porte-échantillon et on le fait glisser vers le bas sur les galets jusqu'à ce qu'il touche le porte-échantillon. Cette opération amène la matière explosible en contact avec la gorge du manchon. L'ensemble est alors placé sur l'enclume du mouton de choc. On laisse tomber la masse de chute (de 10 kg) qui vient percuter le porte-échantillon.

13.4.6.3.1.3 La limite inférieure de sensibilité à l'impact d'une matière explosible se définit comme étant la hauteur de chute maximale d'une masse de 10 kg ne causant pas de réaction positive sur 25 essais. La hauteur de chute est choisie parmi les valeurs suivantes : 50, 70, 100, 120, 150, 200, 250, 300, 400, 500 mm. On commence les essais d'une hauteur de chute de 150 mm. On interprète comme réaction positive un bruit de détonation, une flamme visible ou des traces de brûlure sur les galets et le manchon. Par contre un changement de couleur de la matière n'est pas considéré comme indiquant une explosion. Si une réaction positive est obtenue à cette hauteur, on répète l'essai à la hauteur immédiatement inférieure. Dans le cas contraire, on passe à la plus proche valeur supérieure. La hauteur de chute maximale pour une masse de 10 kg est obtenue lorsqu'aucune réaction positive n'est observée sur 25 essais. Si, à partir d'une hauteur de 50 mm, on obtient des réactions positives sur 25 essais, on note que la limite inférieure de sensibilité de la matière éprouvée dans le dispositif de percussion No 2 est « < 50 mm ». Si aucune réaction positive n'est observée sur 25 essais pour une hauteur de chute de 500 mm, la limite inférieure de sensibilité à l'impact de la matière dans le dispositif de percussion No 2 est notée comme étant « \geq 500 mm ».

13.4.6.3.2 Liquides

13.4.6.3.2.1 Les dispositifs de percussion No 3 sont dégraissés à l'acétone ou à l'alcool éthylique. On prépare habituellement d'avance 35 à 40 dispositifs. Tous les dispositifs devraient avoir un jeu diamétral entre manchon et galets de 0,02-0,03 mm.

13.4.6.3.2.2 Pour déterminer la limite inférieure de sensibilité, on dépose le liquide dans la capsule avec un compte-gouttes ou une pipette. On pose la capsule, complètement remplie de liquide, au centre du galet inférieur. On pose délicatement le deuxième galet sur la capsule. Le dispositif de percussion est posé sur l'enclume, la masse de chute est larguée. On note la réaction obtenue.

13.4.6.3.2.3 La limite inférieure de sensibilité à l'impact d'une matière explosible se définit comme étant la hauteur de chute maximale d'une masse de 10 kg ne donnant aucune réaction positive sur 25 essais. La hauteur de chute est choisie dans la gamme suivante : 50, 70, 100, 120, 150, 200, 250, 300, 400 mm. On commence les essais en partant d'une hauteur de 150 mm. Si l'on obtient une réaction positive à cette hauteur, on répète l'essai à la valeur de hauteur inférieure la plus proche. Dans le cas contraire, on augmente la hauteur de chute jusqu'à la valeur immédiatement supérieure. On obtient la valeur de chute maximale pour une masse de 10 kg lorsqu'aucune réaction positive n'est observée sur 25 essais. Si pour une hauteur de chute de 50 mm, on obtient une ou plusieurs réactions positives sur 25 essais, on note que la limite inférieure de sensibilité de la matière soumise à l'épreuve dans le dispositif de percussion No 3 est « < 50 mm ». Si aucune réaction positive n'est obtenue sur 25 essais d'une hauteur de 500 mm, la limite inférieure de sensibilité à l'impact pour la matière éprouvée dans le dispositif de percussion No 3 est donnée comme étant « \geq 500 mm ».

13.4.6.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

13.4.6.4.1 Matières solides

Pour l'évaluation des résultats d'épreuve, on se fonde sur les critères suivants :

- a) Le fait qu'une ou plusieurs réactions positives aient été obtenues sur 25 essais à une hauteur donnée ; et
- b) La plus basse hauteur à laquelle une réaction positive ait été obtenue.

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la hauteur la plus basse à laquelle une réaction positive soit obtenue avec le dispositif de percussion No 2 est inférieure à 100 mm. On considère qu'il est négatif (-) si la plus basse hauteur ayant donné une réaction positive avec le dispositif à percussion No 2 est égale ou supérieure à cette valeur.

13.4.6.4.2 Liquides

Pour l'évaluation des résultats on se fonde sur les critères suivants :

- a) Le fait qu'une ou plusieurs réactions positives aient été obtenues sur 25 essais à une hauteur donnée ;
- b) La plus basse hauteur à laquelle une réaction positive ait été obtenue.

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la plus basse hauteur à laquelle une réaction positive soit obtenue avec le dispositif de percussion No 3 est inférieure à 100 mm. On considère qu'il est négatif (-) si la plus basse hauteur ayant donné une réaction positive avec le dispositif à percussion No 3 est égale ou supérieure à cette valeur.

13.4.6.5 Exemples de résultats

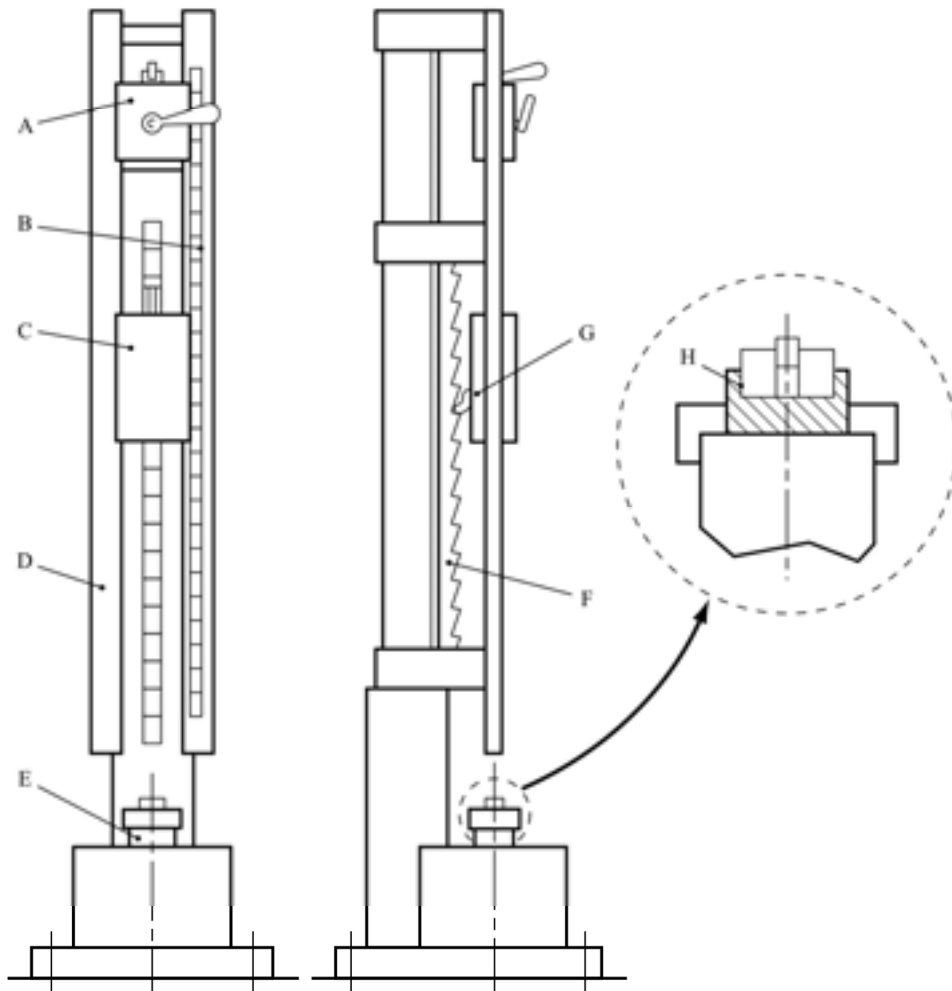
13.4.6.5.1 Matières solides

Substances	Lower limit in assembly 2 (mm)	Result
Ammonal (80,5 % de nitrate d'ammonium, 15 % de TNT, 4,5 % d'aluminium)	150	-
Ammonal détonant (66 % de nitrate d'ammonium, 24 % d'hexogène, 5 % d'aluminium)	120	-
Ammonite 6ZhV (79 % de nitrate d'ammonium, 21 % de TNT)	200	-
Ammonite T-19 (61 % de nitrate d'ammonium, 19 % de TNT, 20 % de chlorure de sodium)	300	-
Cyclotriméthylène-trinitramine (sèche)	70	+
Cyclotriméthylène-trinitramine/cire (95/5)	120	-
Cyclotriméthylène-trinitramine/eau (85/15)	150	-
Granulite AS-8 (91,8 % de nitrate d'ammonium, 4,2 % de fuel, 4 % d'aluminium)	>500	-
Penthrite (sèche)	50	+
Penthrite/paraffine (95/5)	70	+
Penthrite/paraffine (90/10)	100	-
Penthrite/eau (75/25)	100	-
Acide picrique	>500	-
Tétryl	100	-
Trinitrotoluène	>500	-

13.4.6.5.2 Liquides

Matière	Limite inférieure dans le dispositif à percussion No 3 (mm)	Résultat
Bis (dinitro-2,2 fluoro-2 éthyle) formal/chlorure de méthylène 65/35	400	-
Nitrate d'isopropyle	>500	-
Nitroglycérine	<50	+
Nitrométhane	>500	-

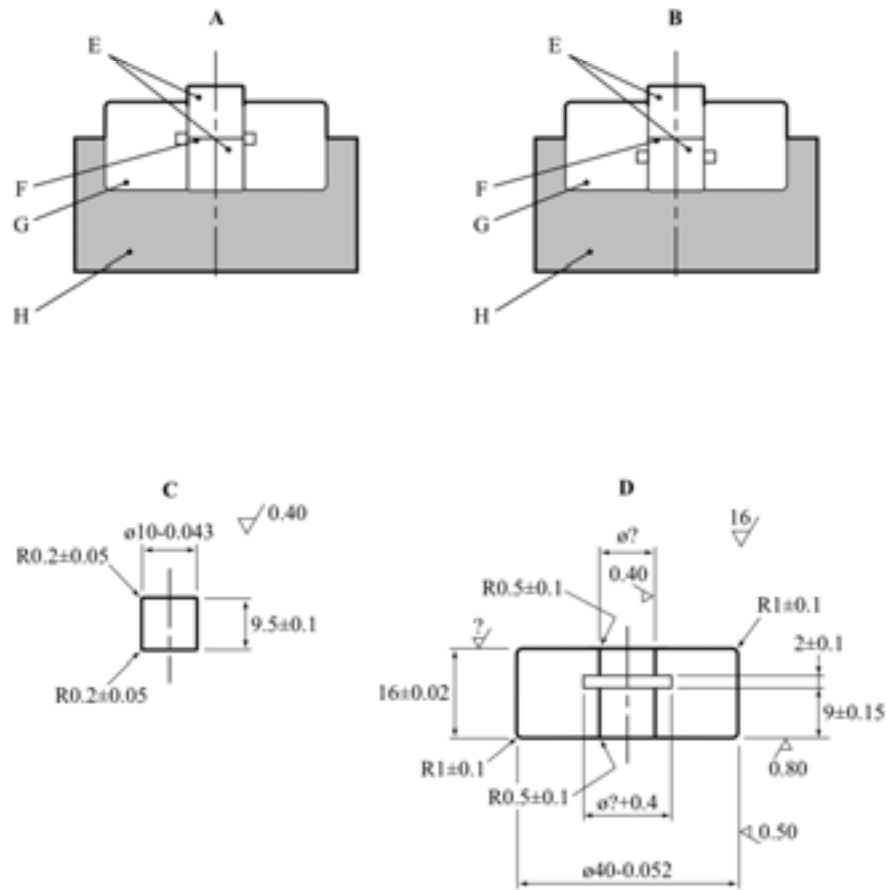
Figure 13.4.6.1 : Mouton de choc



(A) Dispositif de largage
(C) Masse de chute
(E) Enclume
(G) Cliquet anti-rebond

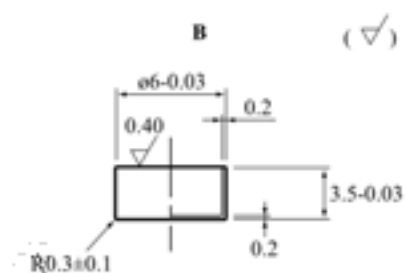
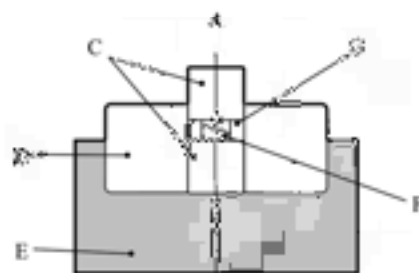
(B) Échelle graduée
(D) Glissière
(F) Crémaillère
(H) Vue agrandie du dispositif de percussion

Figure 13.4.6.2 : Dispositif de percussion No 2



(A)	Manchon en position « gorge vers le haut »	(B)	Manchon en position « gorge vers le bas »
(C)	Galet en acier à roulement à billes (dureté Rockwell C: 63 - 66)	(D)	Manchon en acier au carbone (dureté Rockwell C: 57 - 61)
(E)	Galets	(F)	Échantillon
(G)	Manchon	(H)	Porte-échantillon

Figure 13.4.6.3 : Dispositif de percussion No 3



(A)	Dispositif de percussion No 3	(B)	Capsule en cuivre M2 nickelé sur 3 microns
(C)	Galets	(D)	Manchons
(E)	Porte-échantillon	(F)	Échantillon
(G)	Capsule		

13.4.7 *Épreuve 3 a) vii) : Épreuve avec le mouton de choc modifié du Bureau of Mines*

13.4.7.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière à l'impact d'une masse de chute et à déterminer si cette matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée. La matière éprouvée est soumise à une force d'impact verticale au moyen d'un marteau intermédiaire frappé par une masse de chute. Cette épreuve est applicable à des matières solides, semi-solides, liquides et pulvérulentes.

13.4.7.2 *Appareillage et matériels*

13.4.7.2.1 La conception générale du mouton de choc modifié du BOM est illustrée par la figure 13.4.7.1. Les éléments suivants sont nécessaires :

Un mécanisme composé d'une masse de chute de 2,0 kg, deux glissières guidant la masse de chute, un dispositif de relevage, de retenue et de largage de la masse de chute, et un marteau intermédiaire de 1,0 kg prolongé par un percuteur en acier de 1,27 cm de diamètre dont la rugosité de surface est comprise entre 1,3 et 1,8 μm et qui est posé en appui sur un échantillon placé sur une enclume en acier dont la surface d'impact, d'un diamètre de 3,8 cm, a une rugosité de surface comprise entre 1,3 et 1,8 μm . La zone cible est décrite en détail à la figure 13.4.7.2.

13.4.7.3 *Mode opératoire*

13.4.7.3.1 Disposition des échantillons de matière solide

Les matières sont normalement soumises à l'épreuve dans l'état où elles ont été reçues. Les matières mouillées doivent avoir la teneur minimale en agent mouillant spécifiée. Selon leur état physique, les matières doivent être soumises à une des préparations suivantes :

- a) Les matières pulvérulentes doivent être soumises à l'épreuve sur l'enclume en une couche de l'épaisseur de la matière granulaire. Il convient de disposer suffisamment de granules sur l'enclume pour couvrir une aire dépassant la surface de 1,3 cm² du percuteur ;
- b) Les propergols solides sont soumis à l'épreuve sous la forme de minces tranches uniformes. Les tranches ont généralement la forme d'un carré d'au moins 1,6 cm de côté et d'une épaisseur de $0,08 \pm 0,01$ cm. Cette épaisseur est facile à obtenir à l'aide d'un microtome.

Le marteau intermédiaire est relevé. La matière qui doit être soumise à l'épreuve est disposée au centre de l'enclume. Le marteau intermédiaire est ensuite abaissé précautionneusement sur la matière disposée sur l'enclume.

13.4.7.3.2 Disposition des échantillons liquides et semi-solides

Selon leur état physique, les matières doivent être soumises à une des préparations suivantes :

- a) Les liquides sont soumis à l'épreuve en couche d'épaisseur contrôlée et en conservant un intervalle de 0,05 cm au-dessus de la surface du liquide à l'aide d'un ressort placé entre le collier du marteau et le collier de la glissière de guidage (tension réglable). L'épaisseur de l'échantillon liquide est contrôlée en plaçant sur l'enclume une plaque (compatible avec la substance) d'une épaisseur de 0,015 cm, percée d'un trou de 1,6 cm de diamètre. Le marteau intermédiaire est relevé. Le trou de la plaque est positionné au centre de l'enclume de telle sorte que le percuteur du marteau intermédiaire ne touche pas la plaque lors de l'impact. Une jauge d'épaisseur de 0,05 cm est utilisée pour déterminer l'intervalle approprié au-dessus du liquide. Le trou de la plaque est rempli avec la matière liquide et arasé à l'aide d'une règle en s'assurant que tout vide d'air est éliminé de l'échantillon. Le marteau intermédiaire est ensuite abaissé précautionneusement à 0,05 cm au-dessus de la matière disposée sur l'enclume ;

- b) Les matières semi-solides (boues, gels, etc.) sont préparées et soumises à l'épreuve de la même manière que les échantillons liquides. Toutefois, l'épaisseur de l'échantillon dépend de la taille maximale des particules. Si celle-ci est supérieure à 0,015 cm, on dispose sur l'enclume un échantillon de l'épaisseur de la matière granulaire. Si les propriétés cohésives de la matière semi-solide ne permettent pas de réaliser une couche de 0,015 cm d'épaisseur, on dispose une couche de la plus faible épaisseur possible. Il convient de disposer suffisamment de granules sur l'enclume pour couvrir une aire dépassant la surface de 1,3 cm² du percuteur du marteau intermédiaire.

13.4.7.3.3 Fonctionnement de l'appareil

La masse de chute est levée à la hauteur voulue (17 cm pour les matières solides et semi-solides, et 11 cm pour les liquides), puis larguée sur le marteau intermédiaire. La production éventuelle d'une réaction (émission sonore, production de fumée ou de flammes, carbonisation ou émission lumineuse visible) est constatée directement par les observateurs humains. Le type de réaction produite est enregistré. Les surfaces sont nettoyées avec un chiffon ou un tampon légèrement abrasif, de manière à éliminer toute matière résiduelle de l'enclume ou du percuteur du marteau intermédiaire. L'enclume et le percuteur du marteau intermédiaire sont inspectés afin de détecter les rayures, incisions, saillies ou autres détériorations qui pourraient affecter la rugosité de surface. Si ces éléments sont endommagés, ils doivent être remplacés avant l'essai suivant. Six essais sont effectués pour chaque échantillon soumis à l'épreuve.

13.4.7.4 *Entretien et étalonnage*

Les pièces mobiles doivent être inspectées afin de s'assurer qu'elles jouent librement et que la friction entre elles est réduite au minimum. L'intervalle entre la masse de chute et le marteau intermédiaire posé en appui sur l'enclume doit être vérifié. La zone de contact entre l'enclume et le percuteur du marteau intermédiaire doit être uniforme. L'appareillage d'essai doit être périodiquement nettoyé et étalonné suivant un programme dépendant de son utilisation. Au minimum, la machine doit être étalonnée une fois par an.

13.4.7.5 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

13.4.7.5.1 Matières solides

Le résultat d'épreuve est considéré comme positif (+) si l'on observe une réaction (voir le par. 13.4.7.3.3) dans au moins 1 des 6 essais à une hauteur de chute de 17 cm ; dans ce cas, la matière est une matière explosible instable pour être transportée sous la forme où elle a été éprouvée. Dans tous les autres cas, le résultat est considéré comme négatif (-). Pour trancher les cas limites, on utilisera la méthode Bruceton (voir l'appendice 2).

13.4.7.5.2 Liquides

Le résultat d'épreuve est considéré comme positif (+) si l'on observe une réaction (voir le par. 13.4.7.3.3) dans au moins 1 des 6 essais à une hauteur de chute de 11 cm ; dans ce cas, la matière est considérée une matière explosible instable sous la forme où elle a été éprouvée. Dans tous les autres cas, le résultat est considéré comme négatif (-). Pour trancher les cas limites, on utilisera la méthode Bruceton (voir l'appendice 2).

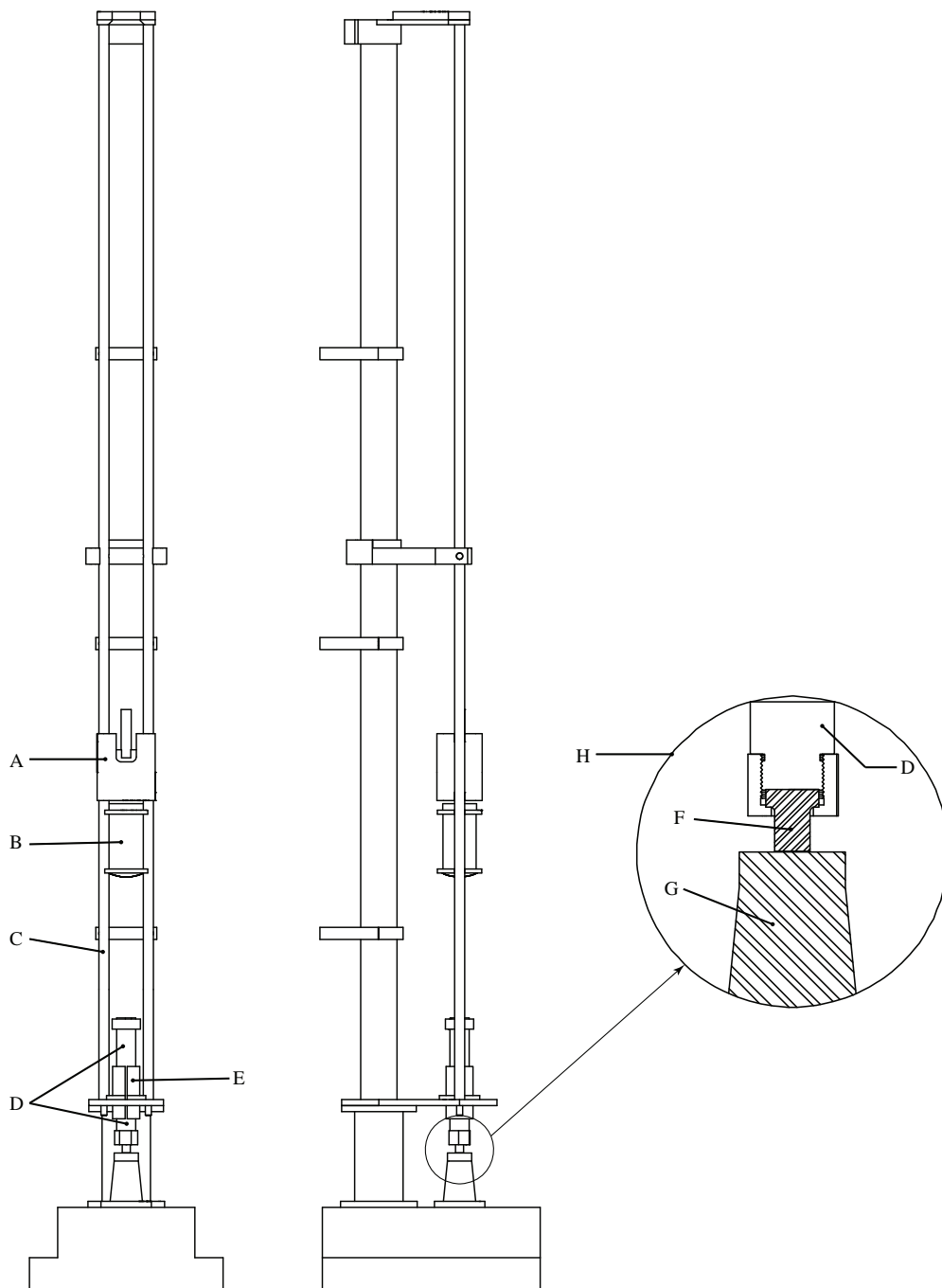
13.4.7.6

Exemples de résultats

Matière ^a	Result
RDX (sec)	+
PBXN-8	-
Nitrocellulose/DNT (90/10)	-
Penthrite (sec)	+
Nitroglycérine	+

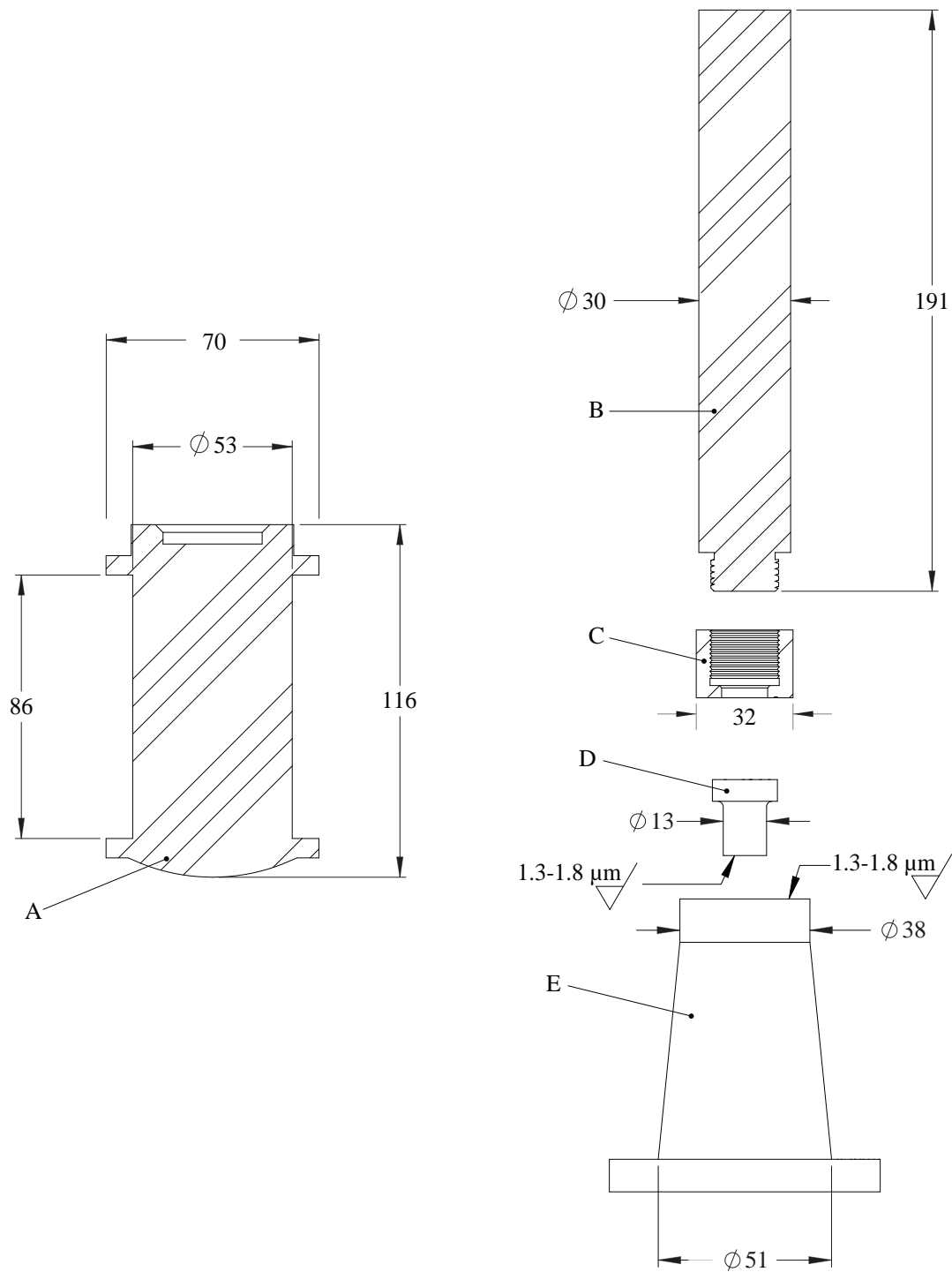
^a *Données acquises à une humidité relative de 10-30 % et une température de 16-24 °C.*

Figure 13.4.7.1 : Mouton de choc modifié du Bureau of Mines (BOM)



- | | |
|---------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|
| (A) Dispositif de relevage, de retenue et de largage de la masse de chute | (B) Masse de chute |
| (C) Glissières de guidage de la masse de chute | (D) Marteau intermédiaire |
| (E) Glissière de guidage du marteau intermédiaire | (F) Percuteur du marteau intermédiaire |
| (G) Enclume | (H) Vue agrandie de la zone cible |

Figure 13.4.7.2 : Détail de la masse de chute et de la zone cible du mouton de choc modifié du Bureau of Mines (BOM)



-
- (A) Masse de chute
 - (B) Marteau intermédiaire
 - (C) Écrou retenant le percuteur du marteau intermédiaire
 - (D) Percuteur du marteau intermédiaire
 - (E) Enclume
-

13.5 Série 3, type b) : Dispositions d'épreuve

13.5.1 Épreuve 3 b) i) : Épreuve de frottement BAM

13.5.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité de la matière au frottement et à déterminer si celle-ci est une matière explosible instable sous la forme éprouvée.

13.5.1.2 Appareillage et matériels

13.5.1.2.1 L'appareil à frottement (voir la figure 13.5.1.1) se compose d'une embase en acier coulé sur laquelle est monté le dispositif de frottement proprement dit. Ce dernier est constitué d'un crayon de porcelaine fixe et d'une plaquette mobile en porcelaine (voir le paragraphe 13.5.1.2.2). La plaquette en porcelaine est fixée sur un chariot coulissant sur deux glissières. Le chariot est entraîné par un moteur électrique par l'intermédiaire d'une biellette, d'une came à excentrique et d'un jeu d'engrenages, de telle manière que la plaquette exécute sous le crayon un seul mouvement de va-et-vient sur une course de 10 mm. Le dispositif d'appui est monté sur pivot pour permettre le changement du crayon ; il est prolongé par un fléau portant six encoches pour l'accrochage d'un poids. Le tarage à zéro est effectué au moyen d'un contrepoids réglable. Lorsque le dispositif d'appui est abaissé sur la plaquette, l'axe du crayon de porcelaine est perpendiculaire à celle-ci. Il existe différents poids, dont la masse va jusqu'à 10 kg. Les encoches du fléau sont situées à 11, 16, 21, 26, 31 et 36 cm de l'axe géométrique du crayon. Le poids est suspendu à l'encoche de réglage au moyen d'un anneau et d'un crochet. La combinaison des différents poids et des différentes positions d'accrochage permet de régler la force verticale exercée sur le crayon à 5, 10, 20, 40, 60, 80, 120, 160, 240 et 360 N. On peut également, si nécessaire, régler la force d'appui à des valeurs intermédiaires de force.

13.5.1.2.2 Les plaquettes sont en porcelaine technique blanche pure ; avant cuisson, leurs deux surfaces de frottement sont rendues entièrement rugueuses par frottement avec une éponge (leur rugosité doit être de 9 à 32 microns). Les marques de frottement laissées par l'éponge sont clairement visibles. Les crayons de porcelaine sont aussi en porcelaine technique blanche pure et leurs extrémités rugueuses sont arrondies. Les dimensions de la plaquette et du crayon sont indiquées à la figure 13.5.1.2.

13.5.1.3 Mode opératoire

13.5.1.3.1 Normalement, les matières sont éprouvées telles qu'elles ont été reçues. Les matières mouillées doivent être essayées avec la teneur minimale en agent mouillant spécifiée. En outre, pour les matières solides, à l'exception des matières pâteuses ou gélatineuses, il y a lieu de procéder comme suit :

- a) Les matières pulvérulentes sont tamisées (maille : 0,5 mm) ; toute la fraction passante est utilisée pour l'épreuve³ ;
- b) Les matières comprimées, coulées ou compactes sont fragmentées et tamisées ; toute la fraction passante (maille : 0,5 mm) est utilisée pour l'épreuve³ ;
- c) Les matières qui sont fabriquées seulement sous forme de charges sont soumises à l'épreuve sous forme de disques (plaquettes) d'un diamètre minimal de 4 mm (volume : 10 mm³).

La partie utilisée de la surface de la plaquette et du crayon ne doit servir qu'une fois ; chaque extrémité d'un crayon sert pour un essai, et chaque face d'une plaquette sert pour trois essais.

13.5.1.3.2 Une plaquette est fixée sur le chariot de l'appareil à frottement de telle manière que les marques de l'éponge soient orientées transversalement par rapport à la direction du mouvement. Le prélèvement de l'échantillon, qui doit être de 10 mm³ environ, s'effectue pour les matières sous forme pulvérulente au moyen d'une mesure cylindrique de 2,3 mm de diamètre et 2,4 mm de profondeur ; pour les matières pâteuses ou géliformes, on utilise un cadre rectangulaire de 0,5 mm d'épaisseur ayant une ouverture de 2 par 10 mm ; on

³ Pour les matières qui sont formées de plusieurs constituants, l'échantillon tamisé doit être représentatif de la composition initiale.

pose le cadre sur la plaquette, on le remplit de matière et on l'enlève ensuite avec précaution. On pose le crayon de porcelaine solidement serré dans son support, sur l'échantillon comme le montre la figure 13.5.1.2. On leste le fléau avec le poids prévu et on actionne l'interrupteur de mise en marche. On doit veiller à ce que le crayon repose sur l'échantillon et à ce qu'il y ait suffisamment de matière pour que le crayon soit en permanence en contact avec l'échantillon lorsque la plaquette se déplace vers l'avant.

13.5.1.3.3 On commence la série d'essais par un essai simple à une force de 360 N. Pour chaque essai on note s'il y a un des effets suivants : « pas de réaction », « décomposition » (changement de couleur, dégagement d'odeur) ou « explosion » (bruit de détonation, crépitement, émission d'étincelles ou inflammation). Si lors du premier essai, il y a « explosion », on poursuit la série à des forces d'appui réduites par paliers jusqu'à ce que l'on obtienne l'effet « décomposition » ou « pas de réaction ». On répète alors l'essai à cette valeur jusqu'à un total de six fois, sauf si une « explosion » se produit auparavant. Dans le cas contraire, on réduit par paliers la force jusqu'à ce que l'on ait obtenu la valeur de force à laquelle il n'y ait pas d'explosion sur six essais. Si au premier essai à 360 N, on obtient l'effet « décomposition » ou « pas de réaction », on exécute jusqu'à cinq autres essais. Si lors des six essais effectués à la valeur de force la plus élevée, on obtient l'effet « décomposition » ou « pas de réaction », la matière est jugée insensible au frottement. Si l'on obtient une explosion, on réduit la force comme indiqué plus haut. La force limite se définit comme étant la force la plus basse à laquelle il y ait explosion lors d'au moins un essai sur six.

13.5.1.4 *Critères d'épreuve et méthodes d'évaluation des résultats*

Pour l'évaluation des résultats, on se fonde sur les critères suivants :

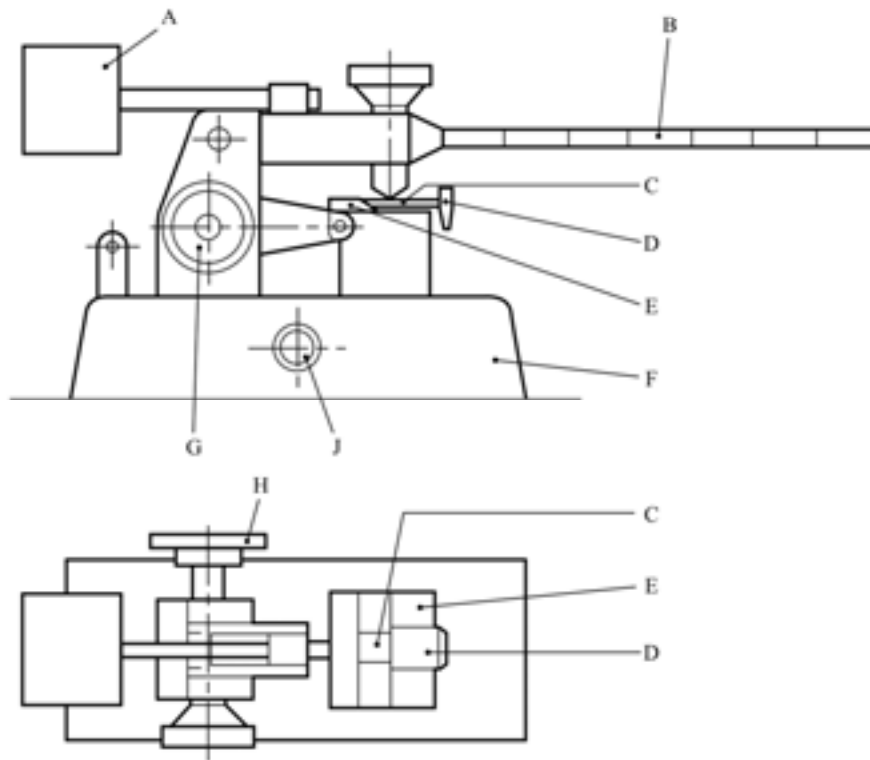
- a) Le fait qu'il y ait « explosion » lors d'un essai au moins sur six exécutés à une force d'appui donnée ;
- b) La plus basse force d'appui à laquelle il y ait au moins une « explosion » lors de six essais.

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la plus basse force d'appui à laquelle il y ait au moins une fois « explosion » lors de six essais est inférieure à 80 N. On considère autrement que le résultat de l'épreuve est négatif (-).

13.5.1.5 *Exemples de résultats*

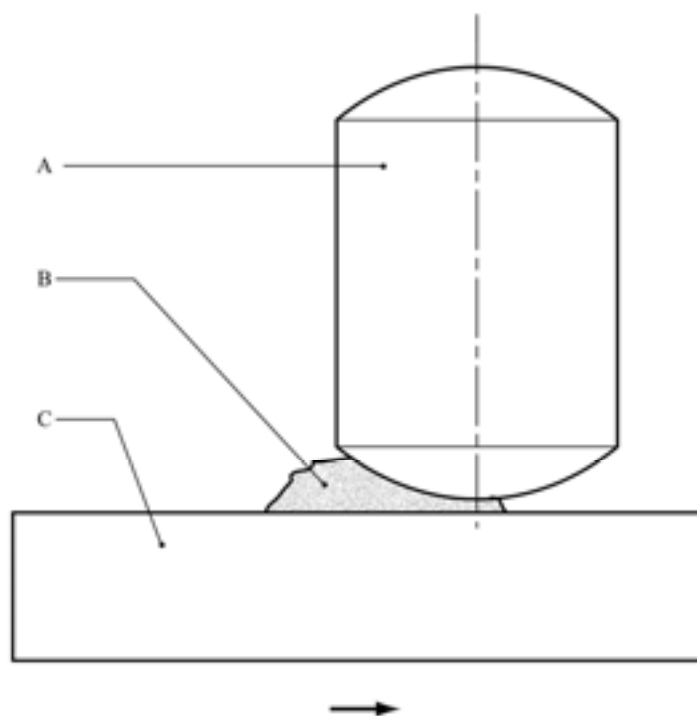
Matière	Force limite (N)	Résultat
Dynamite gomme (à 75 % de NG)	80	-
Hexanitrostilbène	240	-
Octogène (sec)	80	-
Perchlorate d'hydrazine (sec)	10	+
Azoture de plomb (sec)	10	+
Styphnate de plomb	2	+
Fulminate de mercure (sec)	10	+
Nitrocellulose à 13,4 % de N (sèche)	240	-
Octol (70/30) (sec)	240	-
Penthrite (sèche)	60	+
Pentocire (95/5)	60	+
Pentocire (93/7)	80	-
Pentocire (90/10)	120	-
Penthrite/eau (75/25)	160	-
Penthrite/lactose (85/15)	60	+
Acide picrique (sec)	360	-
Hexogène (sec)	120	-
Hexogène (mouillé à l'eau)	160	-
TNT	360	-

Figure 13.5.1.1 : Appareil de frottement BAM



(A)	Contrepoids	(B)	Fléau
(C)	Plaquette de porcelaine fixée sur le chariot	(D)	Vis de serrage
(E)	Chariot mobile	(F)	Embase en acier
(G)	Bouton pour le réglage du chariot en position départ	(H)	Direction du moteur électrique d'entraînement
(J)	Interrupteur de mise en marche		

Figure 13.5.1.2 : Appareil de frottement BAM - Plaquette et crayon de porcelaine



-
- (A) Crayon de porcelaine (de 10 mm de diamètre × 15 mm de long)
 - (B) Matière à éprouver
 - (C) Plaquette de porcelaine (de 25 × 25 × 5 mm)
-

13.5.2 *Épreuve 3 b) ii) : Épreuve sur machine à frottement rotatif*

13.5.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière au frottement mécanique, et à déterminer si elle est une matière explosible instable sous la forme éprouvée. Elle consiste à soumettre un échantillon mince à un frottement entre les surfaces préparées d'une barre plate et de la jante d'un galet d'un diamètre spécifié, sous une force donnée.

13.5.2.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est représenté de manière schématique à la figure 13.5.2.1. La barre (A) est en acier doux de qualité courante ; sa surface a été préparée par sablage à un fini de $3,2 \mu\text{m} \pm 0,4 \mu\text{m}$. Le même traitement par sablage a été appliqué à la jante du galet (C), fabriqué du même acier qui a 70 mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur. L'échantillon est soit découpé en minces lamelles soit étalé sous forme de poudre en une couche d'épaisseur ne dépassant pas 0,1 mm, sur la barre. Le galet est monté sur des doigts d'entraînement à l'extrémité d'un rotor, dont l'autre extrémité porte un ergot pivotant actionné par un solénoïde commandé par un relais. La force d'appui (B) est appliquée à une valeur prédéterminée au moyen d'air. Lorsque l'interrupteur du solénoïde est actionné, l'ergot vient se placer sur la trajectoire d'un doigt d'entraînement situé à la périphérie d'un lourd volant qui entraîne le rotor, et indirectement le galet, sur un arc de 60° , à la fin duquel les surfaces de frottement sont séparées au moyen d'une came sur le rotor et d'une biellette actionnée par le vérin de force d'appui.

13.5.2.3 *Mode opératoire*

Dans le mode opératoire normal, on applique une force correspondant à une pression pneumatique de 0,275 MPa, sauf pour les matières explosibles très sensibles, pour lesquelles il peut être nécessaire de réduire la force. La vitesse angulaire de la roue est utilisée comme paramètre variable ; on peut la régler en faisant varier la vitesse du moteur d'entraînement du volant. La vitesse initiale pour le début d'une série est déterminée par un essai au palier de vitesse le plus proche de la moyenne des valeurs les plus proches donnant un effet positif et un effet négatif, et en répétant ce processus jusqu'à ce que celles-ci se situent à deux paliers contigus. Lors d'un essai normal, on utilise la méthode Bruceton (voir l'appendice 2) sur une série de 50 tirs avec un pas logarithmique de 0,10. Si l'on applique la procédure SCT (Sample Comparison Test) (épreuve comparative entre échantillons - voir l'appendice 2), on exécute alternativement des tirs sur la matière témoin et sur l'échantillon, en suivant une série de Bruceton séparée pour chacun. Le critère d'inflammation est normalement une flamme ou un bruit d'explosion, mais même un simple dégagement de fumée ou noircissement de l'échantillon sont considérés comme une réaction positive. Chaque échantillon est utilisé une fois seulement. Les surfaces de contact de la barre et du galet sont aussi utilisées une seule fois. Pour contrôler la stabilité à long terme du fonctionnement de l'appareillage, on exécute régulièrement des mesures sur un explosif de référence (l'hexogène, recristallisé à partir de la cyclohexanone et séché conformément à une méthode normalisée). Les données pour l'explosif témoin, si elles ne sont pas obtenues par la méthode SCT sont déterminées sur la base de la moyenne mobile de 50 tirs.

13.5.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Pour l'évaluation des résultats d'épreuve, on se fonde sur les critères suivants :

- a) Le fait qu'une inflammation soit observée lors d'un essai ;
- b) La détermination de la vitesse médiane d'impact pour l'explosif de référence (hexogène) et l'échantillon par la méthode Bruceton (voir l'appendice 2) ;
- c) La comparaison de la moyenne mobile de la vitesse médiane d'impact de l'explosif de référence (V_1) avec celle de l'échantillon (V_2), selon l'équation :

$$\text{Indice de frottement (IF)} = 3,0 \times V_2/V_1$$

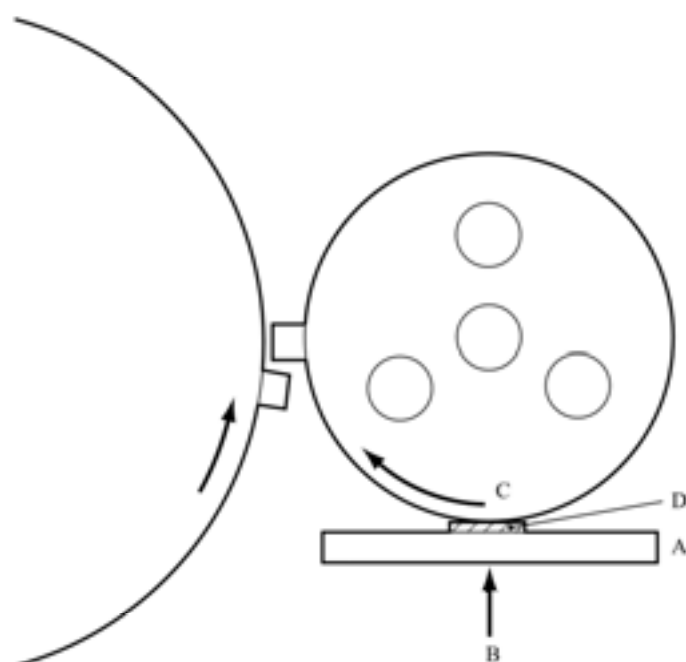
On affecte à l'explosif de référence (hexogène) un IF de 3,0.

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si IF est inférieur ou égal à 3,0. On considère que le résultat est négatif (-) si l'indice est supérieur à cette valeur. Dans le cas où la valeur obtenue pour la matière éprouvée est de moins de 3,0 on peut effectuer une comparaison directe avec l'explosif de référence (hexogène) en utilisant la méthode SCT (Sample Comparison Test) (épreuve comparative entre échantillons - voir l'appendice 2) en exécutant 100 tirs sur chaque matière. S'il y a une probabilité de 95 % que la matière éprouvée ne soit pas plus sensible que l'hexogène, elle est considérée comme n'étant pas une matière explosible instable sous la forme éprouvée.

13.5.2.5 Exemples de résultats

Matière	Indice de frottement	Résultat
Dynamite-gomme (« geophex »)	2,0	+
Dynamite-gomme (« sous-marine »)	1,3	+
Azoture de plomb	0,84	+
Pentocire (90/10)	4,0	-
Hexogène	3,4	-
Tétryl	4,5	-
TNT	5,8	-

Figure 13.5.2.1 : Épreuve sur machine à frottement rotatif



-
- (A) Barre en acier doux
 - (B) Force appliquée pneumatiquement
 - (C) Galet frottant contre l'échantillon
 - (D) Échantillon
-

13.5.3 *Épreuve 3 (b) (iii) : Épreuve de frottement avec impact*

13.5.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière au frottement mécanique et à déterminer si elle est une matière explosible instable sous la forme éprouvée.

13.5.3.2 *Appareillage et matériels*

13.5.3.2.1 Le schéma de principe du dispositif d'essai est donné à la figure 13.5.3.1. Il est composé de quatre sous-ensembles : un système de balancier, un porte-balancier, un bâti porte-échantillon et une presse hydraulique. Il est installé sur une embase en béton. Le dispositif de percussion No 1, contenant la matière à éprouver, est placé dans le bâti. L'échantillon, placé entre les deux galets, est comprimé à la valeur prescrite au moyen d'une presse hydraulique. La translation du galet supérieur à la surface de l'échantillon, sur une longueur de 1,5 mm, est obtenue par choc d'une masse pendulaire.

13.5.3.2.2 Le dispositif de percussion No 1 est composé de deux galets et d'un manchon. Ses dimensions et caractéristiques sont indiquées sur la figure 13.5.3.2.

13.5.3.3 *Mode opératoire*

13.5.3.3.1 Les matières sont normalement soumises à l'épreuve telles qu'elles ont été reçues. Les matières mouillées doivent lors des essais contenir la teneur minimale d'agent mouillant spécifiée. Les échantillons doivent être préparés comme suit :

- a) Les matières granulées, en paillettes, comprimées, coulées ou compactes sont broyées puis tamisées ; on utilise pour l'épreuve la fraction passante à travers une maille de $0,50 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$;
- b) Les matières à consistance gommeuse sont hachées avec une lame tranchante sur un plateau de bois en fragments ne dépassant pas 1 mm ; l'échantillon n'est pas tamisé ;
- c) Les matières pulvérulentes ou sous forme plastique ou pâteuse ne sont pas broyées ni tamisées.

Avant l'essai, les dispositifs de percussion sont dégraissés. Ils peuvent être réutilisés s'ils demeurent conformes aux spécifications.

13.5.3.3.2 L'échantillon, d'une masse de 20 mg, est déposé dans le dispositif de percussion ouvert. En imprimant simultanément une légère pression et une rotation au galet supérieur, on répartit régulièrement la matière entre les deux galets. Le dispositif de percussion, avec l'échantillon, est placé dans la chambre d'épreuve où il est comprimé à la valeur prévue. On fait alors glisser le manchon vers le bas, tout en maintenant la pression, jusqu'à ce que la face supérieure du manchon soit située au-dessous du niveau de l'échantillon pressé entre les galets. On amène alors le percuteur en contact avec le galet. À son autre extrémité, le percuteur est frappé par la masse du balancier. Le déplacement latéral de 1,5 mm du galet supérieur ainsi causé soumet l'échantillon à un frottement. L'angle de lâcher du balancier est choisi selon le tableau suivant en fonction de la pression verticale exercée sur l'échantillon. On poursuit les essais jusqu'à ce que l'on obtienne la pression maximale à laquelle aucune explosion ne soit obtenue lors de 25 essais. On juge qu'il y a explosion s'il y a une réaction accompagnée d'un bruit d'explosion, d'une flamme visible ou de la présence de traces de brûlures sur les galets. La limite inférieure de sensibilité au frottement se définit comme étant la pression verticale maximale pour laquelle il n'est observé aucune explosion lors de 25 essais, qui diffère bien entendu de la pression à laquelle il y a explosion, mais ne doit pas s'en écarter de plus de :

10 MPa - pour une pression d'épreuve allant jusqu'à 100 MPa

20 MPa - pour une pression d'épreuve comprise entre 100 et 400 MPa

50 MPa - pour une pression d'épreuve supérieure à 400 MPa.

Si l'on n'observe aucune explosion sur 25 essais à une pression de 1 200 MPa, on considère que la limite inférieure de sensibilité au frottement est « $\geq 1\ 200$ MPa ». Si par contre on observe une ou plusieurs explosions sur 25 essais à une pression de 30 MPa, on note que la limite inférieure est « < 30 MPa ».

Tableau 13.2 : Relation entre la pression verticale sur l'échantillon et l'angle de lâcher du balancier donnant une valeur constante de déplacement latéral du galet

Pression vertical sur l'échantillon (MPa)	Angle de lâcher du balancier (par rapport à la verticale)	Pression vertical sur l'échantillon (MPa)	Angle de lâcher du balancier (par rapport à la verticale)
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
1 000	110	1 100	115
1 200	118		

13.5.3.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Pour l'évaluation des résultats d'épreuve, on se fonde sur les critères suivants :

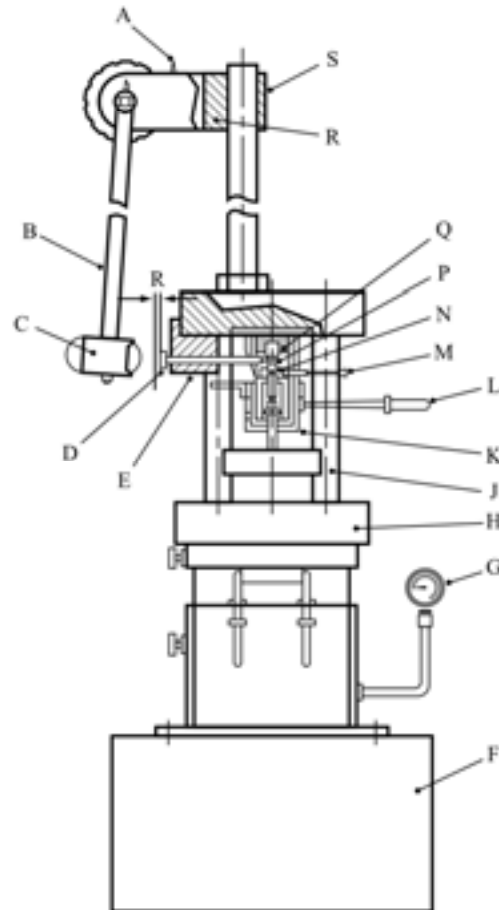
- a) L'observation d'une « explosion » lors d'un essai au moins sur 25 ; et
- b) La pression verticale maximale pour laquelle il n'y a aucune explosion au cours de 25 essais.

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la limite inférieure de sensibilité au frottement avec impact est inférieure à 200 MPa. Le résultat est négatif (-) si elle est égale ou supérieure à cette valeur.

13.5.3.5 *Exemples de résultats*

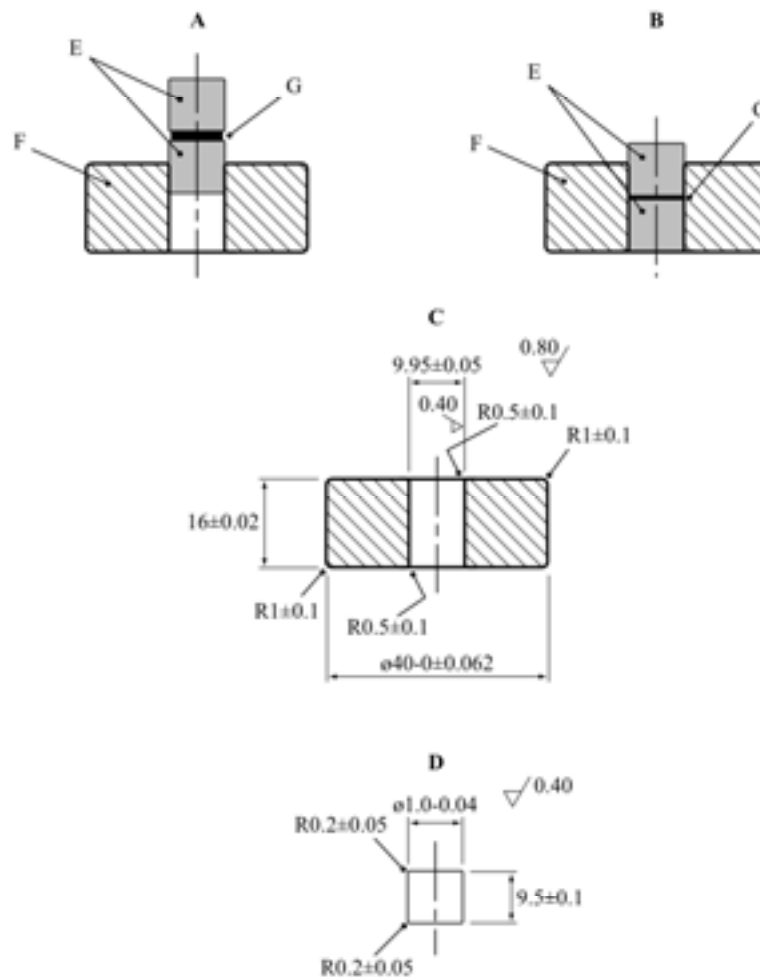
Matière	Limite inférieure (MPa)	Résultat
Nitrate d'ammonium	1 200	-
Azoture de plomb	30	+
Penthrite (sèche)	150	+
Penthrite/paraffine (95/5)	350	-
Pentolite (90/10)	350	-
Penthrite/eau (75/25)	200	-
Acide picrique	450	-
Hexogène (sec)	200	-
Hexogène/eau (85/15)	350	-
Triaminotrinitrobenzène	900	-
Trinitrotoluène	600	-

Figure 13.5.3.1 : Appareil pour l'épreuve de frottement avec impact



(A)	Commande de lâcher du balancier	(B)	Bras du balancier
(C)	Masse de choc du balancier	(D)	Percuteur
(E)	Guide-percuteur	(F)	Embase
(G)	Manomètre	(H)	Presse hydraulique
(J)	Bâti porte-échantillon	(K)	Porte-échantillon
(L)	Manette abaisse-manchon	(M)	Pousse-galet
(N)	Manchon	(P)	Galet
(Q)	Chambre d'épreuve	(R)	Potence
(S)	Colonne		

Figure 13.5.3.2 : Dispositif de percussion No 1



(A) Position des galets pour l'essai
 (C) Manchon en acier au carbone
 (dureté Rockwell C: 57 - 61)
 (E) Galets
 (G) Échantillon

(B) Position initiale des galets
 (D) Galet à roulement en acier
 (dureté Rockwell C: 63 - 66)
 (F) Manchon

13.5.4 *Épreuve 3 b) iv) : Épreuve de frottement avec la machine ABL*

13.5.4.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière au frottement et à déterminer si cette matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée. La matière à l'épreuve est soumise à une force de compression verticale sous une roue fixe tout en étant déplacée à l'horizontale sur une enclume coulissante. L'épreuve est applicable aux matières solides, semi-solides et poudreuses.

13.5.4.2 *Appareillage et matériels*

13.5.4.2.1 Les appareils et matériels ci-après sont nécessaires :

- a) Un mécanisme permettant d'appliquer une force hydraulique, par l'intermédiaire d'une roue fixe en acier, à un échantillon placé sur une enclume en acier. La roue et l'enclume ont une rugosité de 1,3 à 1,8 μm et une dureté Rockwell C de 55 à 62 ;
- b) Un pendule pouvant être positionné et lâché à un angle imprimant une vitesse prédéterminée à l'enclume coulissante. Ce pendule permet de déplacer l'échantillon de 2,5 cm environ perpendiculairement à la force appliquée sur la roue.

13.5.4.3 *Mode opératoire*

13.5.4.3.1 Les matières sont normalement soumises à l'épreuve dans l'état où elles ont été reçues. Les matières mouillées doivent avoir la teneur minimale en agent mouillant spécifiée. Selon leur état physique, les matières doivent être soumises à la préparation suivante :

- a) Les poudres doivent être soumises à l'épreuve sur l'enclume sous la forme d'une monocouche, c'est-à-dire à l'épaisseur de la matière granulaire, dans la mesure du possible. On dispose les granules sur l'enclume de façon à couvrir approximativement une surface de 1,3 cm de longueur par 0,65 cm de largeur, en commençant à environ 0,65 cm en arrière du point de contact initial de la roue avec l'enclume, de sorte que la roue soit entièrement en contact avec l'échantillon lorsqu'elle est abaissée sur celui-ci ;
- b) Les propergols solides sont soumis à l'épreuve sous la forme d'une couche mince et uniforme, d'une épaisseur de 0,08 + 0,01 cm. Cette épaisseur s'obtient aisément à l'aide d'un microtome ;
- c) Les matières semi-solides sont lissées au moyen d'une spatule de façon à obtenir une couche mince d'une épaisseur uniforme d'environ 0,015 cm.

La roue étant en position haute, la matière à l'épreuve est placée sur l'enclume en dessous de la roue, de sorte que celle-ci soit entièrement en contact avec l'échantillon lorsqu'elle est abaissée sur ce dernier. La roue est ensuite délicatement abaissée sur la matière placée sur l'enclume et la force souhaitée est appliquée sur la roue : 250 N à 2,4 m/s ou 445 N à 1,2 m/s. Le pendule est placé à l'angle souhaité pour obtenir la vitesse appropriée, puis relâché. On observe de façon naturelle une éventuelle réaction se manifestant par l'émission d'un son ou la production de fumée, d'un feu, d'une carbonisation ou d'une lumière visible. Le type de réaction qui se produit est consigné. Ensuite, la roue est libérée de la force appliquée et les restes de matière sont retirés. Enfin, la roue est indexée et déplacée par rapport à l'enclume de manière à utiliser une surface propre pour chaque essai.

13.5.4.4 *Maintenance et étalonnage*

La vitesse maximale de déplacement de l'enclume doit être étalonnée à 2,4 m/s et 1,2 m/s. La force verticale de déplacement de la roue vers le bas doit être vérifiée. La machine doit être nettoyée et étalonnée périodiquement, selon un calendrier défini en fonction de l'usage qui en est fait. Elle doit être étalonnée au moins une fois par an.

13.5.4.5 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat de l'épreuve est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée si la plus faible compression à laquelle au moins une réaction se produit sur six essais est égale à 250 N à 2,4 m/s ou 445 N à 1,2 m/s, ou moins. Dans tous les autres cas, on considère que le résultat de l'épreuve est négatif (-).

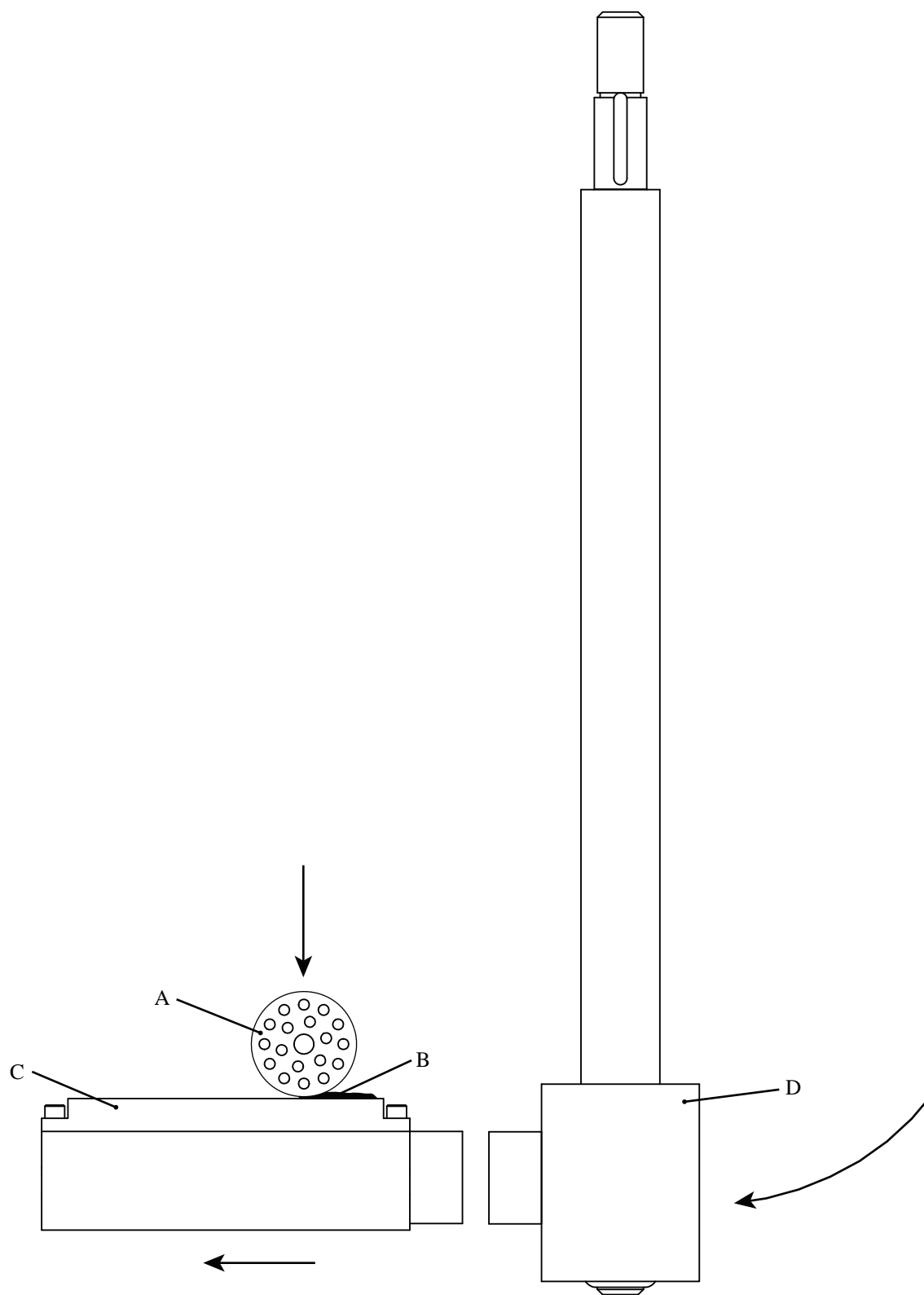
13.5.4.6 *Exemples de résultats*

Matière^a	Résultat
Hexogène (classe 5)	-
Hexogène (classe 7)	-
PBXN-8	-
PBXN-10	-
Aluminium/TNT (80/20)	-
Penthrite (sèche) ^b	+

^a *Données obtenues dans les conditions suivantes, sauf mention contraire : 2,4 m/s, humidité relative de 10 à 30 % et température de 16-24 °C.*

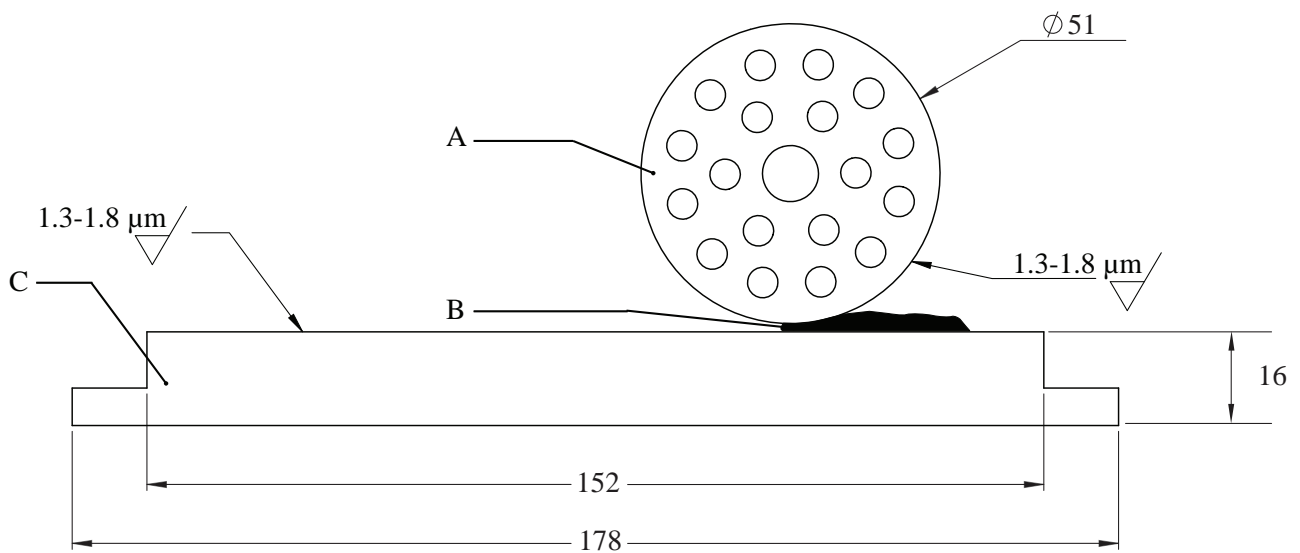
^b *Données obtenues à 2,4 m/s et 1,2 m/s.*

Figure 13.5.4.1 : Machine ABL



(A)	Roue fixe	(B)	Échantillon
(C)	Enclume	(D)	Pendule

Figure 13.5.4.2 : Vue détaillée de la roue et de l'enclume de la machine ABL



-
- (A) Roue fixe de 5,1 cm de diamètre au maximum × 3,18 cm
 - (B) Échantillon soumis à l'épreuve
 - (C) Enclume de 18 cm × 5,7 cm × 1,6 cm au maximum
-

13.6 Série 3, type c) i) : Dispositions d'épreuve**13.6.1 Épreuve 3 c) : Épreuve de stabilité thermique à 75 °C**13.6.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la stabilité à la chaleur de la matière lorsqu'elle est soumise à une température supérieure à la température normale.

13.6.1.2 *Appareillage et matériels*

13.6.1.2.1 On doit disposer de l'appareillage suivant :

- a) Une étuve électrique avec ventilation, munie d'un équipement électrique antidéflagrant et d'un dispositif de réglage thermostatique permettant de maintenir la température à 75 ± 2 °C et d'enregistrement de la température réelle. L'étuve devrait être pourvue de deux thermostats ou d'un système de protection équivalent contre un échauffement excessif en cas de défaillance du thermostat ;
- b) Un bécber sans bec de 35 mm de diamètre et de 50 mm de haut, et un verre de montre de 40 mm de diamètre ;
- c) Une balance permettant de déterminer la masse de l'échantillon à $\pm 0,1$ g ;
- d) Trois thermocouples et un système d'enregistrement ;
- e) Deux tubes en verre à fond plat de 50 ± 1 mm de diamètre et de 150 mm de haut et deux bouchons résistant à une surpression interne de 0,6 bar (60 kPa).

13.6.1.2.2 On devrait utiliser comme matière témoin une matière inerte dont les propriétés physiques et thermiques sont semblables à celles de la matière éprouvée.

13.6.1.3 *Mode opératoire*

13.6.1.3.1 ***Dans le cas d'une matière nouvelle, il convient d'exécuter plusieurs essais préalables, consistant à chauffer de petits échantillons à 75 °C pendant 48 heures, afin d'étudier son comportement.*** S'il n'est pas observé de réaction explosive lors de l'essai d'une petite quantité de matière, la procédure décrite en 13.6.1.3.2 ou 13.6.1.3.3 est appliquée. S'il y a alors explosion ou inflammation, la matière est considérée comme trop instable thermiquement trop instable pour le transport et doit être catégorisée comme une matière explosible instable.

13.6.1.3.2 Essai sans appareillage de mesure : On dépose un échantillon de 50 g dans un bécber que l'on recouvre et place dans l'étuve. Celle-ci est réglée à 75 °C et l'échantillon doit y séjourner pendant 48 heures ou jusqu'à ce qu'il y ait inflammation ou explosion. S'il ne se produit ni l'un ni l'autre, mais que l'on observe des signes d'échauffement spontané tels que dégagement de fumée ou décomposition, on applique la procédure décrite en 13.6.1.3.3. Si par contre la matière ne montre aucun signe d'instabilité thermique, elle peut être considérée comme thermiquement stable et n'a pas à être soumise à d'autres essais concernant cette propriété.

13.6.1.3.3 Essai avec appareillage de mesure : Un échantillon de 100 g (ou 100 cm³ si la masse volumique apparente est inférieure à 1 000 kg/m³) est déposé dans un tube et la même quantité de matière témoin dans l'autre tube. Des thermocouples T₁ et T₂ sont introduits dans les tubes à mi-hauteur du contenu. Si les thermocouples ne sont pas en matériaux inertes par rapport à la matière soumise à l'épreuve et à la matière témoin, ils doivent être placés dans des gaines inertes. Les tubes couverts et le thermocouple T₃ sont placés dans l'étuve, comme indiqué sur la figure 13.6.1.1. L'écart de température éventuel entre l'échantillon et le témoin est mesuré pendant 48 heures à partir du moment où l'échantillon et le témoin ont atteint la température de 75 °C. On note également les signes apparents de décomposition de l'échantillon.

13.6.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

13.6.1.4.1 Le résultat de l'essai sans appareillage de mesure est considéré comme positif (+) s'il y a inflammation ou explosion, et négatif (-) s'il n'est pas observé de changement. Le résultat de l'essai avec appareillage de mesure est considéré comme positif (+) s'il y a inflammation ou explosion ou s'il est enregistré une différence de température (due à un échauffement spontané) égale ou supérieure à 3 °C. S'il ne se produit pas d'inflammation ou d'explosion mais que l'on constate un échauffement spontané de moins de 3 °C, il peut être nécessaire d'exécuter d'autres essais ou études pour déterminer si la matière est instable à la chaleur.

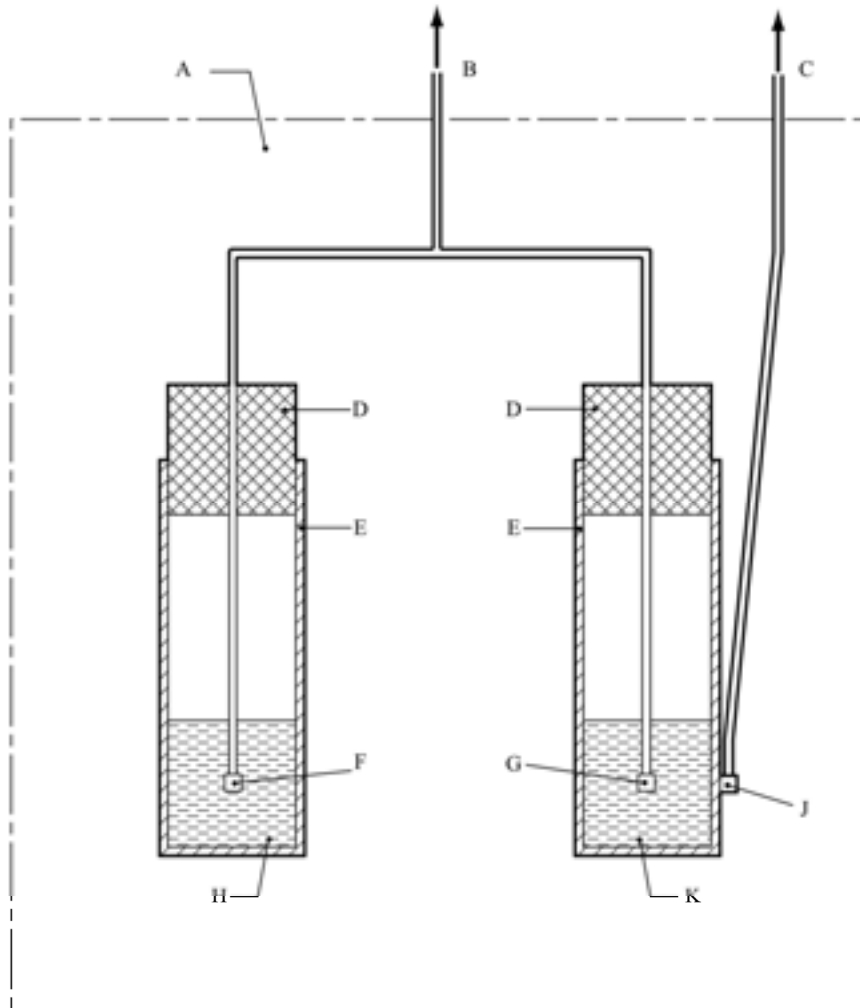
13.6.1.4.2 Si le résultat d'essai est positif (+), la matière doit être considérée comme thermiquement instable, doit être catégorisée comme explosible instable et ne doit pas être autorisée pour le transport.

13.6.1.5 *Exemples de résultats*

Matières	Observations	Résultat
70 % perchlorate d'ammonium / 16 % Al / 2,5 % catocène / 11,5 % liant	Réaction d'oxydation sur le catocène (catalyseur de vitesse de combustion). Changement de couleur à la surface de l'échantillon, mais pas de décomposition thermique.	-
Pentocire (90/10)	Perte de masse négligeable	-
Hexogène mouillé avec 22 % d'eau	Perte de masse < 1 %	-
Dynamite plastique (22 % NG, 8 % dinitrotoluène, 3 % Al)	Perte de masse négligeable	-
ANFO	Perte de masse < 1 %	-
Explosifs en bouillies ^a	Perte de masse négligeable, léger gonflement (éventuellement)	-

^a *Divers types.*

Figure 13.6.1.1 : Épreuve de stabilité thermique à 75 °C - Dispositif d'essai



(A)	Étuve	(B)	Vers le millivoltmètre (T_1 et T_2)
(C)	Vers le millivoltmètre (T_3)	(D)	Bouchons
(E)	Tubes de verre	(F)	Thermocouple No 1 (T_1)
(G)	Thermocouple No 2 (T_2)	(H)	100 cm ³ d'échantillon
(J)	Thermocouple No 3 (T_3)	(K)	100 cm ³ de matière témoin

13.6.2 Épreuve 3 c) ii) : Épreuve de stabilité thermique à 75 °C avec SBAT**13.6.2.1 Introduction**

Cette épreuve sert à mesurer la stabilité thermique de la matière lorsqu'elle est soumise à une température supérieure à la normale.

13.6.2.2 Appareillage et matériels**13.6.2.2.1 On doit disposer de l'appareillage suivant :**

- a) Des tubes à échantillons en verre de dimensions 13 mm x 100 mm placés à l'intérieur d'un tube de dimensions 25 mm x 100 mm. Chaque tube de dimensions 13 mm x 100 mm est entouré d'un isolant et placé dans le tube de diamètre plus important. Chaque grand tube est lui-même entouré d'un isolant afin de l'isoler thermiquement du bloc de chauffage métallique. Le tube à essai en verre peut être bouché afin d'éviter les fuites de gaz ;
- b) Un bloc métallique bien isolé doté de plusieurs réceptacles qui peut être chauffé avec des éléments de chauffage à résistance jusqu'à une température d'au moins 260 °C. Le chauffage du bloc doit être automatisé ou commandé de manière fiable de telle manière que la température souhaitée puisse être maintenue à $\pm 0,5$ °C. Le bloc de chauffage doit être protégé de manière indépendante contre toute surchauffe en cas de défaillance du système de commande principal. Chaque réceptacle du bloc métallique doit avoir un diamètre de 5 cm et une profondeur de 10 cm ;
- c) Pour la configuration décrite aux alinéas a et b, la constante de déclin thermique τ devrait être d'au moins 10 minutes. On déduit la constante de déclin τ en chauffant 5 grammes de matière inerte (par exemple, silice, alumine ou silicone séchés) dans un tube à échantillon (tube à essais de dimensions 13 mm x 100 mm) jusqu'à une température supérieure de 50 °C ou plus à la température constante du SBAT. Le tube à échantillon chauffé est placé dans l'appareil SBAT (à l'intérieur du tube en verre de diamètre supérieur doté d'une isolation interne et externe comme décrit précédemment). L'échantillon se refroidit jusqu'à atteindre la température constante de l'étuve. Au cours du refroidissement, on enregistre la température de l'échantillon. Le déclin thermique prend une forme exponentielle, selon l'équation suivante :

$$(T - T_a)/(T_i - T_a) = \exp(-t/\tau)$$

où T est la température de référence inerte qui varie avec le temps, T_a est la température constante de l'étuve, T_i est la température de référence initiale, t est le temps et τ est la constante de déclin thermique ;

- d) Une matière inerte (par exemple, silice, alumine ou silicone séchés) qui servira de témoin, à placer également dans des tubes en verre isolés (13 mm x 100 mm, à l'intérieur du tube de dimensions 25 mm x 100 mm) avec la même configuration d'isolation que l'échantillon ;
- e) Des thermocouples et un système d'enregistrement afin d'enregistrer la température du témoin et du ou des échantillons, ainsi qu'un ou plusieurs thermocouples pour mesurer et contrôler la température de l'étuve.

13.6.2.3 *Mode opératoire*

13.6.2.3.1 On dépose un échantillon de cinq grammes, ou une quantité qui remplit le tube sur une hauteur de 75 mm, si cette seconde quantité est inférieure, à l'intérieur de l'un des tubes à échantillon. On dépose la même quantité de matière dans un deuxième tube à échantillon. L'un des tubes à échantillon ainsi remplis reste ouvert et on bouche le deuxième à l'aide d'un bouchon à vis ou par un autre moyen. Pour le tube à échantillon bouché, le thermocouple est fixé à la paroi du tube. Pour le tube à échantillon ouvert, le thermocouple peut être fixé à la paroi du tube ou introduit dans l'échantillon.

13.6.2.3.2 Chaque tube à échantillon est ensuite entouré d'isolant et placé dans le tube de dimensions 25 mm x 100 mm, lui aussi isolé des parois des réceptacles de l'étuve SBAT. Environ 5 grammes de matière témoin doivent aussi être présents dans l'un des réceptacles du SBAT avec la même configuration d'isolation que l'échantillon. Les échantillons sont chauffés à 75 °C – 77 °C et maintenus à cette température pendant quarante-huit heures. La température des échantillons et du témoin est enregistrée pendant toute la durée de l'essai.

13.6.2.3.3 Une fois l'essai achevé, des données supplémentaires peuvent être obtenues en augmentant la température de l'appareil de façon linéaire afin de déterminer le profil thermique de l'échantillon (mesure des absorptions et dégagements de chaleur, mis en évidence par les déviations de la température de l'échantillon par rapport à celle de la matière inerte témoin).

13.6.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

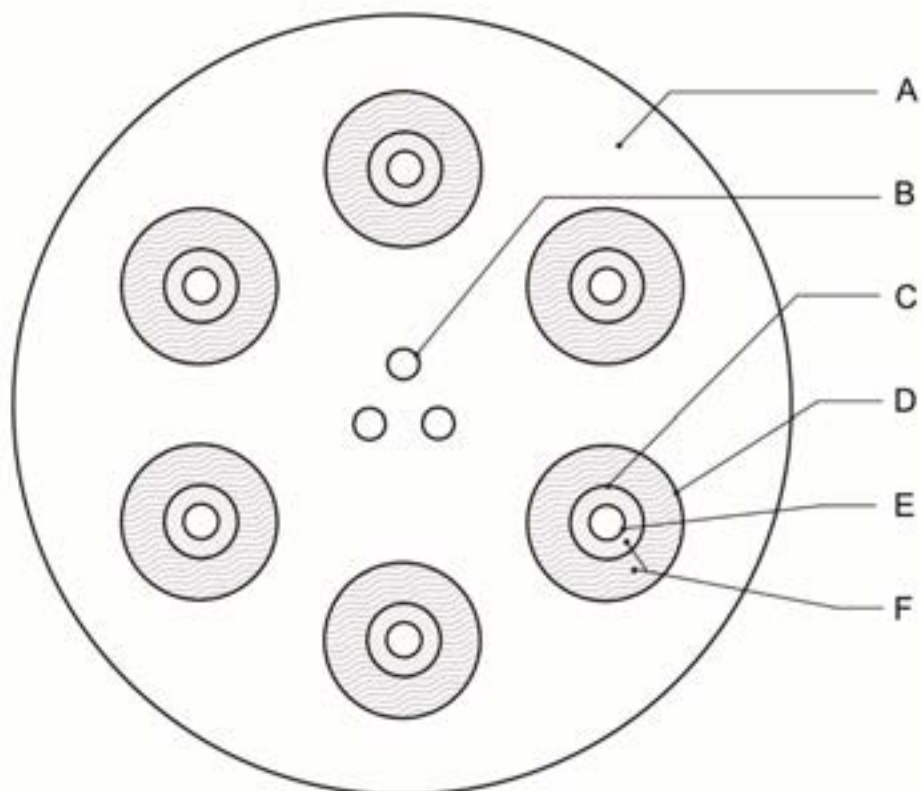
13.6.2.4.1 Le résultat de l'essai est considéré comme positif (+) s'il est enregistré, pour un échantillon bouché ou non, une hausse de température de plus de 1,5 °C dénotant un échauffement spontané pendant la période d'essai de quarante-huit heures.

13.6.2.4.2 Si le résultat d'essai est positif (+), la matière doit être considérée comme thermiquement instable, doit être catégorisée comme explosible instable et ne doit pas être autorisée pour le transport.

13.6.2.5 *Exemples de résultats*

Matière	Hausse de la température	Résultat
Penthrite	Moins de 1,5 °C	–
RDX	Moins de 1,5 °C	–
TNT	Moins de 1,5 °C	–
Composition B, récupérée	Moins de 1,5 °C	–
Poudre double base sans fumée, 40 % nitroglycérine	Moins de 1,5 °C	–
Poudre noire	Moins de 1,5 °C	–
Styphnate de baryum	Moins de 1,5 °C	–
Propergol pour moteur-fusée (60-70 % Perchlorate d'ammonium, 5-16 % Al, 12-30 % liant)	Moins de 1,5 °C	–
Catalyseur contenant de l'acétylure de cuivre	Plus de 1,5 °C	+

Figure 13.6.2.1 : Bloc de chauffage de SBAT



(A) Bloc métallique

(B) Cartouches chauffantes

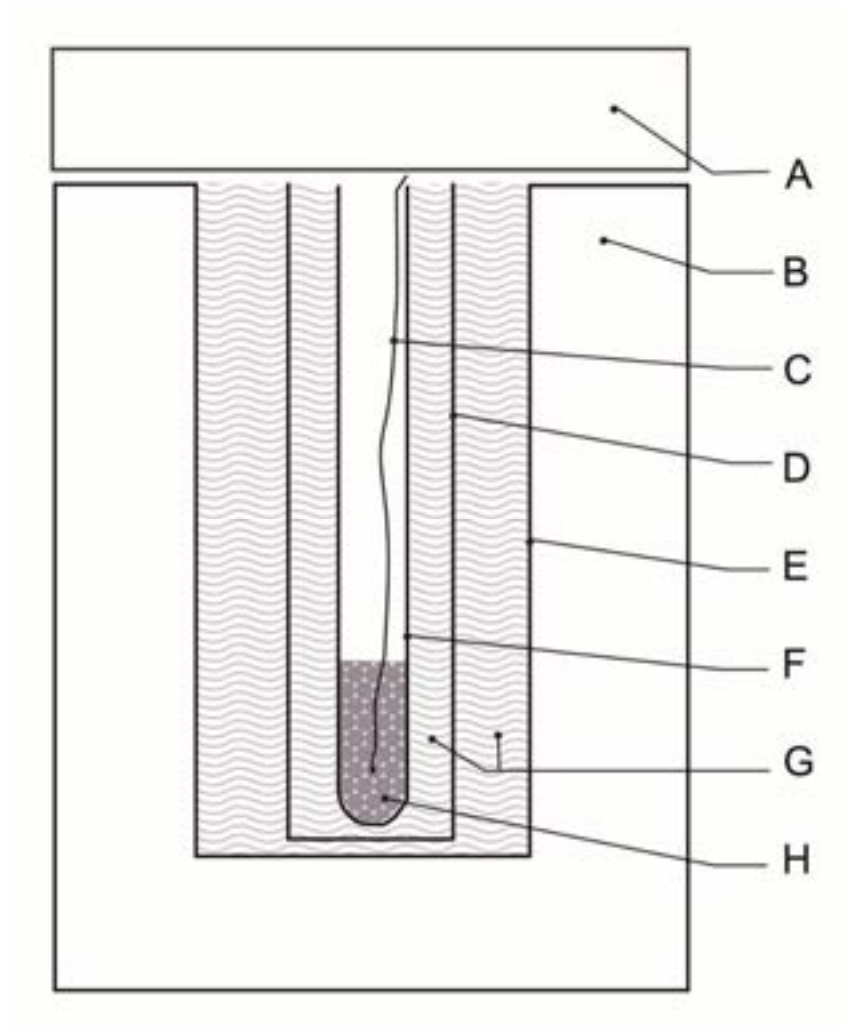
(C) Verrerie

(D) Réceptacle à échantillon

(E) Récipient à échantillon en verre

(F) Isolation

Figure 13.6.2.1 : Réceptacle de SBAT



-
- | | | | |
|-----|------------------------------------|-----|-----------------------------------|
| (A) | Couvercle ou couverture isolant(e) | (B) | Bloc métallique |
| (C) | Thermocouple | (D) | Verrerie |
| (E) | Réceptacle à échantillon | (F) | Réceptacle à échantillon en verre |
| (G) | Isolation | (H) | Échantillon |
-

13.7 Série 3, type d) : Dispositions d'épreuve

13.7.1 *Épreuve 3 d) : Épreuve de combustion à petite échelle*

Cette épreuve sert à déterminer la réaction d'une matière à l'inflammation.

13.7.1.1 *Appareillage et matériels*

13.7.1.1.1 Matières solides ou liquides

On doit disposer d'une quantité suffisante de sciure de bois imprégnée de kérosène (environ 100 g de sciure et 200 cm³ de kérosène) pour préparer un lit carré de 30 cm de côté et de 1,3 cm d'épaisseur. Pour les matières qui ne s'enflamment pas spontanément, l'épaisseur est portée à 2,5 cm. On doit aussi disposer d'un inflammateur électrique et d'un bécber à paroi mince d'une matière plastique compatible avec la matière à éprouver et de taille juste suffisante pour contenir l'échantillon.

13.7.1.1.2 Variante (matières solides seulement)

On doit disposer d'un chronomètre et d'une feuille de papier kraft de 30 cm × 30 cm, reposant sur une surface d'un matériau ininflammable. Pour la mise à feu, on utilise quelques grammes de poudre fine sans fumée et un dispositif d'inflammation approprié, selon les indications données dans le mode opératoire et le schéma de la figure 13.7.1.1.

13.7.1.2 *Mode opératoire*

13.7.1.2.1 Matières solides et liquides

On verse 10 g de matière dans le bécber. Le récipient et son contenu sont placés au centre d'un lit de sciure de bois imprégnée de kérosène ; on enflamme la sciure de bois avec l'inflammateur électrique. L'essai est exécuté deux fois avec 10 g de matière et deux fois avec 100 g, à moins qu'une explosion ne soit observée.

13.7.1.2.2 Variante (matières solides seulement)

On dépose un tas conique de matière explosible sur la feuille de papier kraft. (La hauteur du tas doit être égale à son rayon à la base.) On dépose également une traînée de poudre sans fumée tout autour du tas ; on met à feu celle-ci en deux points diagonalement opposés (voir la figure 13.7.1.1) au moyen d'un dispositif approprié d'inflammation commandé par une personne située à bonne distance. Le papier kraft est enflammé par la traînée de poudre et transmet la flamme à la matière à éprouver. L'essai est exécuté deux fois avec un échantillon de 10 g et deux fois avec un échantillon de 100 g, à moins qu'une explosion ne soit observée.

13.7.1.3 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Les effets sont observés visuellement et les résultats sont notés comme suit :

- a) « Pas d'inflammation » ;
- b) « Inflammation et combustion » ;
- c) « Explosion ».

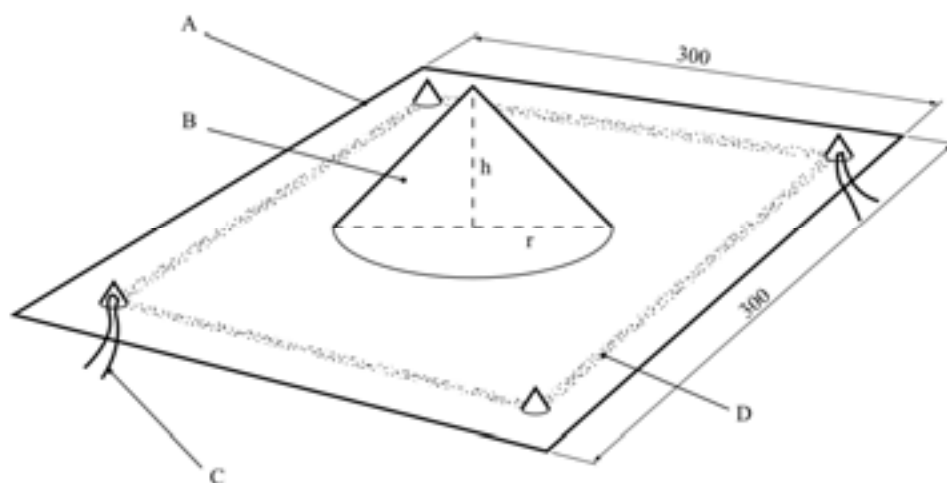
On peut noter la durée de la combustion ou le temps écoulé avant l'explosion à titre d'information supplémentaire.

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière est une matière explosible instable sous la forme éprouvée s'il y a explosion de l'échantillon lors d'un des essais. Autrement, on considère que le résultat est négatif (-).

13.7.1.4 *Exemples de résultats*

Matière	Observations	Résultat
Liquides		
Nitrométhane	Combustion	-
Matières solides, variante		
Dynamite-gomme A (NG 92 %, nitrate de cellulose 8 %)	Combustion	-
Pulvérisin	Combustion	-
Azoture de plomb	Explosion	+
Fulminate de mercure	Explosion	+

Figure 13.7.1.1 : Épreuve de combustion à petite échelle (pour matières solides)



-
- (A) Feuille de papier kraft
 - (B) Matière à éprouver
 - (C) Allumage par inflammateurs d'un petit tas de poudre sans fumée (en deux angles opposés)
 - (D) Traînée de poudre sans fumée
-

SECTION 14

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 4

14.1 Introduction

14.1.1 Les épreuves de la série 4 visent à répondre à la question « L'objet, l'objet emballé ou la matière emballée sont-ils trop dangereux pour être transportés ? » (case 16 de la figure 10.2). Les conditions rencontrées au cours du transport incluent les hautes températures et forts taux d'humidité, les basses températures, les vibrations, les chocs et les chutes. La série 4 comprend deux types d'épreuves :

- Type 4 a) épreuve de stabilité à la chaleur pour les objets ; et
- Type 4 b) épreuve pour déterminer le danger résultant d'une chute.

14.1.2 La réponse à la question de la case 16 est « oui » si l'on obtient un résultat positif (+) à l'une ou l'autre des épreuves types 4 a) ou 4 b).

14.2 Méthodes d'épreuve

Les méthodes d'épreuve de cette série actuellement utilisées sont énumérées au tableau 14.1.

Tableau 14.1 : Méthodes d'épreuve de la série 4

Code	Nom de l'épreuve	Section
4 a)	Épreuve de stabilité à la chaleur pour les objets non emballés et les objets emballés ^a	14.4.1
4 b) i)	Épreuve de chute dans un tube en acier pour les liquides ^a	14.5.1
4 b) ii)	Épreuve de chute d'une hauteur de douze mètres pour les objets non emballés, les objets emballés et les matières emballées ^a	14.5.2

^a Épreuve recommandée.

14.3 Conditions d'épreuve

14.3.1 Les épreuves sont exécutées sur la matière emballée, le ou les objets emballés, et l'objet non emballé s'il doit être transporté ainsi. L'unité minimale de taille acceptable pour une épreuve du type 4 a) est le plus petit colis utilisé ou l'objet individuel s'il est transporté non emballé. L'épreuve du type 4 b) i) doit être appliquée aux liquides homogènes et l'épreuve du type 4 b) ii) aux objets non emballés et emballés et aux matières emballées autres que les liquides homogènes.

14.4 Série 4, type a) : Dispositions d'épreuve

14.4.1 *Épreuve 4 a) : Épreuve de stabilité à la chaleur pour les objets non emballés et les objets emballés*

14.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à évaluer la stabilité thermique des objets et objets emballés lorsqu'ils sont soumis à des températures plus élevées que la normale, et à déterminer si le spécimen soumis à l'épreuve est trop dangereux pour être transporté. Le spécimen de taille minimale pour cette épreuve est le plus petit colis ou l'objet non emballé s'il est prévu de le transporter ainsi. On doit normalement soumettre à l'épreuve le colis tel qu'il doit être transporté. Si cela est impossible (parce que le colis est trop grand pour tenir dans l'étuve, par exemple), on doit utiliser un colis semblable, mais de plus petite dimension, qui doit être rempli du nombre maximum d'objets possible.

14.4.1.2 *Appareillage et matériels*

Pour cette épreuve, on doit disposer d'une étuve avec un ventilateur et une commande thermostatique permettant de maintenir la température à 75 ± 2 °C. L'étuve devrait de préférence être pourvue de deux thermostats ou d'un système de protection équivalent contre un échauffement excessif en cas de défaillance du thermostat. Le spécimen soumis à l'épreuve doit être muni d'un thermocouple relié à un enregistreur de température, pour permettre de détecter tout échauffement spontané.

14.4.1.3 *Mode opératoire*

Selon le spécimen soumis à l'épreuve, un thermocouple est placé soit sur l'enveloppe extérieure de l'objet non emballé, soit sur celle d'un objet situé près du centre du colis. Le thermocouple est relié à un enregistreur de température. Le spécimen d'épreuve (avec son thermocouple) est placé dans l'étuve, et maintenu à 75 °C pendant 48 h. On laisse ensuite refroidir l'étuve, puis on en extrait le spécimen pour l'inspecter. Les températures sont enregistrées et les effets tels que réaction, détérioration, exsudation, etc. sont notés.

14.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que l'objet, ou le ou les objets emballés sont trop dangereux pour être transportés :

- a) s'ils explosent ;
- b) s'ils s'enflamment ;
- c) si leur échauffement spontané dépasse 3 °C ;
- d) si l'enveloppe extérieure de l'objet ou l'emballage extérieur sont endommagés ; ou
- e) s'il est constaté une exsudation dangereuse, c'est-à-dire si de la matière explosible est visible à l'extérieur de l'objet.

On considère qu'il est négatif (-) s'il n'est pas observé d'effet extérieur, ni d'élévation de température dépassant 3 °C.

14.4.1.5 *Exemples de résultats*

Objet	Résultat
Fontaine cylindrique	-
Inflamateur électrique à retard	-
Artifice de signalisation à main	-
Pétard pour chemins de fer	-
Chandelle romaine	-
Amorce de sûreté	-
Torche éclairante de signalisation	-
Munition pour arme de petit calibre	-
Chandelle fumigène	-
Grenade fumigène	-
Boîte fumigène	-
Artifice de signalisation fumigène	-

14.5 Série 4, type b) : Dispositions d'épreuve**14.5.1 Épreuve 4 b) i) : Épreuve de chute dans un tube en acier pour les liquides****14.5.1.1 Introduction**

Cette épreuve sert à déterminer si un liquide énergétique homogène contenu dans un tube fermé en acier a un comportement explosif lorsqu'il tombe d'une certaine hauteur sur une enclume en acier.

14.5.1.2 Appareillage et matériels

On utilise un tube en acier (type A37) de 33 mm de diamètre intérieur, de 42 mm de diamètre extérieur et de 500 mm de long (voir la figure 14.5.1.1). Le tube est rempli de liquide et fermé à son extrémité supérieure par un bouchon fileté en fonte avec interposition de bande téflon. Le bouchon est percé axialement d'un trou de remplissage de 8 mm, qui est obturé par un bouchon en plastique.

14.5.1.3 Mode opératoire

La température et la masse volumique du liquide doivent être notées. Une heure au plus avant l'essai, le liquide est agité pendant 10 s. La hauteur de chute peut varier par palier de 0,25 m jusqu'à un maximum de 5 m. L'objet de l'essai est de déterminer la hauteur maximale à laquelle il n'y ait pas détonation. Pendant la chute, le tube doit rester en position verticale. On doit noter si l'un des effets suivants se produit, et à quelle hauteur :

- a) Détonation avec fragmentation du tube ;
- b) Réaction causant l'éclatement du tube ;
- c) Absence de réaction et dégâts négligeables au tube.

14.5.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

S'il y a détonation pour une hauteur de chute égale ou inférieure à 5 m, on considère que le résultat est positif (+) et que le liquide est trop dangereux pour être transporté.

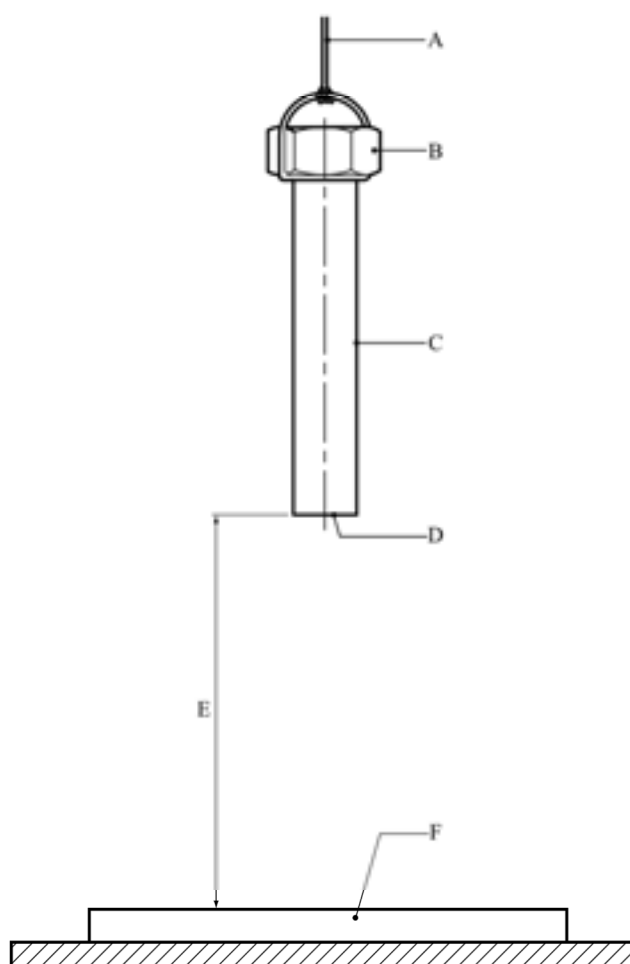
S'il y a réaction locale sans détonation pour une hauteur de chute de 5 m, on considère que le résultat est négatif (-), mais qu'un emballage métallique ne devrait pas être utilisé à moins qu'il ne soit démontré à l'autorité compétente que cela ne présente pas de danger pour le transport.

S'il ne se produit pas de réaction pour une hauteur de chute de 5 m, on considère que le résultat d'épreuve est négatif (-) et que le liquide peut être transporté dans tout type d'emballage convenant pour les matières de ce genre.

14.5.1.5 Exemples de résultats

Liquide	Température (°C)	Hauteur de chute causant la détonation (m)	Résultat
Nitroglycérine	15	< 0,25	+
Nitroglycérine/triacétine/2 NDPA (78/21/1)	14	1,00	+
Nitrométhane	15	> 5,00	-
Dinitrate de triéthylèneglycol	13	> 5,00	-

Figure 14.5.1.1 : Épreuve de chute dans un tube en acier pour les liquides



(A)	Fil fusible de largage	(B)	Bouchon fileté en fonte
(C)	Tube en acier sans soudure	(D)	Fond en acier soudé (de 4 mm d'épaisseur)
(E)	Hauteur de chute (variable de 0,25 à 5,00 m)	(F)	Enclume en acier (de 1 m × 0,50 m × 0,15 m)

14.5.2 *Épreuve 4 b) ii) : Épreuve de chute de 12 mètres pour les objets non emballés et les objets et matières emballés*

14.5.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer si un spécimen d'épreuve (objet, objet(s) emballé(s) ou matières emballées (autre qu'un liquide homogène)) peut supporter une chute d'une grande hauteur sans qu'il y ait de danger notable d'incendie ou d'explosion. Elle n'a pas pour objet d'évaluer la résistance aux chocs du colis.

14.5.2.2 *Appareillage et matériels*

14.5.2.2.1 *Aire d'impact*

L'aire d'impact est une plaque massive ayant une surface relativement lisse. On peut par exemple utiliser à cette fin : une plaque en acier d'au moins 75 mm d'épaisseur et d'au moins 200 de dureté Brinell, reposant de manière stable sur un socle en béton épais d'au moins 600 mm d'épaisseur. La longueur et la largeur de l'aire d'impact doivent être d'au moins une fois et demie les dimensions de l'article soumis à l'épreuve.

14.5.2.2.2 *Autre matériel*

Un appareil d'enregistrement photographique ou vidéo doit être utilisé pour le contrôle de la position angulaire du spécimen lors de l'impact et des résultats de celui-ci. Si cette position angulaire est susceptible de jouer un rôle déterminant, le laboratoire d'essai peut utiliser des accessoires pour maintenir le spécimen dans la position souhaitée. Ces accessoires ne doivent pas sensiblement freiner la chute, ni empêcher l'objet de rebondir après le choc.

14.5.2.2.3 *Lestage*

Dans certains cas, une partie des objets explosibles contenus dans un colis peut être remplacée pour l'essai par des objets inertes. Ceux-ci devraient avoir la même masse et le même volume que les objets qu'ils remplacent. Les objets explosibles restants devraient être placés dans la position où ils ont les plus grandes chances de fonctionner lors du choc. Si par contre l'essai concerne une matière emballée, il n'est pas admis que celle-ci soit remplacée partiellement par une matière inerte.

14.5.2.3 *Mode opératoire*

Le spécimen d'épreuve doit tomber d'une hauteur de 12 m, mesurée entre le point le plus bas de celui-ci et l'aire d'impact. ***Pour des raisons de sécurité on doit respecter un délai, prescrit par le laboratoire d'essai, avant d'inspecter le colis, même s'il n'y a aucun signe visible d'amorçage ou d'inflammation lors de l'impact.*** Ce délai écoulé, on peut examiner ce spécimen pour déterminer s'il y a eu inflammation ou amorçage. Trois essais sont exécutés sur la matière ou l'objet emballés, à moins qu'un effet déterminant (inflammation ou explosion) ne soit obtenu dès le premier ou le deuxième. Toutefois, chaque spécimen ne subit qu'une chute. Des renseignements détaillés sur l'emballage et des commentaires doivent être donnés. Les données enregistrées devraient inclure des photographies et des informations sur les signes visibles et audibles de réaction, le moment où la réaction s'est produite, et l'intensité des effets tel que détonation en masse ou déflagration. Des renseignements doivent aussi être donnés sur la position angulaire du spécimen lors du choc. Une rupture éventuelle de l'emballage peut être signalée ; elle n'a cependant pas d'incidence sur les résultats de l'essai.

14.5.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière emballée ou le ou les objets emballés sont trop dangereux pour être transportés si le choc cause une inflammation ou une explosion. Par contre, une simple rupture de l'emballage, ou même de l'enveloppe de l'objet, n'est pas considérée comme un résultat positif. Le résultat est négatif (-) s'il n'y a inflammation ou explosion lors d'aucun des trois essais.

14.5.2.5 *Exemples de résultats*

Matière ou objet(s)	Nombre de chutes	Observations	Résultat
Cartouches pour cisailles pyrotechniques, dans une caisse en métal contenant deux dispositifs	3	pas de réaction	-
Amorces moulées (27,2 kg)	3	pas de réaction	-
Propergol solide CBI de 7,11 mm de diamètre (36,3 kg)	3	pas de réaction	-
Composant (d'un projectile) contenant détonateur/amorce/fusée	1	inflammation	+
Dynamite plastique ammoniée (22,7 kg)	3	pas de réaction	-
Dynamite ammoniée à 40 % de NG (22,7 kg)	3	pas de réaction	-
Dynamite simple à 60 % de NG (22,7 kg)	3	pas de réaction	-
Dynamite simple de terrassement à 50 % de NF (22,7 kg)	3	pas de réaction	-
Générateur de gaz propulsif (61,7 kg de masse nette) dans un récipient en aluminium	3	pas de réaction	-
Dispositifs pour tirs de démolition, dans une caisse en bois contenant 20 dispositifs emballés individuellement	3	pas de réaction	-

SECTION 15

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 5

15.1 Introduction

15.1.1 À la question « S'agit-il d'une matière explosible très peu sensible présentant un danger d'explosion en masse ? » (case 21 de la figure 10.3), on répond d'après les résultats de trois types d'épreuve de la série 5. Cette série comprend les types d'épreuves ci-après :

- Type 5 a) épreuve d'excitation par onde de choc pour déterminer la sensibilité à une sollicitation mécanique intense ;
- Type 5 b) épreuves thermiques en vue de déterminer l'aptitude au passage de la déflagration à la détonation ;
- Type 5 c) épreuve pour déterminer si une matière explose lorsqu'elle est soumise en grande quantité à un feu intense.

15.1.2 La réponse à la question de la case 21 est « non » si un résultat positif (+) est obtenu lors de l'un des trois types d'épreuve. Une matière examinée en vue de son classement éventuel dans la division 1.5 doit donc obtenir un résultat négatif à une épreuve de chaque type.

15.2 Méthodes d'épreuve

Les méthodes d'épreuve de cette série actuellement utilisées sont énumérées au tableau 15.1.

Tableau 15.1 : Méthodes d'épreuve de la série 5

Code	Nom de l'épreuve	Section
5 a)	Épreuve de sensibilité à l'amorce ^a	15.4.1
5 b) i)	Épreuve de passage de la déflagration à la détonation de la France	15.5.1
5 b) ii)	Épreuve de passage de la déflagration à la détonation des États-Unis ^a	15.5.2
5 b) iii)	Épreuve de passage de la déflagration à la détonation	15.5.3
5 c)	Épreuve du feu extérieur pour matières de la division 1.5 ^a	15.6.1

^a *Épreuve recommandée.*

Une épreuve de chaque type doit être exécutée.

15.3 Conditions d'épreuve

15.3.1 Étant donné l'effet important de la densité de la matière sur le résultat des épreuves du type 5 a) et 5 b), la densité des matières éprouvées doit être déterminée. La masse nette et la masse volumique de l'échantillon doivent être enregistrées dans tous les cas.

15.3.2 Les épreuves devraient être exécutées à la température ambiante sauf si la matière est susceptible de rencontrer des conditions susceptibles de modifier son état physique ou sa densité.

15.4 Série 5, type a) : Dispositions d'épreuve

15.4.1 Épreuve 5 a) : Épreuve de sensibilité à l'amorce

15.4.1.1 Introduction

L'épreuve sert à déterminer la sensibilité d'une matière à un stimulus mécanique intense.

15.4.1.2 Appareillage et matériels

Le dispositif d'essai est représenté sur les figures 15.4.1.1 et 15.4.1.2. Il est constitué d'un tube en carton de 80 mm de diamètre minimal, de 160 mm de longueur minimale, et de 1,5 mm d'épaisseur maximale de paroi. Le stimulus mécanique intense est fourni par un détonateur normalisé (voir l'appendice 1) introduit en position centrale au sommet de la charge de matière contenue dans le tube, sur une profondeur égale à sa longueur. Le tube porte-échantillon est posé sur un témoin qui est constitué d'une plaque en acier de forme carrée de 160 mm de côté et de 1,0 mm d'épaisseur posée sur une entretoise annulaire de 50 mm de hauteur, de 100 mm de diamètre intérieur et de 3,5 mm d'épaisseur de paroi (voir la figure 15.4.1.1). On peut aussi utiliser un cylindre de plomb doux de 51 mm de diamètre et de 102 mm de longueur (voir la figure 15.4.1.2). L'ensemble du dispositif d'essai précité est placé sur une plaque en acier de forme carrée de 152 mm de côté et de 25 mm d'épaisseur.

15.4.1.3 Mode opératoire

La matière est chargée dans le tube en trois portions égales. Pour les matières granulaires s'écoulant librement, on tasse l'échantillon en laissant tomber le tube verticalement sur son fond d'une hauteur de 50 mm après avoir versé chaque portion. Pour les matières géliformes, on doit effectuer le chargement de manière soignée afin d'éviter tout vide. Pour les explosifs à haute densité en cartouche d'un diamètre supérieur à 80 mm, on utilise pour l'épreuve une portion d'au moins 160 mm de long découpée dans la cartouche. Dans ce cas, le détonateur est introduit à l'extrémité de la cartouche demeurée intacte. Les matières explosibles dont la sensibilité pourrait dépendre de la température doivent être entreposées avant l'épreuve, pendant 30 h au moins à une température de 28 à 30 °C. Les matières explosibles contenant des granulés de nitrate d'ammonium qui pourraient être soumises à une forte température ambiante doivent subir avant l'essai un conditionnement thermique selon le cycle suivant : 25 °C → 40 °C → 25 °C → 40 °C → 25 °C. Le tube est posé sur la plaque témoin et le montage est placé sur la plaque d'embase en acier. On met à feu le détonateur depuis un endroit abrité. Après le tir on examine la plaque témoin. On exécute trois essais à moins qu'il n'y ait détonation au premier ou au deuxième.

15.4.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière ne doit pas être classée dans la division 1.5 si, lors d'un essai au moins :

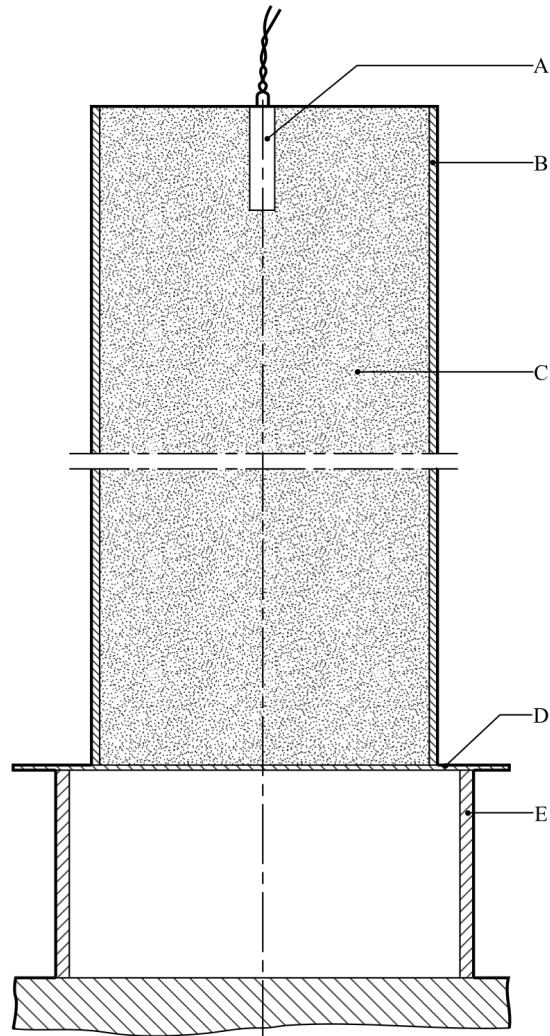
- a) La plaque témoin est arrachée ou perforée d'une autre manière (si l'on peut voir le jour à travers la plaque) - des renflements, fissures ou plis dans la plaque-témoin n'indiquent pas qu'il y a sensibilité à l'amorce ; ou
- b) Le centre du cylindre de plomb est comprimé d'une longueur de 3,2 mm ou plus par rapport à sa longueur initiale.

Autrement, on considère que le résultat est négatif (-).

15.4.1.5 *Exemples de résultats*

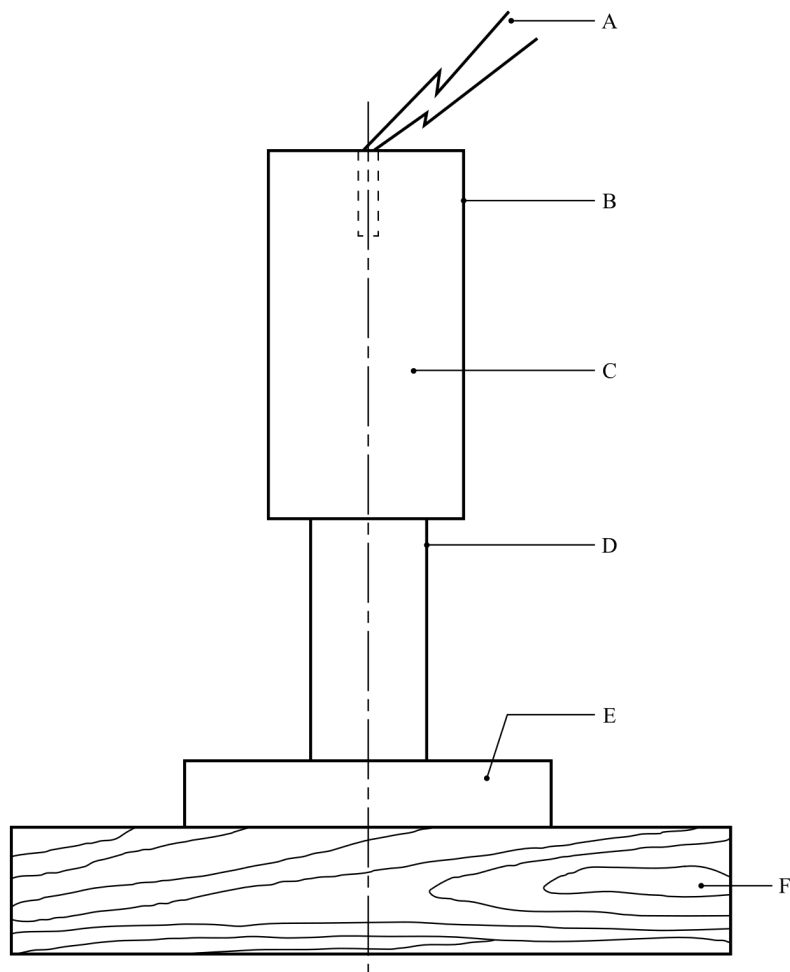
Matière	Masse volumique (kg/m³)	Observations	Résultat
Nitrate d'ammonium (granulés) + fioul	840 – 900	D'origine	-
	750 – 760	Deux cycles de température	+
Nitrate d'ammonium + TNT + matière combustible	1 030 – 1 070	D'origine	+
Nitrate d'ammonium (perles) + DNT (en surface)	820 – 830	D'origine	-
	800 – 830	30 h à 40 °C	+
Nitrate d'ammonium + DNT + matière combustible	970 – 1 030	D'origine	-
	780 – 960	D'origine	+
Nitrate d'ammonium + matière combustible	840 – 950	D'origine	-
	620 – 840	D'origine	+
Nitrate d'ammonium + nitrate alcalin + nitrate alcalino-terreux + aluminium + eau + matière combustible	1 300 – 1 450	D'origine	-
	1 130 – 1 220	D'origine	+
Nitrate d'ammonium + nitrate alcalin + TNT + aluminium + eau + matière combustible	1 500	D'origine	-
	1 130 – 1 220	D'origine	+
AN en granulés/méthanol (90/10)			-
Nitrate d'ammonium/nitrométhane, (87/13)			+
ANFO (94/6), granulés			-
ANFO (94/6), 200 µm			+
TNT (granulés)			+

Figure 15.4.1.1 : Épreuve de sensibilité à l'amorce (avec plaque témoin en acier)



(A)	Détonateur	(B)	Tube en carton à enroulement oblique
(C)	Matière à éprouver	(D)	Plaque témoin en acier doux
(E)	Entretoise annulaire en acier		

Figure 15.4.1.2 : Épreuve de sensibilité à l'amorce (avec cylindre témoin en plomb)



(A)	Détonateur électrique	(B)	Tube en carton
(C)	Matière à éprouver	(D)	Cylindre en plomb
(E)	Plaque en acier	(F)	Bloc en bois

15.5 Série 5, type b) : Dispositions d'épreuve**15.5.1 Épreuve 5 b) i) : Épreuve de passage de la déflagration à la détonation de la France****15.5.1.1 Introduction**

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à passer de la déflagration à la détonation.

15.5.1.2 Appareillage et matériels

Le dispositif est constitué d'un tube d'acier sans soudure (type A37) de 40,2 mm de diamètre intérieur, de 4,05 mm d'épaisseur de paroi et de 1 200 mm de longueur. Il doit avoir une résistance statique à la pression de 74,5 MPa. Le tube est fermé par deux bouchons filetés, et il est muni dans sa longueur d'une sonde de mesure de la vitesse de propagation de l'onde de choc (voir la figure 15.5.1.1). Il est posé horizontalement sur une plaque témoin en plomb de 30 mm d'épaisseur. La mise à feu de la matière est effectuée au moyen d'un fil chauffant au Ni/Cr (80/20) de 0,4 mm de diamètre et 15 mm de long, placé à une extrémité du tube.

15.5.1.3 Mode opératoire

La matière d'épreuve est chargée dans le tube et tassée manuellement. La température, la masse volumique et la teneur en eau de la matière doivent être enregistrées. On applique au fil d'allumage un courant de 8 A au maximum pendant une durée maximale de 3 min, pour enflammer la matière. On exécute trois essais à moins qu'il n'y ait passage de la déflagration à la détonation dès le premier ou le deuxième (ce qui ressort de l'empreinte de compression sur la plaque témoin en plomb ou de la vitesse de propagation mesurée).

15.5.1.4 Critères d'épreuves et méthodes d'évaluation des résultats

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière est à exclure de la division 1.5 si lors d'un essai quelconque il y a détonation. Pour en juger, on se fonde sur les critères suivants :

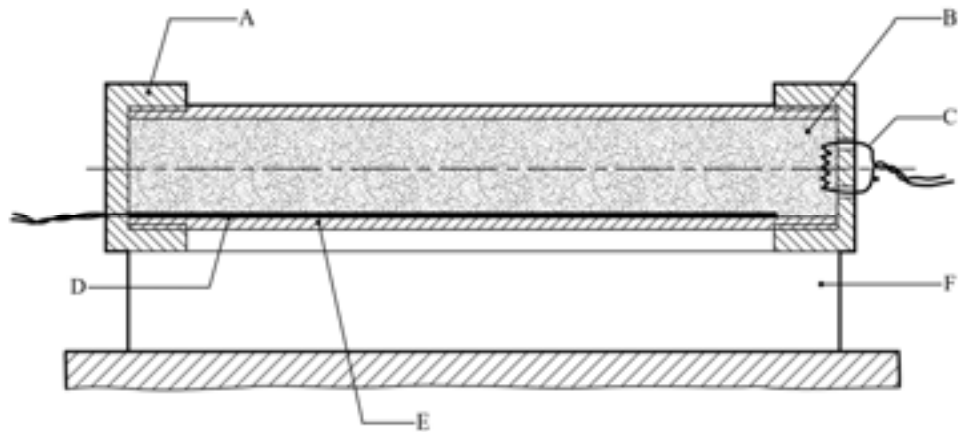
- a) La plaque témoin en plomb porte une empreinte de compression typique d'une réaction détonante ;
- b) La vitesse de propagation mesurée est supérieure à la vitesse du son dans la matière et constante dans la partie du tube la plus éloignée de l'amorce.

On doit noter la longueur parcourue avant détonation et la vitesse de propagation mesurée. On considère que le résultat est négatif (-) si la plaque témoin ne montre pas d'empreinte de compression et si la vitesse de propagation, au cas où elle est mesurée, est inférieure à la vitesse du son dans la matière.

15.5.1.5 Exemples de résultats

Matière	Masse volumique (kg/m³)	Résultat
Gel aluminisé (sels oxydants 62,5 %, Al 15 %, autres combustibles 15 %)	1 360	-
ANFO (granulométrie du nitrate d'ammonium 0,85 mm, rétention du fioul 15 %)	860	-
Dynamite plastique (NG/dinitrate d'éthylèneglycol 40 %, NA 48 %, AL 8 %, NC)	1 450	+
Dynamite-guhr (NG 60 %, guhr 40 %)	820	+
Explosif en bouillie sensibilisé	1 570	-

Figure 15.5.1.1 : Épreuve de passage de la déflagration à la détonation de la France



(A)	Bouchons filetés en fonte	(B)	Matière à éprouver
(C)	Fil de mise à feu	(D)	Sonde de vitesse de propagation
(E)	Tube d'acier sans soudure	(F)	Plaque témoin en plomb

15.5.2 *Épreuve 5 b) ii) : Épreuve de passage de la déflagration à la détonation des États-unis*

15.5.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à passer de la déflagration à la détonation.

15.5.2.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est représenté à la figure 15.5.2.1. Un échantillon de matière est placé dans un tube d'acier au carbone (A53 qualité B) de 74 mm de diamètre intérieur et de 7,6 mm d'épaisseur de paroi (« 3 inch schedule 80 ») long de 457 mm, fermé à une extrémité par un bouchon en acier forgé (type « 3 000 lb ») et à l'autre par une plaque témoin carrée de 13 cm de côté en acier doux de 8 mm d'épaisseur, soudée au tube. Un allumeur, contenant 5 g de poudre noire (traversant à 100 % la maille No 20 de 0,84 mm et retenue à 100 % par la maille No 50 de 0,297 mm) est placée au centre du tube. Il est constitué d'un étui cylindrique de 21 mm de diamètre en acétate de cellulose de 0,54 mm d'épaisseur, maintenue par deux couches de bande d'acétate renforcée de filament nylon. La longueur de la capsule est d'environ 1,6 cm pour l'allumeur de 5 g. L'étui contient une boucle d'allumage formée de 25 mm de fil résistant en nickel-chrome de 0,30 mm de diamètre, ayant une résistance électrique de 0,343 ohms. Cette boucle est reliée à deux fils de cuivre étamé isolés de 0,66 mm de diamètre (diamètre extérieur avec gaine de 1,27 mm). Les fils passent par deux petits trous percés dans la paroi du tube, l'étanchéité étant assurée par la résine époxyde.

15.5.2.3 *Mode opératoire*

On charge la matière dans le tube à la température ambiante, jusqu'à une hauteur de 23 cm, on introduit l'allumeur au centre du tube (les fils doivent passer par les trous de la paroi) et on scelle les trous à la résine époxyde après avoir tendu les fils. On charge ensuite le reste de l'échantillon et on visse le bouchon du haut. Pour les matières gélatineuses, la densité de remplissage doit être aussi proche que possible de la densité normale de transport. Pour les matières sous forme granulaire, on tasse la matière à la densité voulue par petits chocs répétés contre une surface dure. L'allumeur est mis à feu avec un courant de 15 A/20 V alternatif. On exécute trois essais, à moins que le passage de la déflagration à la détonation ne se produise lors du premier ou du deuxième.

15.5.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

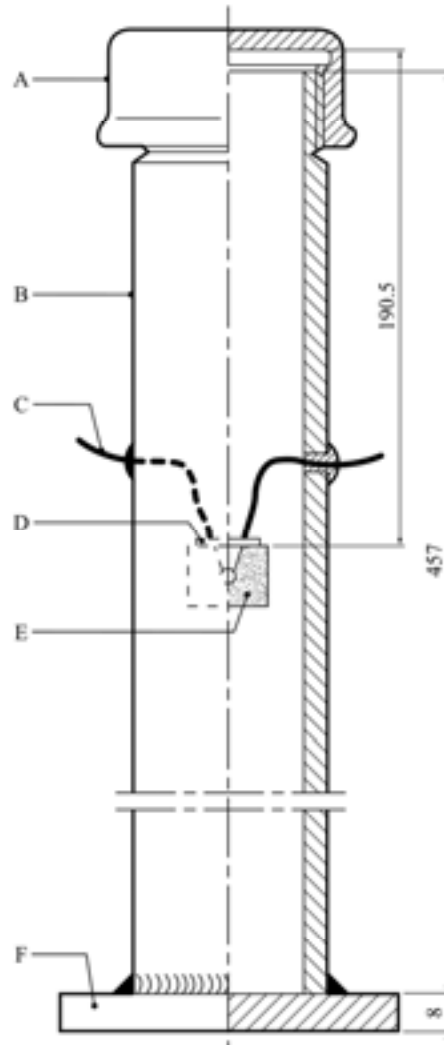
On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière doit être exclue de la division 1.5 si la plaque témoin est perforée. Dans le cas contraire, le résultat est négatif (-).

15.5.2.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Résultat
Nitrate d'ammonium/fioul (94/6)	795	-
Perchlorate d'ammonium (200 µm) ^a	1 145	-
Explosif de mine ANFO (avec additif combustible à basse densité)	793	+
Explosif de mine en émulsion (sensibilité aux microsphérules)	1 166	-
Explosif de mine en émulsion (sensibilité à la nitrocellulose)	1 269	-
Explosif de mine en émulsion (sensibilité à l'huile)	1 339	-
Dynamite NG ^a	900	+
Penthrite (mouillé avec 25 % d'eau) ^a	1 033	+

^a *Matières éprouvées à des fins d'étalonnage et non pas en vue d'un classement dans la division 1.5.*

Figure 15.5.2.1 : Épreuve de passage de la deflagration à la detonation des États-Unis



(A)	Bouchon en acier forgé	(B)	Tube en acier
(C)	Fil de mise à feu	(D)	Joint d'étanchéité
(E)	Allumeur	(F)	Plaque témoin

15.5.3 Épreuve 5 b) iii) : Épreuve de passage de la déflagration à la détonation**15.5.3.1 Introduction**

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à passer de la déflagration à la détonation.

15.5.3.2 Appareillage et matériels

On utilise un tube en acier de 40 mm de diamètre intérieur, de 10 mm d'épaisseur de paroi et de 1 000 mm de longueur. Le tube (voir la figure 15.5.3.1) a une résistance à la pression de 130 MPa. Une de ses extrémités est fermée par un bouchon fileté en métal ou par un autre système de fermeture tel que boulon ou fond soudé. Cette fermeture doit avoir une résistance au moins égale à la résistance de rupture du tube. Un logement fileté pour l'allumeur est aménagé dans la paroi du tube à 100 mm du bouchon. L'allumeur est constitué par un étui en acier doux, contenant de la poudre noire et muni d'une amorce électrique. Après avoir vérifié la conductivité de cette dernière avec un appareil spécial ou un ohmmètre, on charge $3 \pm 0,01$ g de poudre noire (SGP No 1) dans l'étui et on ferme l'extrémité supérieure de celui-ci avec de la bande adhésive en plastique.

15.5.3.3 Mode opératoire

La matière est chargée dans le tube à sa densité normale en vrac. L'extrémité d'un morceau de cordeau détonant (chargé à 12 g/m) de 10 m de long, est introduite dans la matière à l'extrémité ouverte du tube sur une profondeur de 100 mm ; le tube est alors fermé avec de la bande adhésive en plastique. Le tube chargé est posé horizontalement sur une plaque d'acier. L'extrémité libre du cordeau détonant est fixée à une plaque d'aluminium de 200 mm de long, de 50 mm de large et de 2 à 3 mm d'épaisseur (figure 15.5.3.1). On visse l'allumeur dans la paroi du tube, en s'assurant que le filetage ne contient pas de matière explosible, et on le raccorde à la ligne de tir. On procède alors à la mise à feu. Après le tir on inspecte le tube. On note en particulier le caractère de la rupture du tube (renflement, éclatement en gros morceaux, fragmentation en petits morceaux), la présence ou l'absence de matière n'ayant pas réagi et la présence ou l'absence de traces laissées par le cordeau détonant sur la plaque témoin. On exécute trois essais, à moins qu'il n'y ait passage de la déflagration à la détonation lors du premier ou du deuxième.

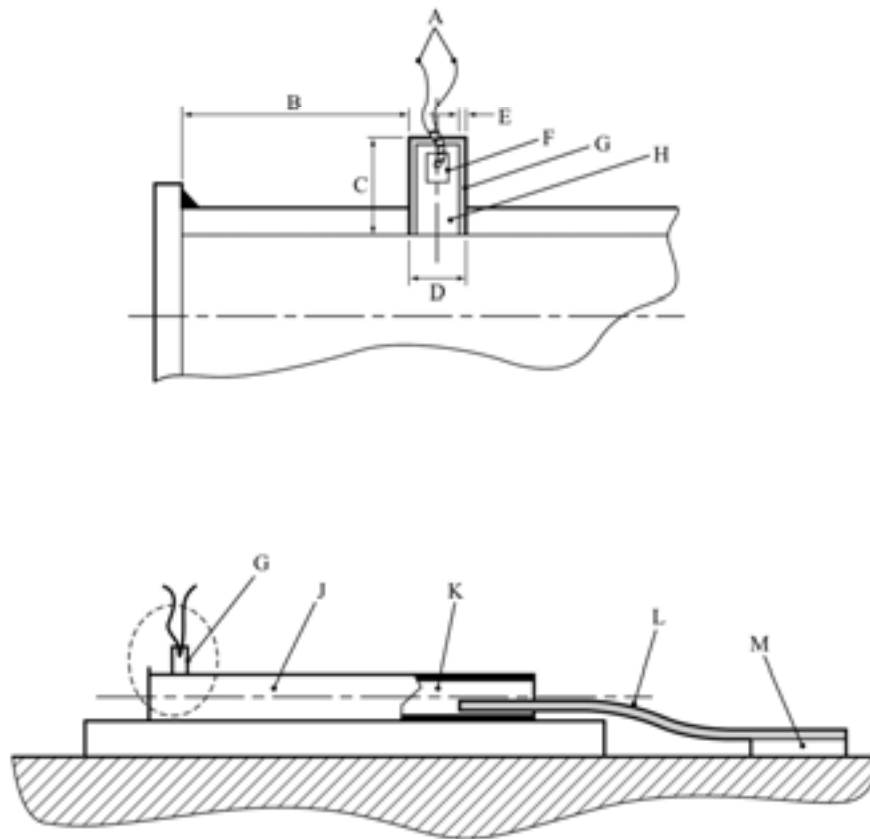
15.5.3.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Pour l'évaluation des résultats on se fonde sur le caractère de la rupture du tube ou l'explosion du cordeau détonant. On considère que le résultat est positif (+) et que la matière doit être exclue de la division 1.5 s'il y a fragmentation du tube. On considère qu'il est négatif (-) si ce n'est pas le cas.

15.5.3.5 Exemples de résultats

Matière (à 20 °C)	Masse volumique (kg/m³)	Résultat
Ammonal (nitrate d'ammonium 80,5 %, trotyl 15 %, aluminium 4,5 %) (poudre)	1 000	-
Ammonal détonant No 1 (nitrate d'ammonium 66 %, hexogène 24 %, aluminium 5 %)	1 100	+
Ammonite 6Zhv (nitrate d'ammonium 79 %, trotyl 21 %) (poudre)	1 000	-
Granulite AS-4 (nitrate d'ammonium 91,8 %, fioul 4,2 %, aluminium 4 %)	1 000 (1 600)	-
Granulite ASR-8 (nitrate d'ammonium 70 %, nitrate de sodium 4,2 %, aluminium 8 %, fioul 2 %)	1 000 (1 600)	-
Perchlorate d'ammonium	1 100	-
Perchlorate d'ammonium plus 1,5 % d'additifs combustibles	1 100	+

Figure 15.5.3.1 : Épreuve de passage de la déflagration à la détonation



(A)	Fils de mise à feu	(B)	Distance entre l'allumeur et l'extrémité du tube (100 mm)
(C)	Longueur de l'allumeur (40 mm)	(D)	Diamètre extérieur de l'allumeur (16 mm)
(E)	Épaisseur de l'étui de l'allumeur (1 mm)	(F)	Amorce électrique
(G)	Allumeur	(H)	Poudre noire
(J)	Tube d'acier sans soudure bouché à une extrémité	(K)	Matière à éprouver
(L)	Cordeau détonant	(M)	Plaque témoin en aluminium

15.6 Série 5, type c) : Dispositions d'épreuve

15.6.1 Épreuve 5 c) : Épreuve du feu extérieur (brasier) pour matières de la division 1.5

15.6.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à déterminer si une matière, telle qu'elle est emballée pour le transport, peut exploser lorsqu'elle est exposée à un incendie.

15.6.1.2 Appareillage et matériels

On doit disposer du matériel suivant :

- a) Un colis (ou plusieurs colis) de matière explosible dans l'état et sous la forme où elle se présente pour le classement. Le volume total du ou des colis à éprouver ne doit pas être inférieur à 0,15 m³, mais il n'est pas nécessaire que la quantité nette de matière explosible dépasse 200 kg ;
- b) Une grille métallique pour soutenir les produits au-dessus du feu dans une position permettant un chauffage efficace. Si l'on utilise un feu de lattes de bois entrecroisées, la grille doit être située à 1,0 m au-dessus du sol ; si l'on utilise un feu d'hydrocarbure liquide la grille doit être située à 0,5 m au-dessus du sol ;
- c) Du feuillard ou du fil de fer pour assujettir ensemble, si nécessaire, les colis sur la grille ;
- d) Assez de combustible pour entretenir un feu pendant au moins 30 minutes ou pendant une durée largement suffisante pour faire réagir la matière ;
- e) Des moyens d'allumage permettant d'enflammer le combustible sur au moins deux côtés : pour un feu de lattes de bois, par exemple, on utilisera du kérosène pour imprégner le bois et un allumeur pyrotechnique avec des copeaux de bois ;
- f) Des caméras cinématographiques ou vidéo pour l'enregistrement en couleur des événements, ayant de préférence une vitesse rapide et une vitesse normale.

15.6.1.3 Mode opératoire

15.6.1.3.1 Les colis, dans l'état et sous la forme où ils sont présentés au transport, sont disposés en nombre voulu sur la grille, le plus près possible les uns des autres. Si nécessaire ils doivent être assujettis avec du feuillard d'acier pour les maintenir groupés pendant l'essai. Le combustible est placé sous la grille de telle manière que les colis soient enveloppés par les flammes. Il peut être nécessaire de prendre des mesures pour protéger le feu des effets du vent qui risquent d'entraîner des pertes de chaleur. Diverses méthodes peuvent être utilisées pour le chauffage : pile de lattes de bois entrecroisées, feu de combustible liquide, brûleurs à propane, par exemple.

15.6.1.3.2 La méthode recommandée est toutefois celle du feu de bois qui offre divers avantages : rapport air/combustible équilibré évitant le dégagement de fumées pouvant gêner l'observation, combustion d'une intensité suffisante et d'une durée permettant de faire réagir de nombreuses matières explosibles emballées dans un délai de 10 à 30 minutes. Ce feu peut par exemple être constitué de lattes de bois séchées à l'air (de section carrée d'environ 50 mm de côté), empilées en position entrecroisée sous la grille (hauteur : 1,0 m par rapport au sol) et montant jusqu'à la base de la grille qui porte les colis. La pile de bois doit s'étendre au-delà des colis jusqu'à au moins 1,0 m dans chaque direction et l'écart entre lattes devrait être d'environ 100 mm. On doit disposer d'assez de combustible pour alimenter le feu pendant au moins 30 minutes ou pendant une durée largement suffisante pour faire réagir la matière.

15.6.1.3.3 On peut également utiliser pour le chauffage un récipient rempli d'un combustible liquide, ou une combinaison de combustible liquide et de bois, ou encore un système de chauffage à gaz, pour autant que les conditions d'essai soient aussi rigoureuses. Si l'on utilise un feu de combustible liquide, le récipient doit s'étendre au-delà du pourtour des colis jusqu'à au moins 1,0 m dans chaque direction. La distance verticale entre la grille et le récipient doit être d'environ 0,5 m. Avant de recourir à cette méthode, on doit cependant

s'assurer qu'il ne risque pas de se produire un effet d'extinction ou des réactions indésirables entre matières explosibles et combustible liquide, qui puissent remettre en cause les résultats de l'essai. Si l'on utilise un feu de gaz, la grille doit être placée à une hauteur telle au-dessus du brûleur que les colis soient entourés par les flammes.

15.6.1.3.4 Le système d'allumage est mis en place et le combustible est enflammé simultanément de deux côtés, dont l'un doit être le côté au vent. Les essais ne doivent pas être exécutés par vent de vitesse dépassant 6 m/s. ***Un délai de sécurité suffisant, prescrit par l'organisme responsable des épreuves, doit être observé après l'extinction du feu.***

15.6.1.3.5 Des observations visant à constater les signes d'explosion tels que bruit violent ou projections de fragments depuis le feu, sont effectuées.

15.6.1.3.6 L'essai est normalement exécuté une seule fois. Cependant si à la fin de l'essai le bois ou tout autre combustible utilisé est épuisé alors qu'il reste une quantité appréciable de matière explosible non consommée dans le feu ou à proximité, l'essai doit être exécuté une nouvelle fois avec une plus grande quantité de combustible ou une méthode différente, de manière à accroître l'intensité et/ou la durée du feu. Si les résultats de l'essai ne permettent pas de déterminer avec précision la division de danger, un nouvel essai doit être exécuté.

15.6.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Si une matière explose lors de cette épreuve, on considère que le résultat est positif (+) et qu'elle ne doit pas être classée dans la division 1.5.

15.6.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Résultat
ANFO	-
ANFO (avec 6 % de poudre d'aluminium)	-
ANFO (avec 6 % de matériaux combustibles)	-
ANFO en émulsion (avec 1 % de microsphérules)	-
ANFO en émulsion (avec 3,4 % de microsphérules)	-

SECTION 16

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 6

16.1 Introduction

16.1.1 On se fonde sur les résultats de quatre types d'épreuves de la série 6 pour déterminer laquelle des divisions 1.1, 1.2, 1.3 et 1.4 correspond le mieux au comportement d'un produit, lorsque celui-ci est exposé à un feu d'origine interne ou externe, ou à une explosion d'origine externe (cases 26, 28, 30, 32 et 33 de la figure 10.3). Les résultats de ces essais sont aussi nécessaires pour évaluer si un produit peut être affecté à la division 1.4, groupe de compatibilité S, ou s'il devrait être exclu de la classe des matières et objets explosibles (cases 35 et 36 de la figure 10.3). La série 6 comprend quatre types d'épreuves :

- Type 6 a) épreuve sur un seul colis pour déterminer s'il y a explosion en masse du contenu ;
- Type 6 b) épreuve sur des colis de matière explosible ou d'objets explosibles, ou des objets explosibles non emballés, pour déterminer si une explosion se propage d'un colis ou d'un objet non emballé à un autre ;
- Type 6 c) épreuve sur des colis de matière explosible ou d'objets explosibles ou des objets explosibles non emballés, pour déterminer s'il y a explosion en masse ou danger de projection dangereuse, de rayonnement calorifique intense ou de combustion violente ou de tout autre effet dangereux lorsque ces produits sont exposés à un incendie ; et
- Type 6 d) épreuve sur un colis, sans confinement, d'objets explosibles auxquels la disposition spéciale 347 du chapitre 3.3 du Règlement type s'applique, pour déterminer si une inflammation accidentelle ou un amorçage accidentel du contenu entraîne des effets dangereux à l'extérieur du colis.

16.2 Méthodes d'épreuve

16.2.1 Les méthodes d'épreuve de cette série actuellement utilisées sont énumérées au tableau 16.1.

Tableau 16.1 : Méthodes d'épreuve de la série 6

Code	Nom de l'épreuve	Section
6 a)	Épreuve sur un seul colis ^a	16.4.1
6 b)	Épreuve sur une pile de colis (ou d'objets) ^a	16.5.1
6 c)	Épreuve du feu extérieur (brasier) ^a	16.6.1
6 d)	Épreuve sur un colis sans confinement ^a	16.7.1

^a *Épreuve recommandée.*

16.2.2 Les épreuves des types 6 a), 6 b), 6 c) et 6 d) sont normalement exécutées dans l'ordre alphabétique. Par contre, il n'est pas toujours nécessaire de suivre cet ordre et les épreuves ne sont pas toujours toutes nécessaires.

- a) L'épreuve du type 6 a) n'est pas obligatoire si les objets explosibles sont classés sans emballage ou si le colis contient seulement un objet (voir aussi 16.2.2 d)) ;
- b) L'épreuve du type 6 b) n'est pas obligatoire si lors des essais de l'épreuve 6 a) (voir aussi 16.2.2 d)) :
 - i) L'enveloppe extérieure de l'emballage n'est pas endommagée par un amorçage ;

- ii) Le contenu du colis n'explose pas, ou explose si faiblement qu'une propagation de l'effet explosif d'un colis à un autre lors de l'épreuve du type 6 b) est exclue ;
- c) L'épreuve du type 6 c) n'est pas obligatoire si lors d'une épreuve du type 6 b) il y a explosion pratiquement instantanée de la quasi-totalité du contenu de la pile. Dans un tel cas, le produit est classé dans la division 1.1 ;
- d) L'épreuve de type d) sert à déterminer si le classement dans la division 1.4, groupe de compatibilité S, est approprié, et n'est utilisée que si la disposition spéciale 347 du chapitre 3.3 du Règlement type s'applique. Lors des épreuves sur des objets auxquels s'applique la disposition spéciale 347, l'épreuve du type 6 d) peut être exécutée en premier. Les épreuves des types 6 a) et 6 b) ne sont pas obligatoires si les résultats de l'épreuve du type 6 d) indiquent qu'un classement dans la division 1.4, groupe de compatibilité S, est approprié ;

16.2.3 Si une matière donne un résultat négatif (-) (pas de propagation de la détonation) dans le type d'épreuve a) de la série 1, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve 6 a) avec un détonateur. Si une matière donne un résultat négatif (-) (déflagration nulle ou lente) dans une épreuve du type c) de la série 2, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve 6 a) avec un allumeur.

16.2.4 Des explications sur certains termes utilisés pour l'affectation à une division et à un groupe de compatibilité sont données dans le glossaire de l'appendice B du Règlement type (explosion en masse, matière pyrotechnique, totalité du chargement, totalité du contenu, explosion, explosion de la totalité du contenu).

16.3 Conditions d'épreuve

16.3.1 Les épreuves de la série 6 doivent être exécutées sur les colis de matière et objets explosibles dans l'état et sous la forme où ils sont présentés au transport. La disposition géométrique des produits doit être représentative de la méthode d'emballage et des conditions de transport et doit être telle qu'elle permette d'obtenir les résultats d'épreuve les plus sévères. Dans le cas où il est prévu de classer des objets explosibles sans emballage, les essais doivent être exécutés sur les objets non emballés. Tous les types d'emballage contenant des matières ou objets devraient être soumis aux essais sauf si :

- a) Le produit, dans son emballage, peut être affecté sans ambiguïté à une division par une autorité compétente en fonction des résultats d'autres épreuves ou d'informations dont on dispose ; ou
- b) Le produit, quel que soit son emballage, est affecté à la division 1.1.

16.4 Série 6 type a) : Dispositions d'épreuve

16.4.1 *Épreuve 6 a) : Épreuve sur un seul colis*

16.4.1.1 *Introduction*

Il s'agit d'une épreuve exécutée sur un seul colis en vue de déterminer s'il y a explosion en masse du contenu.

16.4.1.2 *Appareillage et matériels*

Les éléments nécessaires sont les suivants :

- a) Un détonateur pour amorcer la matière ou l'objet ou un allumeur juste suffisant pour assurer l'inflammation de la matière ou de l'objet (voir 16.4.1.3.2 et 16.4.1.3.3) ;
- b) Des matériaux de confinement appropriés (voir 16.4.1.3.4) ; et
- c) Une tôle d'acier doux de 3 mm d'épaisseur qui servira de plaque témoin.

On peut utiliser des appareils de mesure de l'effet de souffle.

16.4.1.3 *Mode opératoire*

16.4.1.3.1 L'essai est exécuté sur les colis de matières et d'objets explosibles dans l'état et sous la forme où ils sont présentés au transport. Dans le cas des objets explosibles classés sans emballage, l'essai doit s'appliquer aux objets non emballés. Le choix d'une excitation par amorçage ou par inflammation se fait en fonction des considérations suivantes.

16.4.1.3.2 Pour les matières emballées :

- a) Si la matière est destinée à détoner, elle doit être éprouvée avec un détonateur normalisé (voir l'appendice 1) ;
- b) Si la matière est destinée à déflager, elle doit être éprouvée avec un allumeur juste suffisant (mais ne contenant pas plus de 30 g de poudre noire) pour assurer l'inflammation de la matière dans le colis. L'allumeur doit être placé au centre de la matière dans le colis ;
- c) Les matières non destinées à être utilisées comme explosifs, mais provisoirement admises dans la classe des matières et objets explosibles, doivent être éprouvées d'abord avec un détonateur normalisé (appendice 1) et, s'il ne se produit pas d'explosion, avec un allumeur selon les dispositions de b) ci-dessus. Si une matière donne un résultat négatif (-) (pas de propagation de la détonation) dans l'épreuve du type a) de la série 1, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve avec un détonateur et si une matière donne un résultat négatif (-) (déflagration nulle ou lente) dans une épreuve du type c) de la série 2, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve avec un allumeur.

16.4.1.3.3 Pour les objets emballés¹:

- a) Objets pourvus de leur propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation : le fonctionnement d'un objet proche du centre du colis est provoqué au moyen de son propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation. Si cela n'est pas faisable, ce dernier est remplacé par un autre dispositif d'excitation ayant l'effet requis ;
- b) Objets non pourvus de leur propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation :
 - i) On fait fonctionner un objet proche du centre du colis de la manière prévue ; ou
 - ii) On remplace un objet proche du centre du colis par un autre objet que l'on peut faire fonctionner avec le même effet.

16.4.1.3.4 Le colis est placé sur une plaque témoin en acier posée au sol. Pour assurer le confinement nécessaire, la méthode recommandée consiste à utiliser des emballages, de forme et de dimensions semblables à l'emballage à éprouver, complètement remplis de terre ou de sable et disposés aussi près que possible tout autour du colis à éprouver. L'épaisseur minimale de confinement dans toutes les directions doit être de 0,5 m pour un colis ne dépassant pas 0,15 m³ ou de 1 m pour un colis de volume supérieur. Pour assurer le confinement voulu, on peut aussi utiliser des caisses ou sacs remplis de terre ou de sable disposés tout autour du colis et sur celui-ci, ou enfouir ce dernier sous du sable en vrac.

16.4.1.3.5 On met à feu le dispositif d'amorçage ou d'inflammation de la matière ou de l'objet et l'on observe les effets suivants : effets thermiques, projections, détonation, déflagration ou explosion de la totalité du contenu. ***Pour des raisons de sécurité, un certain délai d'attente, prescrit par l'organisme responsable des épreuves, doit être respecté après la mise à feu.*** Trois essais sont exécutés, à moins qu'un résultat déterminant (explosion de la totalité du contenu) ne soit obtenu lors du premier ou du deuxième.

¹ Dans le cas d'objets contenant une très petite quantité de matières du groupe de compatibilité A uniquement, on doit amorcer simultanément un nombre suffisant de ces objets pour faire exploser une quantité d'explosif primaire au moins égale à 0,2 g.

16.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Lorsqu'il y a explosion en masse la matière remplit en principe les conditions voulues pour être classée dans la division 1.1. Les critères d'un tel effet sont :

- a) La formation d'un cratère dans le sol ;
- b) Des dégâts causés à la plaque témoin placée sous le colis ;
- c) Un effet de souffle mesuré ; et
- d) Une dislocation et une dispersion des matériaux de confinement.

Si l'objet est accepté dans la division 1.1, il n'est pas nécessaire d'exécuter d'autres épreuves ; dans le cas contraire, on doit passer à l'épreuve 6 b).

16.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Emballage	Dispositif d'excitation	Effet	Résultat
Perchlorate d'ammonium (12 µm)	fût en carton de 10 kg	Détonateur	Détonation	Relève éventuellement de la division 1.1
Tert-butyltrinitroxyène (Musk xylène)	fût en carton de 50 kg	Détonateur	Décomposition localisée	Ne relève pas de la division 1.1
Tert-butyltrinitroxyène (Musk xylène)	fût en carton de 50 kg	Allumeur	Décomposition localisée	Ne relève pas de la division 1.1
Poudre à simple base (non poreuse)	fût en carton de 60 l	Allumeur	Pas d'explosion	Ne relève pas de la division 1.1
Poudre à simple base (poreuse)	fût en carton de 60 l	Allumeur	Explosion	Relève éventuellement de la division 1.1

16.5 **Série 6, type b) : Dispositions d'épreuve**

16.5.1 **Épreuve 6 b) : Épreuve sur une pile de colis (ou d'objets)**

16.5.1.1 *Introduction*

Cette épreuve est exécutée sur une pile de colis de matières ou d'objets explosibles ou d'objets non emballés en vue de déterminer si une explosion se propage d'un colis ou d'un objet non emballé à un autre.

16.5.1.2 *Appareillage et matériels*

Les éléments nécessaires sont les suivants :

- a) Un détonateur pour amorcer la matière ou l'objet ou un allumeur juste suffisant pour assurer l'inflammation de la matière ou de l'objet (voir 16.5.1.3.2 et 16.5.1.3.3) ;
- b) Des matériaux de confinement appropriés (voir 16.5.1.3.1) ; et
- c) Une tôle d'acier doux de 3 mm d'épaisseur qui servira de plaque témoin.

On peut utiliser des appareils de mesure de l'effet de souffle.

16.5.1.3 *Mode opératoire*

16.5.1.3.1 L'essai est exécuté sur une pile de colis d'un produit explosible ou une pile d'objets non emballés dans l'état et sous la forme où ils sont présentés au transport. S'il est prévu de classer des objets explosibles sans emballage, l'essai doit s'appliquer aux objets non emballés. On commence par empiler sur une plaque témoin en acier posée au sol un nombre suffisant de colis ou d'objets pour obtenir un volume total de 0,15 m³. Si le volume d'un seul colis (ou objet non emballé) est en soi supérieur à 0,15 m³, on exécute l'essai

en plaçant au moins un autre colis ou objet récepteur dans la position ayant le plus de chances de causer une propagation d'un article à l'autre (voir le paragraphe 16.3.1). À défaut de connaître cette position, on doit utiliser plusieurs récepteurs. La méthode de confinement recommandée consiste à utiliser des emballages de forme et de dimensions semblables au colis soumis à l'épreuve, complètement remplis de terre ou de sable et disposés aussi près que possible tout autour du colis de manière à former une enceinte de confinement d'une épaisseur minimale d'un mètre dans toutes les directions. On peut aussi utiliser des caisses ou sacs remplis de terre ou de sable entourant la pile de tous les côtés et la recouvrant ou enfouir celle-ci sous du sable en vrac. Si l'on choisit cette dernière solution, on doit d'abord couvrir la pile d'une bâche ou la protéger d'autre manière pour éviter que du sable puisse s'introduire dans les interstices entre colis ou objets non emballés. Pour les objets classés sans emballage, les méthodes de confinement sont les mêmes que pour les objets emballés. Le choix d'une excitation par amorçage ou par inflammation se fait en fonction des considérations suivantes.

16.5.1.3.2 Pour les matières emballées :

- a) Si la matière est destinée à détoner, elle doit être essayée avec un détonateur normalisé (voir l'appendice 1) ;
- b) Si la matière est destinée à déflagrer, elle doit être essayée avec un allumeur juste suffisant (mais ne contenant pas plus de 30 g de poudre noire) pour assurer l'inflammation de la matière à l'intérieur d'un seul colis. L'allumeur doit être placé au centre de la matière dans le colis ;
- c) Les matières non destinées à être utilisées comme explosifs, mais provisoirement acceptées dans la classe des matières et objets explosibles, doivent être essayées avec le type de dispositif d'excitation avec lequel on a obtenu la preuve d'une explosion en masse lors de l'épreuve de type 6 a).

16.5.1.3.3 Pour les objets emballés et les objets non emballés²:

- a) Objets pourvus de leur propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation :
Le fonctionnement d'un objet au centre du colis situé au milieu de la pile est provoqué au moyen de son propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation. Si cela n'est pas faisable, ce dernier est remplacé par un autre dispositif d'excitation ayant l'effet requis ;
- b) Objets non pourvus de leur propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation :
 - i) On fait fonctionner un objet au centre du colis situé au milieu de la pile, de la manière prévue ; ou
 - ii) On remplace un objet au centre du colis situé au milieu de la pile par un autre objet que l'on peut faire fonctionner avec le même effet.

16.5.1.3.4 Comme il a été dit plus haut, le point d'inflammation ou d'amorçage doit être situé dans un colis placé près du milieu de la pile. Les objets classés sans emballage sont soumis à l'épreuve de la même manière que les objets emballés.

16.5.1.3.5 On met à feu le dispositif d'amorçage ou d'inflammation de la matière ou de l'objet et l'on observe les effets suivants : effets thermiques, projections, détonation, déflagration ou explosion de la totalité du contenu. **Pour des raisons de sécurité, un certain délai d'attente, prescrit par l'organisme responsable des épreuves, doit être respecté après la mise à feu.** Trois essais sont exécutés, à moins qu'un résultat déterminant (explosion de la totalité du contenu) ne soit obtenu lors du premier ou du deuxième. Si les résultats de ce nombre d'essai ne permettent pas d'aboutir à des conclusions précises, on exécute un plus grand nombre d'essais.

² Dans le cas d'objets contenant une très petite quantité de matières du groupe de compatibilité A uniquement, on doit amorcer simultanément un nombre suffisant de ces objets pour faire exploser une quantité d'explosif primaire au moins égale à 0,2 g.

16.5.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

S'il y a explosion pratiquement instantanée du contenu de plus d'un colis ou emballage non emballé, l'objet doit être classé dans la division 1.1. Les critères d'un tel effet sont les suivants :

- a) La présence d'un cratère au sol nettement plus grand que celui résultant de l'explosion d'un seul colis ou objet non emballé ;
- b) Des dégâts à la plaque témoin placée sous la pile sensiblement plus importants que ceux résultant de l'explosion d'un seul colis ou objet non emballé ;
- c) Un effet de souffle mesuré nettement supérieur à celui résultant de l'explosion d'un seul colis ou objet non emballé ;
- d) Une dislocation et une dispersion violentes de la majeure partie des matériaux de confinement.

Dans le cas contraire, on poursuit par une épreuve de type 6 c).

16.5.1.5 *Exemples de résultats*

Il n'est pas possible de donner d'exemples de résultats, car ceux-ci sont trop spécifiques au colis ou à l'objet éprouvés.

16.6 Série 6, type c) : Dispositions d'épreuve

16.6.1 *Épreuve 6 c) : Épreuve du feu extérieur (brasier)*

16.6.1.1 *Introduction*

Cette épreuve est exécutée sur des colis de matière ou objets explosibles, ou sur des objets explosibles non emballés, pour déterminer s'il y a explosion en masse ou danger de projections dangereuses, de rayonnement calorifique intense ou de combustion violente en cas d'incendie.

16.6.1.2 *Appareillage et matériels*

Les éléments nécessaires sont les suivants :

- a) Si le volume d'un colis de matière ou d'objets, ou d'un objet non emballé, est inférieur à 0,05 m³, un nombre suffisant de colis ou d'objets non emballés pour que le volume total soit d'au moins 0,15 m³ ;
- b) Si le volume d'un colis de matière ou d'objets, ou d'un objet non emballé, est égal ou supérieur à 0,05 m³, trois colis ou objets non emballés. Si le volume d'un colis ou d'un objet non emballé est supérieur à 0,15 m³, l'autorité compétente peut renoncer à faire appliquer la prescription selon laquelle trois colis ou objets non emballés doivent être éprouvés ;
- c) Une grille métallique destinée à soutenir les produits au-dessus du feu dans une position permettant un chauffage efficace. Si l'on utilise un feu de lattes de bois entrecroisées, la grille doit être située à 1,0 m au-dessus du sol ; si l'on utilise un feu d'hydrocarbure liquide, la grille doit être située à 0,5 m au-dessus de la surface du carburant au début de l'essai ;
- d) Du feuillard ou du fil de fer pour assujettir ensemble, si nécessaire, les colis ou objets non emballés sur la grille ;
- e) Assez de combustible pour entretenir un feu pendant au moins 30 minutes ou, si nécessaire, pendant une durée largement suffisante pour faire réagir la matière ou l'objet (voir 16.6.1.3.8) ;

- f) Des moyens d'allumage pour enflammer le combustible sur au moins deux côtés : pour un feu de lattes de bois, par exemple, on utilisera du kérosène pour imprégner le bois et un allumeur pyrotechnique avec des copeaux de bois ;
- g) Trois écrans en aluminium de type 1100-0 (dureté Brinell 23, résistance à la traction 90 MPa), ou en un matériau équivalent, de 2 000 mm × 2 000 mm × 2 mm, jouant le rôle de témoins, avec des supports permettant de les maintenir en position verticale. Les écrans témoins doivent être fixés rigidement sur leur cadre. Lorsque plus d'un panneau est utilisé pour constituer un écran témoin, chaque panneau doit être maintenu le long de tous les joints ;
- h) Un équipement vidéo capable d'enregistrer les événements nécessaires au classement. Le type, le nombre et l'emplacement des caméras doit être suffisant pour enregistrer les événements à évaluer.

Des appareils de mesure de l'effet de souffle et du rayonnement, et un matériel d'enregistrement adaptés, peuvent aussi être utilisés. D'autres équipements peuvent être nécessaire lorsque l'on suit la procédure au 16.6.1.3.9.

16.6.1.3 *Mode opératoire*

16.6.1.3.1 Les colis ou objets non emballés, dans l'état et sous la forme où ils sont présentés au transport, sont disposés en nombre voulu sur la grille, le plus près possible les uns des autres. Si des effets directionnels sont prévus, les colis ou les objets non emballés doivent être orientés de telle façon que la probabilité d'impact sur les écrans témoins soit maximale et que les jets de flammes discrets soient orientés horizontalement. Si nécessaire, les colis ou les objets non emballés peuvent être assujettis avec du feuillard d'acier pour les maintenir pendant l'essai. Le combustible est placé sous la grille de telle manière que les colis ou objets non emballés soient enveloppés par les flammes. Diverses méthodes peuvent être utilisées pour le chauffage telles que feu de bois, feu de combustible liquide ou gazeux ou une combinaison de ces méthodes, permettant d'atteindre une température de 800 °C. Des variations de température sous 800 °C sont normales et n'ont pas de conséquence sur la validité de l'épreuve.

16.6.1.3.2 Un feu de bois doit brûler les colis ou objets non emballés avec une intensité et pendant une durée suffisante pour faire réagir complètement les matières explosibles (voir 16.6.1.2 e)). Des palettes, planches, lattes ou autres pièces de bois séchés utilisés seuls ou ensemble peuvent être empilés en position entrecroisée sous la grille à une hauteur de 1,0 m par rapport au sol et jusqu'à la base de la grille qui porte les colis ou objets non emballés. Les pièces de bois doivent s'étendre au-delà du pourtour des colis ou objets non emballés jusqu'à au moins 1,0 m pour s'assurer que les flammes enveloppent le produit.

16.6.1.3.3 On peut également utiliser pour le chauffage un récipient rempli d'un combustible liquide ou une combinaison de combustible liquide et de bois, pour autant que les conditions d'essai soient aussi rigoureuses. Si l'on utilise un feu de combustible liquide, le récipient doit s'étendre au-delà du pourtour des colis ou objets non emballés jusqu'à au moins 1,0 m dans chaque direction. La distance verticale entre la grille et le récipient doit être d'environ 0,5 m. Avant de recourir à cette méthode, on doit cependant s'assurer qu'il ne risque pas de se produire un effet d'extinction, ou des réactions indésirables entre matières explosibles et combustible liquide qui puissent remettre en cause les résultats de l'essai.

16.6.1.3.4 Si l'on utilise du gaz comme combustible, la zone de combustion doit s'étendre au-delà des colis ou des objets non emballés à une distance d'au moins 1,0 m dans chaque direction. L'alimentation en gaz doit se faire de façon telle que la flamme soit distribuée uniformément autour des colis. Le réservoir de gaz doit être suffisamment grand pour entretenir les flammes pendant au moins 30 min. L'inflammation des gaz peut se faire soit par un dispositif pyrotechnique actionné à distance, soit par l'ouverture à distance de l'alimentation en gaz à proximité d'une source d'inflammation déjà allumée.

16.6.1.3.5 Les écrans témoins sont installés verticalement sur trois côtés de l'installation à une distance de 4,0 m du pourtour des colis ou objets non emballés. Les tôles doivent être placées de telle manière que leur centre soit approximativement au même niveau que le centre des colis ou objets non emballés, à moins que cela ne corresponde à une distance inférieure à 1 m au-dessus du sol auquel cas les tôles doivent toucher le sol.

Si les écrans témoins présentent déjà des perforations ou traces d'impact avant l'essai, celles-ci doivent être repérées de manière à pouvoir être clairement distinguées de celles produites par le nouvel essai.

16.6.1.3.6 Le système d'allumage est mis en place et le combustible est allumé simultanément de deux côtés, dont l'un doit être le côté situé au vent. L'essai ne doit pas être exécuté par vent de vitesse dépassant 6 m/s. ***Un délai de sécurité suffisant, prescrit par l'organisme responsable des épreuves, doit être observé avant d'approcher la zone d'épreuve.***

16.6.1.3.7 Les observations faites visent à constater les effets suivants :

- a) Signes d'explosion ;
- b) Projections potentiellement dangereuses ;
- c) Effets thermiques.

16.6.1.3.8 Un seul essai est normalement exécuté. Cependant, si l'on constate que le bois ou un autre combustible utilisé s'est consumé intégralement alors qu'il subsiste une quantité non négligeable de matière explosible non brûlée dans les cendres ou autour du foyer, on doit répéter l'essai en augmentant la quantité de combustible ou en changeant de méthode de chauffage, de manière à accroître l'intensité et/ou la durée du feu. Si les résultats de cet essai ne permettent toujours pas de déterminer avec précision la division de danger, on doit exécuter un nouvel essai.

16.6.1.3.9 Pour les objets susceptibles d'appartenir à la division 1.4, groupe de compatibilité S, No. ONU 0012 (cartouches pour armes de petit calibre), cette épreuve peut être complétée ou remplacée par la mesure au moyen d'un équipement spécialisé de l'énergie des projections décrite à l'appendice 9. Cela vaut lorsque le danger dominant est le danger de projection, comme le montrent par exemple des épreuves précédemment effectuées sur des objets explosifs analogues.

16.6.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

16.6.1.4.1 Pour répondre aux questions de la figure 10.3 (cases 26, 28, 30, 32, 33, 35 et 36) en vue du classement du produit, on évalue les résultats en fonction des critères suivants.

16.6.1.4.2 S'il y a explosion en masse, le produit est classé dans la division 1.1. On considère qu'il y a explosion en masse si une proportion importante du contenu explose si bien qu'il y a lieu, pour l'évaluation du danger pratique, d'admettre qu'il y a explosion simultanée de la totalité du contenu explosif des colis ou objets non emballés.

16.6.1.4.3 S'il n'y a pas explosion en masse, mais que l'on observe l'un des effets suivants :

- a) une perforation de l'un au moins des trois écrans témoins verticaux (voir le paragraphe 16.6.1.3.5) ;
- b) une projection métallique d'une énergie cinétique supérieure à 20 J, évaluée par la relation masse-distance de la figure 16.6.1.1 ;

le produit est affecté à la division 1.2.

16.6.1.4.4 Si l'on ne constate aucun des effets justifiant un classement dans les divisions 1.1 ou 1.2, mais que l'on observe l'un des effets suivants :

- a) une boule de feu ou un jet de flamme s'étendant au-delà de l'un des trois écrans témoins ;
- b) des projections de matière enflammée provenant du produit à plus de 15 m du pourtour des colis ou objets non emballés ;
- c) une durée de combustion du produit inférieure à 35 s pour 100 kg de masse nette de matière explosible (voir les notes de 16.6.1.4.8 pour la correction des durées mesurées dans l'évaluation des effets du flux thermique) ; ou encore, dans le cas des objets et des matières à faible valeur énergétique, une densité de flux thermique due à la combustion

du produit dépassant celle du foyer lui-même de plus de 4 kW/m² à une distance de 15 m du pourtour des colis ou objets non emballés. Cette densité est mesurée sur une durée de 5 s pendant la période de rayonnement maximal ;

le produit est classé dans la division 1.3.

16.6.1.4.5 Si l'on ne constate aucun des effets justifiant un classement dans les divisions 1.1, 1.2 ou 1.3, mais que l'on observe l'un des effets suivants :

- a) une boule de feu ou un jet de flamme s'étendant à plus de 1 m des flammes du foyer ;
- b) des projections de matières enflammées provenant du produit à plus de 5 m du pourtour des colis ou objets non emballés ;
- c) une empreinte de plus de 4 mm sur l'un des écrans témoins ;
- d) une projection métallique d'une énergie cinétique supérieure à 8 J, déterminée au moyen de la relation distance-masse de la figure 16.6.1.1 ;
- e) une durée de combustion du produit de moins de 330 s pour une masse nette de matière explosible de 100 kg (voir 16.6.1.4.8 : Notes pour la correction des durées mesurées dans l'évaluation des effets du flux thermique) ;

le produit est classé dans la division 1.4 et a un groupe de compatibilité autre que le groupe S.

16.6.1.4.6 S'il ne se produit aucun des effets justifiant l'affectation du produit à la division 1.1, 1.2, 1.3 ou 1.4 avec un groupe de compatibilité autre que le groupe S (voir case 32 de la figure 10.3), le produit est affecté à la division 1.4, groupe de compatibilité S, sauf si la disposition spéciale 347 du chapitre 3.3 du Règlement type s'applique. Pour les objets susceptibles d'appartenir à la division 1.4, groupe de compatibilité S, No. ONU 0012 (cartouches pour armes de petit calibre), des projections avec une énergie cinétique ne dépassant pas 8 J comme indiqué par la procédure d'essai de l'appendice 9, suffisent à justifier l'affectation de l'objet au groupe de compatibilité S.

16.6.1.4.7 S'il n'est observé aucun effet dangereux, le produit est soumis à un examen en vue de son exclusion de la classe 1. Trois cas sont envisageables (voir les cases 35 et 36 de la figure 10.3) :

- a) Si le produit est un objet fabriqué en vue d'un effet explosif ou pyrotechnique :
 - i) Et si l'on observe un effet extérieur à l'engin (projection, feu, fumée, chaleur ou bruit intense), celui-ci est jugé appartenir à la classe 1 et le produit tel qu'il est emballé est affecté à la division 1.4 et au groupe de compatibilité S. Le paragraphe 2.1.1.1 b) du Règlement type mentionne explicitement l'engin et non pas le colis ; il est donc habituellement nécessaire d'effectuer cette évaluation sur la base d'une épreuve consistant à faire fonctionner l'engin sans emballage ni confinement. Parfois, les effets décrits sont observés lors de l'épreuve 6 c), auquel cas le produit doit être classé 1.4 S sans autre épreuve ;
 - ii) Ou si l'on n'observe aucun effet extérieur à l'engin (projection, feu, fumée, chaleur ou bruit intense), l'engin non emballé est exclu de la classe 1, conformément aux dispositions du paragraphe 2.1.1.1 b) du Règlement type. Ce paragraphe mentionne explicitement l'engin et non pas le colis ; il est donc habituellement nécessaire d'effectuer cette évaluation sur la base d'une épreuve consistant à faire fonctionner l'engin sans emballage ni confinement ;
- b) Si le produit n'est pas fabriqué en vue d'un effet explosif ou pyrotechnique, il est exclu de la classe 1 conformément aux dispositions du paragraphe 2.1.1.1 du Règlement type.

16.6.1.4.8 Notes pour la correction des mesures de durée dans l'évaluation des effets du flux thermique

NOTA 1 : La valeur de 35 s/100 kg (voir 16.6.1.4.4 c)) correspond à un flux thermique moyen de 4 kW/m² à 15 m et à une chaleur de combustion postulée de 12 500 J/g. Si la chaleur de combustion effective est nettement différente, la durée de combustion de 35 s peut être corrigée ; par exemple, une chaleur de

combustion effective de 8 372 J/g dégagée pendant $(8\ 372/12\ 500) \times 35\ s = 23,4\ s$ produirait le même niveau de flux thermique. Des corrections pour les masses autres que 100 kg s'opèrent à l'aide des relations d'échelle et des exemples du tableau 16.2.

2 : La valeur de 330 s/100 kg (voir 16.6.1.4.5 e)) correspond à un flux thermique moyen de 4 kW/m² à 5 m et repose sur une chaleur de combustion postulée de 12 500 J/g. Si la chaleur effective de combustion est nettement différente, la durée de combustion de 330 s peut être corrigée ; par exemple, une chaleur de combustion effective de 8 372 J/g dégagée pendant $(8\ 372/12\ 500) \times 330\ s = 221\ s$ produirait le même niveau de flux thermique. Les corrections pour les masses autres que 100 kg se font à l'aide des relations d'échelle et des exemples du tableau 16.2.

3 : Dans certains essais de durée de combustion, on peut observer que la combustion des colis ou des objets ne se déroule pas de manière continue, mais par épisodes ; on doit alors se baser sur les durées de combustion et les masses déterminées pour chaque épisode.

Tableau 16.2 : Flux thermiques comparés pour différentes masses

Mass (kg)	1.3/1.4		1.4/1.4S	
	Flux (à 15 m) ^a (kW/m ²)	Durée de combustion ^b (s)	Flux (à 5 m) ^a (kW/m ²)	Durée de combustion ^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 Les flux thermiques sont corrigés sur la base de $(m/m_o)^{2/3}$.

^b Les durées sont corrigées sur la base de $(m/m_o)^{1/3}$.

Les flux thermiques peuvent être calculés au moyen de l'équation :

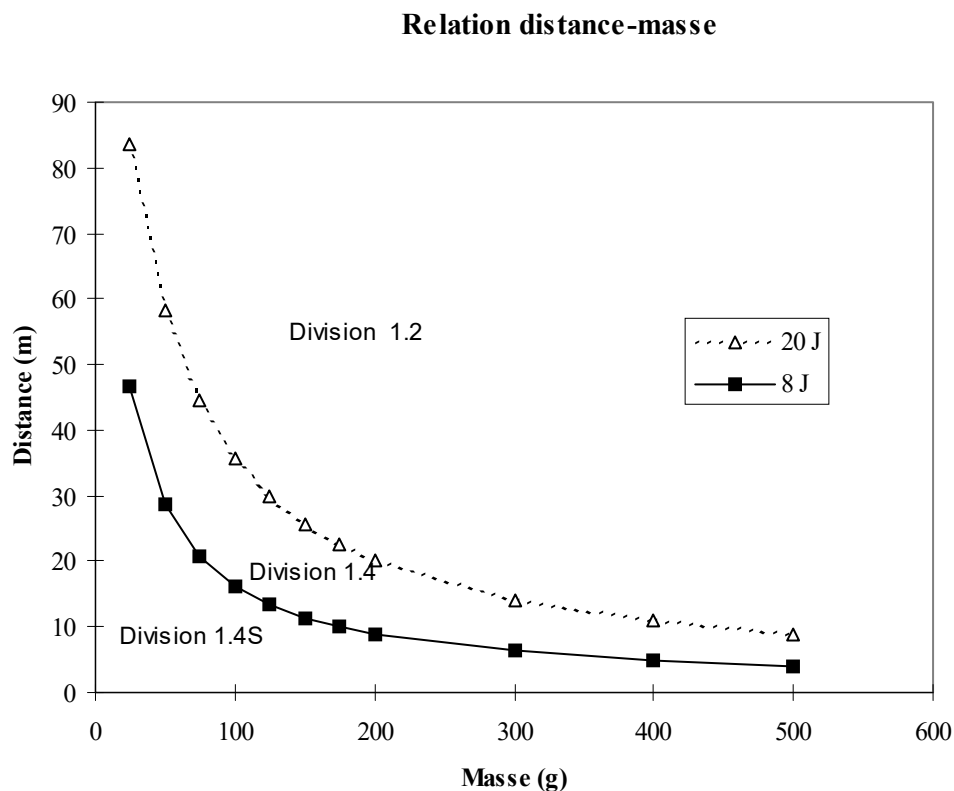
$$F = \frac{C \times E}{4\pi R^2 t}$$

où F = flux thermique en kW/m² ;
 C = constante = 0,33 ;
 E = valeur énergétique totale en joules ;
 R = distance des flammes à la position exposée, en mètres ;
 t = durée de combustion observée en secondes.

16.6.1.5 Exemple de résultats

Matière	Emballage	Effet	Résultat
tert-Butyltrinitroxyène (Musk xylène)	3 × 50 kg fûts en carton	La matière brûle lentement	Ne relève pas de la classe 1

Figure 16.6.1.1 : Relation distance-masse pour projections métalliques douées d'une énergie cinétique de 20 J et 8 J³



Masse (g)	Distance de projection (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

Exemple de valeurs pour projections métalliques douées d'une énergie cinétique de 20 J et 8 J

³ Les données de la figure 16.6.1.1 correspondent aux projections métalliques. Les projections non métalliques donneront d'autres résultats et peuvent être dangereuses. Les risques liés aux projections non métalliques devraient aussi être pris en considération.

16.7 Série 6, type d) : Dispositions d'épreuve

16.7.1 Épreuve 6 d) : Épreuve sur un colis sans confinement

16.7.1.1 Introduction

Il s'agit d'une épreuve exécutée sur un seul colis en vue de déterminer si une inflammation accidentelle ou un amorçage accidentel du contenu entraîne des effets dangereux à l'extérieur du colis.

16.7.1.2 Appareillage et matériels

Les éléments nécessaires sont les suivants :

- a) Un détonateur pour amorcer la matière ou l'objet ou un allumeur juste suffisant pour assurer l'inflammation de la matière ou de l'objet (voir 16.7.1.3.2) ;
- b) Une tôle d'acier doux de 3 mm d'épaisseur qui servira de plaque témoin.

On peut utiliser un équipement vidéo.

16.7.1.3 Mode opératoire

16.7.1.3.1 L'épreuve est exécutée sur les colis d'objets explosibles dans l'état et sous la forme où ils sont présentés au transport. Lorsque les objets explosibles sont classés sans emballage, les épreuves doivent être effectuées sur les objets non emballés. Le choix d'une excitation par amorçage ou par inflammation se fait en fonction des considérations suivantes.

16.7.1.3.2 Pour les objets emballés :

- a) Objets pourvus de leur propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation :
Le fonctionnement d'un objet au centre du colis est provoqué au moyen de son propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation. Si cela n'est pas faisable, ce dernier est remplacé par un autre dispositif d'excitation ayant l'effet requis ;
- b) Objets non pourvus de leur propre dispositif d'amorçage ou d'inflammation :
 - i) on fait fonctionner un objet au centre du colis, de la manière prévue ; ou
 - ii) on remplace un objet au centre du colis par un autre objet que l'on peut faire fonctionner avec le même effet.

16.7.1.3.3 Le colis est placé sur une plaque témoin en acier posée au sol sans confinement.

16.7.1.3.4 On met à feu l'objet excitateur et l'on observe les effets suivants : bosselure ou perforation de la plaque témoin sous le colis, éclair ou flamme susceptibles d'enflammer des matériaux adjacents, rupture du colis entraînant des projections du contenu explosible ou perforation complète de l'emballage par une projection. **Pour des raisons de sécurité, un certain délai d'attente, prescrit par l'organisme responsable des épreuves, doit être respecté après la mise à feu.** Trois essais sont exécutés, dans des orientations différentes, à moins qu'un résultat déterminant ne soit observé lors du premier ou du deuxième essai. Si les résultats de ce nombre d'essais ne permettent pas d'aboutir à des conclusions précises, on exécute un plus grand nombre d'essais.

16.7.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Pour l'inclusion dans le groupe de compatibilité S, il est exigé que tout effet dangereux résultant du fonctionnement d'objets dans cette épreuve demeure contenu dans le colis. Il y a effet dangereux à l'extérieur du colis si l'on observe l'un des faits suivants :

- a) Bosselure ou perforation de la plaque témoin sous le colis ;

- b) Un éclair ou une flamme qui enflamme des matériaux adjacents, par exemple une feuille de papier de $80 \pm 10 \text{ g/m}^2$ placée à une distance de 25 cm du colis ;
- c) Rupture du colis entraînant des projections du contenu explosible ; ou
- d) Des projections qui traversent entièrement l'emballage (les projections ou fragments qui restent dans ou sur la paroi de l'emballage sont considérés comme non dangereux).

Lors de l'évaluation des résultats d'épreuve, l'autorité compétente peut souhaiter tenir compte des effets imputables aux dispositifs d'excitation si elle estime que ces effets sont significatifs par rapport à ceux provoqués par l'objet soumis à l'épreuve. Si l'on observe des effets dangereux à l'extérieur du colis, le produit est alors exclu du groupe de compatibilité S.

16.7.1.5 Exemples de résultats

Objet	Emballage	Dispositif d'excitation	Effet	Résultat
Cartouches pour pyromécanismes	Caisse en carton renfermant 20 objets (contenant 300 g de poudre chacun) enveloppés chacun dans un sac en plastique	L'un des objets	Inflammation des objets les uns après les autres avec production à l'extérieur du colis de flammes pouvant atteindre 2 m de haut	Ne peut pas être classé dans le groupe de compatibilité S
Assemblages de détonateurs non électriques	Caisse en carton renfermant 60 assemblages enveloppés chacun dans un sac en plastique. Tube conducteur d'onde de choc enroulé en forme de huit et détonateurs équipés d'atténuateurs	L'un des objets	Mise à feu d'un détonateur sur 60 et aucun effet visible à l'extérieur de la caisse	Peut être classé dans le groupe de compatibilité S
Détonateurs électriques	Caisse en carton renfermant 84 assemblages, embobinés chacun dans leur fil de manière à atténuer l'explosion provoquée par le détonateur	L'un des objets	Mise à feu d'un détonateur sur 84. La réaction a provoqué l'ouverture de la caisse et l'éparpillement de certains assemblages, mais il a été estimé qu'il n'y avait pas d'effets dangereux à l'extérieur du colis	Peut être classé dans le groupe de compatibilité S
Charges creuses (perforateurs à charges creuses de 19 g)	Caisse en carton renfermant 50 charges sur deux couches disposées en vis-à-vis	Détonateur pourvu de 60 mm de cordeau détonnant	Trois essais effectués. Chaque fois, la plaque témoin a été perforée suite à la réaction de 3 à 4 charges. Les colis ont explosé et les charges restantes ont été éparpillées	Ne peut pas être classé dans le groupe de compatibilité S
Détonateurs électriques	Caisse en carton renfermant 50 détonateurs pourvus chacun d'un fil conducteur de 450 mm. Chaque assemblage a été contenu dans sa propre boîte intérieure en carton. Les boîtes étaient séparées par des cloisons en carton	L'un des objets	Mise à feu d'un sur 50 détonateurs. Ouverture des rabats de la boîte. Aucun effet dangereux à l'extérieur du colis	Peut être classé dans le groupe de compatibilité S

SECTION 17

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 7

17.1 Introduction

À la question « S'agit-il d'un objet explosible extrêmement peu sensible ? » (case 40 de la figure 10.3) il est répondu selon les résultats d'épreuves de la série 7; toute matière susceptible d'être affectée à la division 1.6 doit être évaluée à la lumière de chacune des onze épreuves de la série. Les épreuves des six premiers types (7 a) à 7 f)) servent à déterminer s'il s'agit d'une matière extrêmement peu sensible (MEPS) tandis que les épreuves des cinq derniers types (7 g), 7 h), 7 j), 7 k) et 7 l)) servent à déterminer si un objet contenant principalement une ou des MEPS peut être affecté à la division 1.6. Les onze types d'épreuves sont les suivants :

- Type 7 a) épreuve d'excitation par onde de choc pour déterminer la sensibilité à une sollicitation mécanique intense ;
- Type 7 b) épreuve d'excitation avec relais détonant et confinement défini pour déterminer la sensibilité à une onde de choc ;
- Type 7 c) épreuve pour déterminer l'aptitude d'une matière explosible à se dégrader dangereusement sous l'effet d'un impact ;
- Type 7 d) épreuve pour déterminer la réaction d'une matière explosible à l'impact et à la perforation par un projectile d'énergie donnée ;
- Type 7 e) épreuve pour déterminer la réaction à un feu extérieur d'une matière explosible confinée ;
- Type 7 f) épreuve pour déterminer la réaction d'une matière explosible soumise à une température externe qui augmente lentement jusqu'à 365 °C ;
- Type 7 g) épreuve pour déterminer la réaction à un feu extérieur d'un objet tel qu'il est présenté au transport ;
- Type 7 h) épreuve pour déterminer la réaction d'un objet soumis à une température qui augmente lentement jusqu'à 365 °C ;
- Type 7 j) épreuve pour déterminer la réaction d'un objet à l'impact et à la pénétration par un projectile d'énergie donnée ;
- Type 7 k) épreuve pour déterminer si la détonation d'un objet amorce une détonation dans un objet adjacent identique ; et
- Type 7 l) épreuve visant à déterminer la sensibilité d'un objet aux impacts dirigés sur des composants vulnérables.

À la question de la case 40 il est répondu « non » si l'une quelconque des épreuves de la série 7 fournit un résultat positif (+).

17.2 Méthodes d'épreuve

Les méthodes d'épreuve de cette série actuellement utilisées sont énumérées au tableau 17.1.

Tableau 17.1 : Méthodes de la série 7

Code	Nom de l'épreuve	Section
Épreuves s'appliquant aux matières		
7 a)	Épreuve de sensibilité à l'amorce pour les MEPS ^a	17.4.1
7 b)	Épreuve d'amorçage de la détonation pour les MEPS ^a	17.5.1
7 c) i)	Épreuve d'impact « Susan »	17.6.1
7 c) ii)	Épreuve de friabilité ^a	17.6.2
7 d) i)	Épreuve de l'impact de balle pour les MEPS ^a	17.7.1
7 d) ii)	Épreuve de friabilité	17.7.2
7 e)	Épreuve du feu extérieur pour les MEPS ^a	17.8.1
7 f)	Épreuve de chauffage lent pour les MEPS ^a	17.9.1
Épreuves s'appliquant aux objets		
7 g)	Épreuve du feu extérieur pour les objets de la division 1.6 ^a	17.10.1
7 h)	Épreuve de chauffage lent pour les objets de la division 1.6 ^a	17.11.1
7 j)	Épreuve de l'impact de balle pour les objets de la division 1.6 ^a	17.12.1
7 k)	Épreuve sur une pile d'objets pour les objets de la division 1.6 ^a	17.13.1
7 l)	Épreuve de l'impact de fragment pour les objets de la division 1.6	17.14.1

^a Épreuve recommandée.

17.3 Conditions d'épreuve

17.3.1 Tous les composants explosifs doivent toujours être présents dans les objets au cours des épreuves des types 7 g) à 7 l). Les composants explosifs plus petits contenant des matières non soumises aux épreuves des types 7 a) à 7 f) doivent être expressément ciblés dans les épreuves 7 j) à 7 l), lorsqu'il est estimé que dans l'objet éprouvé ils produiront la réaction la plus forte. Il est ainsi fait en sorte que la probabilité d'amorçage accidentel ou de propagation à un objet relevant de la division 1.6 reste négligeable.

17.3.2 Une matière destinée à être utilisée comme charge explosive principale d'un objet de la division 1.6 devra être soumise aux épreuves des séries 3 et 7. Une matière devant servir de composant de relais d'amorçage plus grand (en dimension) dans un objet relevant de la division 1.6, la limite de dimension en volume étant atteinte par rapport à la charge explosive principale dont il est l'amorce, doit être éprouvée conformément aux épreuves de la série 3 et aux épreuves des types 7 c) ii) et 7 e). Pour les épreuves de la série 7, la matière doit se présenter sous la forme (du point de vue de la composition, de la granulométrie, de la densité, etc.) qu'elle doit avoir dans l'objet.

17.3.3 Un objet susceptible d'être classé dans la division 1.6 ne doit subir les épreuves de la série 7 qu'après que sa charge explosive principale et certaines matières des composants des relais d'amorçage aient subi les épreuves appropriées des types 7 a) à 7 f) pour déterminer si elles satisfont aux prescriptions applicables aux matières relevant de la division 1.6. Des orientations relatives à la procédure visant à déterminer les épreuves que doit subir la matière sont données au 10.4.3.6.

17.3.4 Pour déterminer si un objet, renfermant une ou des charges explosives principales contenant des MEPS et des composants de relais d'amorçage peu sensibles appropriés, est un objet de la division 1.6, on effectue les épreuves 7 g), 7 h), 7 j), 7 k) et 7 l). Ces épreuves sont à exécuter sur les objets dans l'état et sous la forme où ils sont présentés au transport, sauf que les composants non explosifs peuvent être omis ou simulés si l'autorité compétente estime que cela ne modifie pas la validité des résultats des épreuves.

17.3.5 Les degrés de réaction auxquels il est renvoyé dans les dispositions individuelles suivantes des épreuves de la série 7, qui sont donnés à l'appendice 8 (Descripteurs de réactions), dans le but d'aider à l'évaluation des résultats des épreuves des types 7 g), 7 h), 7 j), 7 k) et 7 l), doivent être communiqués à l'autorité compétente en vue de justifier l'affectation à la division 1.6

17.4 Série 7, type a) : Dispositions d'épreuve**17.4.1 Épreuve 7 a) : Épreuve de sensibilité à l'amorce pour les MEPS****17.4.1.1 Introduction**

Cette épreuve d'amorçage par onde de choc vise à déterminer la sensibilité d'une matière susceptible d'être considérée comme MEPS à une sollicitation mécanique intense.

17.4.1.2 Appareillage et matériels

Le dispositif d'essai est le même que pour l'épreuve 5 a) (voir le paragraphe 15.4.1).

17.4.1.3 Mode opératoire

Le mode opératoire est le même que pour l'épreuve 5 a) (voir le paragraphe 15.4.1).

17.4.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière ne doit pas être classée comme MEPS si, au cours de l'un des essais :

- a) La plaque témoin est arrachée ou autrement perforée (si l'on voit le jour à travers la plaque) - des renflements, fissures ou plis dans la plaque témoin n'indiquent pas qu'il y a sensibilité à l'amorce ; ou
- b) Le cylindre de plomb est comprimé en son centre d'une longueur de 3,2 mm ou plus par rapport à sa longueur initiale.

Autrement, on considère que le résultat est négatif (-).

17.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	-
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Octogène/aluminium/liant énergétique (51/19/14), moulé	-
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F(95/5), comprimé	-

17.5 Série 7, type b) : Dispositions d'épreuve

17.5.1 Épreuve 7 b) : Épreuve d'amorçage de la détonation pour les MEPS

17.5.1.1 Introduction

Cette épreuve est utilisée pour mesurer la sensibilité d'une matière susceptible d'être considérée comme une MEPS à une onde de détonation d'intensité donnée, c'est-à-dire avec charge excitatrice et barrière spécifiées.

17.5.1.2 Appareillage et matériels

Le dispositif d'épreuve se compose d'une charge explosive excitatrice, d'une barrière, d'un tube contenant la charge à éprouver et d'une plaque témoin en acier (cible).

On utilise le matériel suivant :

- a) Un détonateur normalisé ONU ou équivalent ;
- b) Un comprimé de 95 mm de diamètre et de 95 mm de long, ayant une masse volumique de $1\,600 \text{ kg/m}^3 \pm 50 \text{ kg/m}^3$, de pentolite 50/50 ou d'hexocire 95/5 ;
- c) Un tube d'acier, sans soudure, d'un diamètre extérieur de $95,0 \pm 7,0 \text{ mm}$, d'une épaisseur de paroi de $9,75 \pm 2,75 \text{ mm}$, d'un diamètre intérieur de $73,0 \pm 7,0 \text{ mm}$, et d'une longueur de 280 mm ;
- d) Un échantillon de matière à éprouver, usiné à un diamètre juste inférieur au diamètre du tube d'acier. L'intervalle d'air entre l'échantillon et la paroi du tube doit être aussi réduit que possible ;
- e) Un tronçon de barreau de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) de 95 mm de diamètre et de 70 mm de long ;
- f) Une plaque d'acier doux de 200 mm x 200 mm x 20 mm ;
- g) Un bloc de bois de 95 mm de diamètre et de 25 mm d'épaisseur percé d'un trou central pour maintenir le détonateur.

17.5.1.3 Mode opératoire

17.5.1.3.1 Comme il est indiqué sur la figure 17.5.1.1, le détonateur, la charge excitatrice, la barrière et l'échantillon à éprouver sont empilés coaxialement au centre de la plaque témoin. Un intervalle de 1,6 mm d'air est maintenu entre l'extrémité libre de l'échantillon et la plaque témoin à l'aide de cales adaptées qui ne doivent pas empiéter sur l'échantillon. On doit veiller à un bon contact entre le détonateur et la charge excitatrice, entre celle-ci et la barrière et entre la barrière et l'échantillon. L'échantillon et la charge excitatrice doivent être à la température ambiante au moment de l'épreuve.

17.5.1.3.2 Pour faciliter la récupération des fragments de la plaque témoin, l'ensemble du dispositif peut être placé au-dessus d'un récipient d'eau avec un intervalle d'air de 10 cm au moins entre la surface de l'eau et la face inférieure de la plaque témoin, laquelle doit être soutenue sur deux de ses côtés seulement.

17.5.1.3.3 D'autres méthodes de récupération des fragments peuvent être utilisées, mais il importe de ménager sous la plaque témoin un espace suffisant de façon à ne pas contrarier l'effet de perforation de la plaque. L'épreuve est exécutée trois fois, à moins qu'un résultat positif ne soit constaté à la première ou à la deuxième.

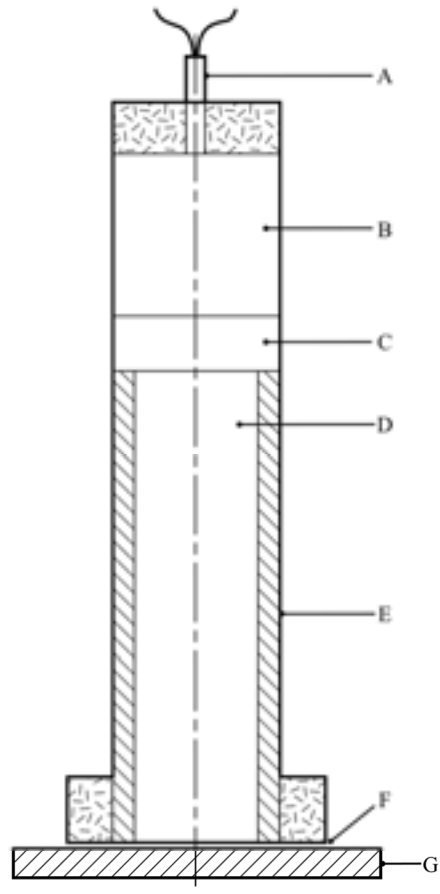
17.5.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Un trou net percé à travers la plaque indique qu'une détonation a été amorcée dans l'échantillon. Une matière qui détone au cours de l'un des essais n'est pas une MEPS et le résultat est considéré comme positif (+).

17.5.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	+
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Octogène/aluminium/liant énergétique (51/19/14), moulé	+
Hexogène/liant inerte (85/15), moulé	+
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F (95/5), comprimé	-
TNT, moulé	+

Figure 17.5.1.1 : Épreuve d'amorçage de la détonation pour MEPS



(A)	Détonateur	(B)	Charge excitatrice
(C)	Barrière de PMMA	(D)	Échantillon
(E)	Tube en acier	(F)	Intervalle d'air
(G)	Plaque témoin		

17.6 Série 7, type c) : Dispositions d'épreuve

17.6.1 Épreuve 7 c) i) : Épreuve d'impact « SUSAN »

17.6.1.1 Introduction

L'épreuve d'impact « SUSAN » a pour objet de déterminer le degré de réaction explosive sous l'effet d'un impact à grande vitesse. On procède à cette épreuve en chargeant les matières explosibles dans des projectiles normalisés et en tirant ces projectiles sur une cible à une vitesse déterminée.

17.6.1.2 Appareillage et matériels

17.6.1.2.1 On utilise des pastilles cylindriques d'explosif de 51 mm de diamètre et 102 mm de long, produites par les techniques classiques.

17.6.1.2.2 L'épreuve « SUSAN » utilise les projectiles décrits à la figure 17.6.1.1. Le projectile pèse 5,4 kg prêt au tir et contient environ 0,45 kg d'explosif. Ses dimensions extérieures sont de 81,3 mm de diamètre et 220 mm de long.

17.6.1.2.3 Les projectiles sont tirés dans un canon à âme lisse de calibre 81,3 mm. La bouche du canon se trouve à 4,65 m d'une plaque d'acier à blindage à surface lisse, de 64 mm d'épaisseur, qui sert de cible. La vitesse d'impact du projectile est obtenue par adaptation des charges propulsives dans le canon.

17.6.1.2.4 La figure 17.6.1.2 donne le schéma du dispositif de tir avec l'emplacement du canon par rapport à la cible et les positions relatives des appareils de contrôle. La trajectoire se trouve à environ 1,2 m au-dessus du sol.

17.6.1.2.5 L'aire de tir est équipée de capteurs de pression étalonnés et d'appareils d'enregistrement. Le système d'enregistrement des pressions doit avoir une fréquence de réponse s'étendant jusqu'à au moins 20 kHz. On mesure les vitesses d'impact et les surpressions d'onde de choc aérienne. Les pressions sont mesurées à une distance de 3,05 m du point d'impact (capteurs (C) sur la figure 17.6.1.2).

17.6.1.3 Mode opératoire

17.6.1.3.1 La charge propulsive dans le canon est ajustée de façon à lancer le projectile à la vitesse de 333 m/s. On exécute le tir et on enregistre la vitesse d'impact ainsi que la surpression résultant de la réaction de la matière à l'impact. Si on n'obtient pas une vitesse de 333 m/s (+ 10 %, - 0 %), on ajuste la quantité de poudre propulsive et on recommence l'épreuve.

17.6.1.3.2 Dès que l'on a obtenu une vitesse d'impact de 333 m/s, l'épreuve est répétée jusqu'à l'obtention d'enregistrements pression/temps satisfaisants sur au moins cinq tirs différents. Pour chacun de ces tirs reconnus valables, la vitesse d'impact doit être de 333 m/s (+ 10 %, - 0 %).

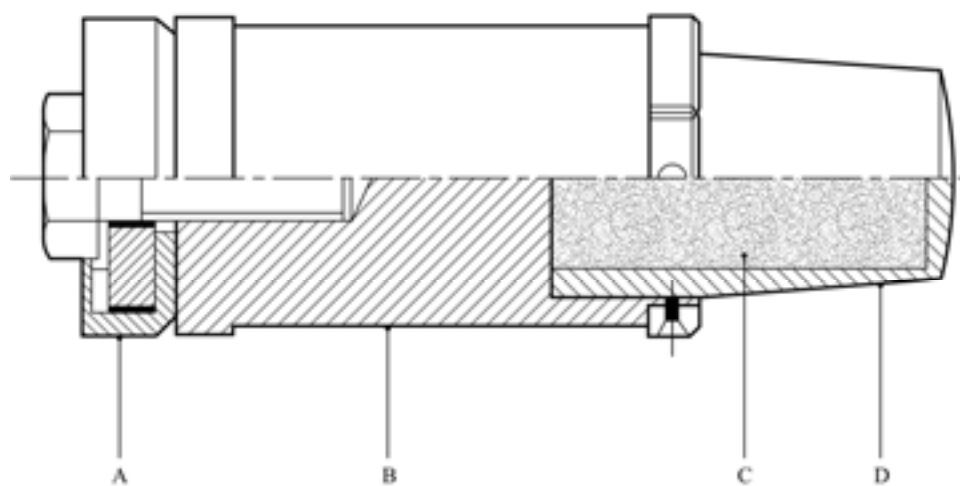
17.6.1.4 Critères d'épreuve et méthodes d'évaluation des résultats

On enregistre la surpression maximale (effet de souffle) pour chaque tir. On détermine la moyenne des pressions maximales obtenues lors des cinq tirs reconnus valables. Si la pression moyenne ainsi obtenue est supérieure ou égale à 27 kPa, la matière n'est pas une MEPS et le résultat est considéré comme positif (+).

17.6.1.5 *Exemples de résultats*

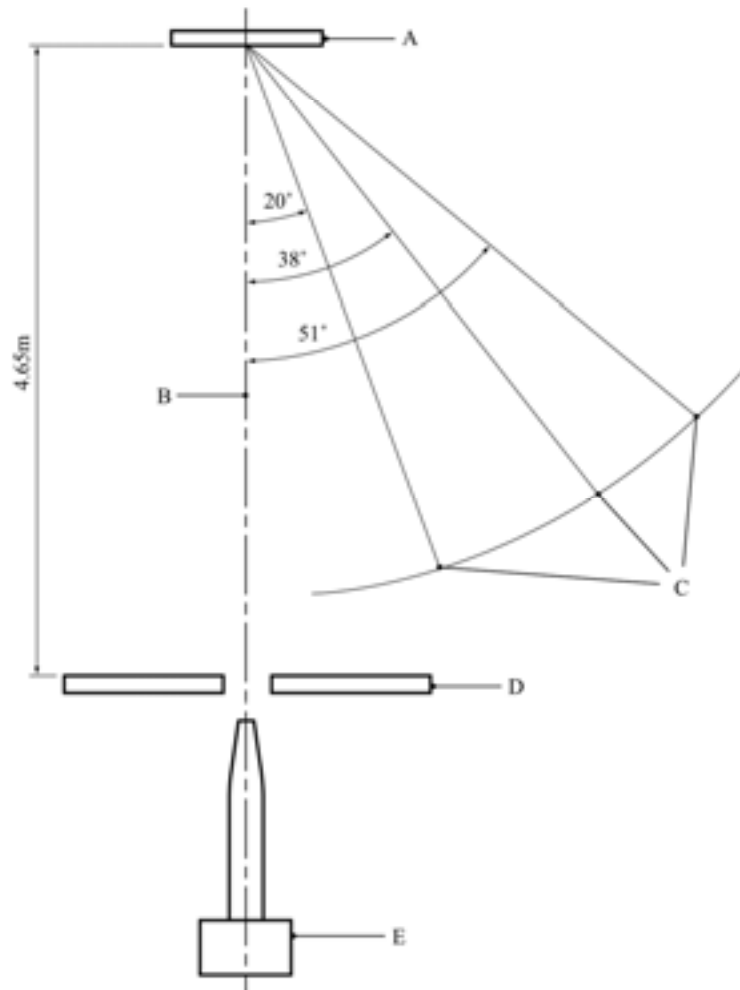
Matière	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	-
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Octogène/aluminium/liant énergétique (51/19/14), moulé	+
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F (95/5), comprimé	-

Figure 17.6.1.1 : Projectile de l'épreuve « SUSAN »



(A)	Joint en cuir
(B)	Corps en acier
(C)	Explosif éprouvé
(D)	Coiffe en aluminium

Figure 17.6.1.2 : Schéma de principe du site de tir (vue en élévation)



-
- | | |
|-----|------------------------------------------------------------|
| (A) | Plaque de blindage (64 mm d'épaisseur) |
| (B) | Trajectoire |
| (C) | Capteurs de mesure de souffle (à 3,05 m du point d'impact) |
| (D) | Écran pare-fumée |
| (E) | Canon de 81,3 mm |
-

17.6.2 Épreuve 7 c) ii) : Épreuve de friabilité**17.6.2.1 Introduction**

L'épreuve de friabilité sert à déterminer l'aptitude d'une matière compacte susceptible d'être considérée comme MEPS à se dégrader dangereusement sous l'effet d'un choc.

17.6.2.2 Appareillage et matériels

On utilise le matériel suivant :

- a) Une arme permettant de projeter des échantillons de matière cylindriques de 18 mm de diamètre à la vitesse de 150 m/s ;
- b) Une plaque d'acier inoxydable Z30 C 13 d'épaisseur 20 mm et dont la face avant a une rugosité de 3,2 microns (normes AFNOR NF E 05-015 et NF E 05-016) ;
- c) Une bombe manométrique de $108 \pm 0,5$ cm³ maintenue à 20 °C ;
- d) Une capsule d'allumage contenant 0,5 g de poudre noire d'une granulométrie moyenne de 0,75 mm et une boucle de fil chauffant. La composition de la poudre noire doit être la suivante : 74 % de nitrate de potassium, 10,5 % de soufre et 15,5 % de carbone. Sa teneur en humidité doit être inférieure à 1 % ;
- e) Un échantillon cylindrique de matière compacte, de $18 \pm 0,1$ mm de diamètre. Sa longueur est ajustée de façon à obtenir une masse de $9,0 \pm 0,1$ g. L'échantillon est maintenu à la température de 20 °C ;
- f) Une boîte pour la récupération des fragments.

17.6.2.3 Mode opératoire

17.6.2.3.1 L'échantillon est projeté contre la plaque d'acier avec une vitesse initiale suffisante pour obtenir à l'impact une vitesse aussi proche que possible de 150 m/s. La masse des fragments recueillis après le choc doit être d'au moins 8,8 g. Ces fragments sont mis à feu dans une bombe manométrique. L'épreuve est exécutée trois fois.

17.6.2.3.2 On enregistre la courbe de pression en fonction du temps, $p = f(t)$, ce qui permet de construire la courbe $(dp/dt) = f(t)$, de laquelle on tire la valeur $(dp/dt)_{\max}$. La valeur $(dp/dt)_{\max}$ correspondant à la vitesse d'impact de 150 m/s est alors déterminée.

17.6.2.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Si la moyenne des valeurs maximales $(dp/dt)_{\max}$ obtenue à la vitesse d'impact de 150 m/s est supérieure à 15 MPa/ms, la matière éprouvée n'est pas une MEPS et le résultat est considéré comme positif (+).

17.6.2.5 Exemples de résultats

Matériau	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	-
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Octogène/aluminium/liant énergétique (51/19/14), moulé	-
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F (95/5), comprimé	-

17.7 Série 7, type d) : Dispositions d'épreuve**17.7.1 Épreuve 7 d) i) : Épreuve de l'impact de balle pour MEPS****17.7.1.1 Introduction**

L'épreuve de l'impact de balle vise à évaluer la réaction d'une matière susceptible d'être considérée comme MEPS au transfert d'énergie cinétique associé à l'impact et à la perforation par un projectile d'énergie donnée (balle de 12,7 mm lancée à une vitesse déterminée).

17.7.1.2 Appareillage et matériels

17.7.1.2.1 On utilise des échantillons d'explosif produits selon des techniques classiques. Les échantillons doivent avoir une longueur de 20 cm et un diamètre permettant un ajustage serré dans un tube en acier sans soudure d'un diamètre intérieur nominal de 45 mm ($\pm 10\%$), d'une épaisseur de 4 mm ($\pm 10\%$) et d'une longueur de 200 mm. Les tubes sont fermés par des couvercles d'acier ou de fonte, de résistance au moins égale à celle du tube, serrés au couple de 204 Nm.

17.7.1.2.2 Le projectile est une balle perforante normale de 12,7 mm d'une masse de 0,046 kg, tiré par une arme de même calibre à la vitesse nominale d'environ 840 ± 40 m/s.

17.7.1.3 Mode opératoire

17.7.1.3.1 Pour les épreuves, on doit produire au moins six spécimens d'essai (matière à éprouver dans son tube en acier fermé par les couvercles).

17.7.1.3.2 Chaque spécimen d'essai est fixé sur un support adéquat à une certaine distance de la bouche de l'arme. Il doit être solidement maintenu par un dispositif de serrage sur le support. Ce dispositif doit pouvoir empêcher l'objet d'être délogé sous l'impact de la balle.

17.7.1.3.3 L'épreuve consiste à tirer un projectile sur chaque spécimen. Il doit être effectué trois essais au moins avec l'objet orienté de façon que son axe longitudinal soit perpendiculaire à la trajectoire (impact sur le côté du tube). Il doit aussi en être effectué trois au moins avec l'objet orienté de façon que son axe longitudinal soit parallèle à la trajectoire (impact sur l'un des couvercles).

17.7.1.3.4 Les restes du tube d'essai sont récupérés. La fragmentation totale du tube indique qu'il y a eu explosion ou détonation.

17.7.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Une matière qui explose ou détone au cours d'un essai n'est pas une MEPS et le résultat est considéré comme positif (+).

17.7.1.5 Exemples de résultats

Matériau	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	-
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Octogène/Aluminium/liant énergétique (51/19/14), moulé	-
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F (95/5), comprimé	-

17.7.2 Épreuve 7 d) ii) : Épreuve de friabilité**17.7.2.1 Introduction**

L'épreuve de friabilité sert à évaluer la réaction d'une matière susceptible d'être considérée comme MEPS au transfert d'énergie cinétique associé à l'impact et à la pénétration d'un projectile d'énergie donnée, se déplaçant à une vitesse donnée.

17.7.2.2 Appareillage et matériels

On utilise le matériel suivant :

- a) Une arme permettant de projeter des échantillons cylindriques de 18 mm de diamètre à la vitesse de 150 m/s ;
- b) Une plaque d'acier inoxydable Z30 C 13 d'épaisseur 20 mm et dont la face avant a une rugosité de 3,2 microns (normes AFNOR NF E 05-015 et NF E 05-16) ;
- c) Une bombe manométrique de $108 \pm 0,5$ cm³ maintenue à 20 °C ;
- d) Une cartouche d'allumage contenant 0,5 g de poudre noire d'une granulométrie moyenne de 0,75 mm et une boucle de fil chauffant. La poudre noire doit avoir la composition suivante : nitrate de potassium 74 %, soufre 10,5 %, carbone 15,5 %. Sa teneur en humidité doit être inférieure à 1 % ;
- e) Un échantillon cylindrique de matière compacte, de $18 \pm 0,1$ mm de diamètre. Sa longueur est ajustée de façon à obtenir une masse de $9,0 \pm 0,1$ g. L'échantillon est maintenu à la température de 20 °C ;
- f) Une boîte pour la récupération des fragments.

17.7.2.3 Mode opératoire

17.7.2.3.1 L'échantillon est projeté contre la plaque d'acier avec une vitesse initiale suffisante pour obtenir à l'impact une vitesse aussi proche que possible de 150 m/s. La masse des fragments recueillis après le choc doit être d'au moins 8,8 g. Ces fragments sont mis à feu dans une bombe manométrique. L'épreuve est exécutée trois fois.

17.7.2.3.2 On enregistre la courbe de pression en fonction du temps, $p = f(t)$; ce qui permet de construire la courbe $(dp/dt) = f(t)$, de laquelle on tire la valeur $(dp/dt)_{\max}$. La valeur $(dp/dt)_{\max}$ correspondant à la vitesse d'impact de 150 m/s est alors déterminée.

17.7.2.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Si la moyenne des valeurs maximales $(dp/dt)_{\max}$ obtenue à la vitesse d'impact de 150 m/s est supérieure à 15 MPa/ms, la matière éprouvée n'est pas une MEPS et le résultat est considéré comme positif (+).

17.7.2.5 Exemples de résultats

Matière	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	-
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Octogène/aluminium/liant énergétique (51/19/14), moulé	-
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F (95/5), comprimé	-

17.8 Série 7, type e) : Dispositions d'épreuve**17.8.1 Épreuve 7 e) : Épreuve du feu extérieur pour les MEPS**17.8.1.1 *Introduction*

L'épreuve du feu extérieur sert à déterminer la réaction à un feu extérieur d'une matière susceptible d'être considérée comme une MEPS, lorsqu'elle est confinée.

17.8.1.2 *Appareillage et matériels*

On utilise des échantillons d'explosif produits selon des techniques classiques. Ils doivent avoir une longueur de 20 cm et un diamètre permettant un ajustage serré dans un tube en acier sans soudure d'un diamètre intérieur de 45 mm ($\pm 10\%$), d'une épaisseur de paroi de 4 mm ($\pm 10\%$) et d'une longueur de 200 mm. Les tubes sont fermés par des couvercles d'acier ou de fonte, de résistance au moins égale à celle du tube, serrés au couple de 204 Nm.

17.8.1.3 *Mode opératoire*

17.8.1.3.1 Le mode opératoire est le même que celui de l'épreuve 6 c) (voir le paragraphe 16.6.1.3) sauf pour ce qui est indiqué au paragraphe 17.8.1.3.2 ci-dessous.

17.8.1.3.2 Pour l'épreuve, on utilise :

- a) Soit un feu dont les flammes doivent envelopper quinze échantillons confinés entassés en trois piles adjacentes de deux échantillons attachés au-dessus de trois échantillons ;
- b) Soit trois feux au-dessus de chacun desquels cinq échantillons sont disposés horizontalement et attachés ensemble.

Des photographies en couleurs sont prises comme preuves de l'état des échantillons après chaque épreuve. On note la formation d'un cratère au sol ainsi que la taille et la répartition des fragments du tube pour indiquer le degré de violence de la réaction.

17.8.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Une matière explosible qui détone ou réagit violemment avec projection de fragments à plus de 15 m n'est pas une MEPS et le résultat est considéré comme positif (+).

17.8.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	-
Octogène/liant inerte (85/15), moulé	-
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Octogène/aluminium/liant énergétique (51/19/14), moulé	-
Hexogène/liant inerte (85/15), moulé	+
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F (95/5), comprimé	-

17.9 Série 7, type f) : Dispositions d'épreuve

17.9.1 Épreuve 7 f) : Épreuve de chauffage lent pour les MEPS

17.9.1.1 Introduction

L'épreuve sert à déterminer la réaction d'une matière susceptible d'être considérée comme MEPS à un environnement dont la température augmente progressivement, ainsi que la température à laquelle cette réaction se produit.

17.9.1.2 Appareillage et matériels

17.9.1.2.1 On utilise des échantillons d'explosifs produits selon des techniques classiques. Ils doivent avoir une longueur de 200 mm et un diamètre permettant un ajustage serré dans un tube en acier sans soudure d'un diamètre intérieur de 45 mm ($\pm 10\%$), d'une épaisseur de paroi de 4 mm ($\pm 10\%$) et d'une longueur de 200 mm. Les tubes sont fermés par des couvercles d'acier, de résistance au moins égale à celle du tube, serrés au couple de 204 Nm.

17.9.1.2.2 On utilise un four réglé ayant une plage de température de 40 °C à 365 °C avec une vitesse d'accroissement de 3,3 °C par heure sur toute cette plage, tout en assurant, par circulation d'air ou par un autre moyen, une répartition uniforme de la température autour de l'éprouvette.

17.9.1.2.3 Des dispositifs doivent enregistrer la température en continu ou au moins toutes les 10 minutes. L'appareillage, qui doit avoir une précision de $\pm 2\%$ sur la plage de température au cours de l'épreuve, sert à mesurer :

- a) la température de l'air à l'intérieur du four ;
- b) la température de la surface extérieure du tube d'acier.

17.9.1.3 Mode opératoire

17.9.1.3.1 Le spécimen est soumis à une augmentation progressive de la température de l'air, à raison de 3,3 °C par heure, jusqu'à ce qu'une réaction se produise. On peut commencer l'épreuve en préconditionnant l'objet à une température située à 55 °C au-dessous de la température de réaction prévue. On enregistre la température à partir de laquelle la température de l'échantillon dépasse celle du four.

17.9.1.3.2 À la fin de chaque épreuve, on récupère dans la zone d'essai le tube, ou ses fragments, que l'on examine pour rechercher les indices d'une réaction explosive violente. On peut prendre des photographies en couleurs comme documents sur l'état de l'échantillon et celui du matériel d'épreuve avant et après l'essai. On note également s'il y a formation d'un cratère dans le sol, ainsi que la taille et la répartition des fragments pour indiquer le degré de violence de la réaction.

17.9.1.3.3 On effectue trois essais pour chaque matière, à moins qu'un résultat positif ne soit constaté au premier ou au deuxième.

17.9.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

Une matière qui détone ou réagit violemment (fragmentation d'un ou des deux couvercles d'extrémité et fragmentation du tube en plus de trois morceaux) n'est pas considérée comme une MEPS et le résultat est jugé positif (+).

17.9.1.5 *Exemples de résultats*

Matériau	Résultat
Octogène/liant inerte (86/14), moulé	-
Octogène/liant énergétique (80/20), moulé	+
Hexogène/TNT (60/40), moulé	+
TATB/Kel-F (95/5), comprimé	-

17.10 Série 7, type g) : Dispositions d'épreuve**17.10.1 *Épreuve 7 g) : Épreuve du feu extérieur pour les objets (ou les composants) de la division 1.6***17.10.1.1 *Introduction*

L'épreuve du feu extérieur sert à déterminer la réaction à un feu extérieur d'un objet susceptible d'être affecté à la division 1.6 tel qu'il est présenté au transport.

17.10.1.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est le même que celui de l'épreuve 6 c) (voir le paragraphe 16.6.1.2).

17.10.1.3 *Mode opératoire*

17.10.1.3.1 Le mode opératoire pour cette épreuve est le même que celui de l'épreuve 6 c) (voir le paragraphe 16.6.1.3), à l'exception près que si le volume d'un objet individuel dépasse 0,15 m³, un seul objet est nécessaire.

17.10.1.3.2 On prend des photographies en couleurs pour attester de l'état de l'objet et du matériel d'épreuve avant et après l'épreuve. Pour indiquer le degré de réaction de l'objet, on note l'existence de restes de matières explosibles, d'une fragmentation, d'un souffle, de projections, d'un cratère, de l'endommagement de l'écran témoin, ainsi que d'une poussée.

17.10.1.3.3 Une vidéo en couleurs pendant la durée de l'essai peut être essentielle lors de l'évaluation de la réaction. En plaçant la ou les caméras, il est important que le champ de vision ne soit pas obstrué par un quelconque équipement ou instrument d'épreuve et contienne toutes les informations nécessaires.

17.10.1.3.4 Pour classer les objets complexes renfermant de multiples charges explosives principales contenant des MEPS, il convient d'exécuter l'épreuve du feu extérieur pour tous les composants des charges principales, afin de caractériser complètement le degré de réaction de l'objet.

17.10.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

S'il est observé un degré de réaction plus élevé que celui qui correspond à une combustion, comme indiqué à l'appendice 8, on considère que le résultat est positif (+) et que l'objet ne peut être classé comme objet de la division 1.6.

17.11 Série 7, type h) : Dispositions d'épreuve

17.11.1 *Épreuve 7 h) : Épreuve de chauffage lent pour les objets ou les composants de la division 1.6*

17.11.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la réaction d'un objet susceptible d'être affecté à la division 1.6 à un environnement dont la température augmente progressivement, ainsi que la température à laquelle cette réaction se produit.

17.11.1.2 *Appareillage et matériels*

17.11.1.2.1 On utilise un four réglé ayant une plage de température de 40 °C à 365 °C avec une vitesse d'accroissement de 3,3 °C par heure sur toute cette plage, tout en assurant, par circulation d'air ou par un autre moyen, une répartition uniforme de la température autour de l'objet éprouvé. Les réactions secondaires pouvant se produire (par exemple lorsque des exsudats ou gaz d'explosion entrent en contact avec les éléments de chauffe) sont de nature à invalider l'épreuve ; il est toutefois possible de les éviter en utilisant un récipient intérieur étanche dans lequel sont enfermés les objets sans emballage. Il est en outre nécessaire de prévoir des dispositifs de décharge pour la surpression d'air due à l'échauffement.

17.11.1.2.2 Des dispositifs doivent enregistrer la température en continu ou au moins toutes les 10 minutes. L'appareillage, qui doit avoir une précision de $\pm 2\%$ sur la plage de température au cours de l'épreuve, sert à mesurer :

- a) la température de l'air autour de l'objet éprouvé ; et
- b) la température de la surface extérieure de l'objet.

17.11.1.3 *Mode opératoire*

17.11.1.3.1 L'objet est soumis à une augmentation progressive de la température de l'air, à raison de 3,3 °C par heure, jusqu'à ce qu'une réaction se produise. On peut commencer l'épreuve en préconditionnant l'objet à une température située à 55 °C au-dessous de la température de réaction prévue. On mesure et on enregistre les températures et le temps écoulé.

17.11.1.3.2 On prend des photographies en couleurs pour attester de l'état de l'objet et du matériel d'épreuve avant et après l'épreuve. Pour indiquer le degré de réaction de l'objet, on note l'existence de restes de matières explosibles, d'une fragmentation, d'un souffle, de projections, d'un cratère, de l'endommagement de la plaque témoin, ainsi que d'une poussée. Une vidéo en couleurs pendant la durée de l'essai peut être essentielle lors de l'évaluation de la réaction. En plaçant la ou les caméras, il est important que le champ de vision ne soit pas obstrué par un quelconque équipement ou instrument d'épreuve et contienne toutes les informations nécessaires.

17.11.1.3.3 L'épreuve est exécutée deux fois, à moins qu'un résultat positif ne soit obtenu dès la première. Pour classer les objets complexes renfermant de multiples charges explosives principales contenant des MEPS, il convient d'exécuter l'épreuve du chauffage lent pour tous les composants des charges principales, afin de caractériser complètement le degré de réaction de l'objet.

17.11.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

S'il est observé un degré de réaction plus élevé que celui qui correspond à une combustion, comme indiqué à l'appendice 8, on considère que le résultat est positif (+) et l'objet ne peut être affecté à la division 1.6.

17.12 Série 7, type j) : Dispositions d'épreuve

17.12.1 *Épreuve 7 j) : Épreuve de l'impact de balle pour les objets ou les composants de la division 1.6*

17.12.1.1 *Introduction*

L'épreuve de l'impact de balle vise à évaluer la réaction d'un objet susceptible d'être affecté à la division 1.6 au transfert d'énergie cinétique associé à l'impact et à la perforation par un projectile d'énergie donnée.

17.12.1.2 *Appareillage et matériels*

On utilise une arme de calibre 12,7 mm pour tirer des munitions perforantes du même calibre, la masse du projectile étant de 0,046 kg. Les charges propulsives normalisées peuvent devoir être ajustées afin que soient atteintes, avec une certaine tolérance, les vitesses des projectiles. Les armes sont actionnées par télécommande et, pour les protéger des éclats, on effectue le tir à travers une ouverture pratiquée dans une plaque d'acier épaisse. Les bouches des canons doivent être situées à une distance minimale de 10 mètres de l'objet, afin que la balle soit stabilisée avant l'impact, et à une distance maximale de 30 m de l'objet selon la masse d'explosif que contient ce dernier. L'objet à éprouver doit être fixé à l'aide d'un dispositif de serrage qui l'empêche d'être délogé sous l'effet des projectiles.

17.12.1.3 *Mode opératoire*

17.12.1.3.1 L'objet susceptible d'être affecté à la division 1.6 est soumis à une rafale de trois coups tirés à la vitesse initiale de 840 ± 40 m/s et à la cadence de 600 coups par minute. L'épreuve est répétée dans trois orientations différentes, l'objet étant touché en ses zones les plus sensibles, telles qu'elles sont établies par l'autorité compétente. Ces zones sont celles pour lesquelles une évaluation de la sensibilité à l'explosion (explosibilité et sensibilité), ajoutée à la connaissance de la conception de l'objet, permet d'indiquer le degré de réaction le plus violent possible.

17.12.1.3.2 On prend des photographies en couleurs pour attester de l'état de l'objet et du matériel d'épreuve avant et après l'épreuve. Pour indiquer le degré de réaction de l'objet, on note l'existence de restes de matières explosibles, d'une fragmentation, d'un souffle, de projections, d'un cratère, de l'endommagement de la plaque témoin, ainsi que d'une poussée.

17.12.1.3.3 Une vidéo en couleurs pendant la durée de l'essai peut être essentielle lors de l'évaluation de la réaction. En plaçant la ou les caméras, il est important que le champ de vision ne soit pas obstrué par un quelconque équipement ou instrument d'épreuve et contienne toutes les informations nécessaires.

17.12.1.3.4 Pour classer les objets complexes renfermant de multiples charges explosives principales contenant des MEPS, il convient d'exécuter l'épreuve de l'impact de balle pour tous les composants des charges principales, afin de caractériser complètement le degré de réaction de l'objet.

17.12.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

S'il est observé un degré de réaction plus élevé que celui qui correspond à une combustion, comme indiqué à l'appendice 8, on considère que le résultat est positif (+) et l'objet ne peut être affecté à la division 1.6.

17.13 Série 7, type k) : Dispositions d'épreuve

17.13.1 *Épreuve 7 k) : Épreuve sur une pile d'objets pour les objets de la division 1.6*

17.13.1.1 *Introduction*

Cette épreuve a pour but de déterminer si la détonation d'un objet susceptible d'être affecté à la division 1.6, tel qu'il est présenté au transport, fait détoner un objet adjacent identique.

17.13.1.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est le même que celui de l'épreuve 6 b) (voir 16.5.1.2), un essai étant effectué sous confinement et un autre sans confinement. L'épreuve ne doit être exécutée que sur des objets susceptibles de détoner et d'être affectés à la division 1.6, ceux qui ne sont pas susceptibles de détoner étant dispensés de l'épreuve 7 k) sur une pile d'objets (la justification de l'absence de détonation de l'objet étant disponible). Lorsque l'objet est conçu pour produire une détonation, l'amorce de l'objet lui-même ou une sollicitation de puissance comparable doit être employée pour amorcer l'objet excitateur. Lorsque l'objet n'est pas conçu pour détoner, mais est capable de soutenir une détonation, l'objet excitateur doit être amené à détoner au moyen d'une amorce choisie pour minimiser les effets de l'explosion sur le ou les objets récepteurs.

17.13.1.3 *Mode opératoire*

Le mode opératoire pour cette épreuve est le même que celui de l'épreuve 6 b) (voir 16.5.1.3). L'épreuve est effectuée deux fois, à moins que la détonation d'un objet récepteur ne se produise avant la fin. On prend des photographies en couleurs pour attester de l'état de l'objet et du matériel d'épreuve avant et après l'épreuve. Pour évaluer si un objet récepteur a détoné ou non (notamment partiellement), on note l'existence de restes de matières explosibles, d'une fragmentation, d'un souffle, de projections, d'un cratère, de l'endommagement de la plaque témoin, ainsi que d'une poussée. Les données sur les effets de souffle peuvent servir à étayer cette conclusion. Une vidéo en couleurs pendant la durée de l'essai peut être essentielle lors de l'évaluation de la réaction. En plaçant la ou les caméras, il est important que le champ de vision ne soit pas obstrué par un quelconque équipement ou instrument d'épreuve et contienne toutes les informations nécessaires. Il peut être utile, en vue d'évaluer le degré de réaction des objets récepteurs, de comparer les données provenant des deux épreuves sur une pile d'objets à celles de l'unique tir d'étalonnage de l'objet excitateur ou à une pression calculée de détonation de l'objet excitateur.

17.13.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Si une détonation dans la pile se communique de l'objet excitateur à un objet récepteur, on considère que le résultat est positif (+) et que l'objet ne peut être affecté à la division 1.6. On considère que le résultat est négatif (-) lorsqu'au cours de l'évaluation du degré de réaction de l'objet récepteur il n'est observé ni réaction, ni combustion, ni déflagration ou explosion, comme indiqué à l'appendice 8.

17.14 Série 7, type I) : Dispositions d'épreuve

17.14.1 Épreuve 7 I) : Épreuve de l'impact de fragment pour les objets (ou les composants) de la division 1.6

17.14.1.1 Introduction

Cette épreuve vise à déterminer la réaction d'un objet, tel que présenté au transport, à un impact localisé correspondant à celui d'un fragment qui proviendrait d'un objet détonant proche.

17.14.1.2 Appareillage et matériels

Afin de réduire les variations dues à l'inclinaison, il est recommandé d'employer une arme pour tirer sur un objet susceptible d'être affecté à la division 1.6 et le toucher avec un fragment normalisé en acier de 18,6 g, ayant la forme d'un cylindre circulaire droit avec un nez conique, comme illustré dans la figure 17.14.1. La distance entre le dispositif de mise à feu et l'objet éprouvé doit être telle que le fragment soit stabilisé du point de vue balistique au moment de l'impact. Des barrières doivent protéger l'arme télécommandée des dégâts que pourrait causer la réaction de l'objet éprouvé.

17.14.1.3 Mode opératoire

17.14.1.3.1 L'épreuve est répétée dans deux orientations différentes, l'objet étant touché en ses zones les plus sensibles, telles qu'elles sont établies par l'autorité compétente. Ces zones sont celles pour lesquelles une évaluation de la sensibilité à l'explosion (explosibilité et sensibilité), ajoutée à la connaissance de la conception de l'objet, permet d'indiquer le degré de réaction le plus violent possible. D'une façon générale, on effectue une épreuve en visant un composant de relais d'amorçage non MEPS et une deuxième épreuve en prenant pour cible le centre de la charge explosive principale. L'impact doit généralement se faire suivant la normale à la surface extérieure de l'objet. La vitesse du fragment lors de l'impact doit être de $2\,530 \pm 90$ m/s.

17.14.1.3.2 On prend des photographies en couleurs pour attester de l'état de l'objet et du matériel d'épreuve avant et après l'épreuve. Pour indiquer le degré de réaction de l'objet, on note l'existence de restes de matières explosibles, d'une fragmentation, d'un souffle, de projections, d'un cratère, de l'endommagement de la plaque témoin, ainsi que d'une poussée.

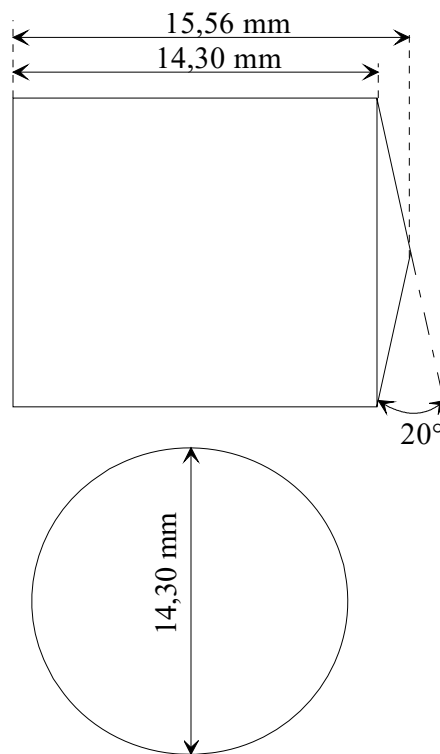
17.14.1.3.3 Une vidéo en couleurs pendant la durée de l'essai peut être essentielle lors de l'évaluation de la réaction. En plaçant la ou les caméras, il est important que le champ de vision ne soit pas obstrué par un quelconque équipement ou instrument d'épreuve et contienne toutes les informations nécessaires.

17.14.1.3.4 Pour classer les objets complexes renfermant de multiples charges explosives principales contenant des MEPS, il convient d'exécuter l'épreuve de l'impact de fragment pour tous les composants des charges principales, afin de caractériser complètement le degré de réaction de l'objet.

17.14.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

S'il est observé un degré de réaction plus élevé que celui qui correspond à une combustion, comme indiqué à l'appendice 8, on considère que le résultat est positif (+) et l'objet ne peut être affecté à la division 1.6.

Figure 17.14.1 : Fragment normalisé destiné à l'épreuve de l'impact de fragment pour les objets de la division 1.6



NOTA :

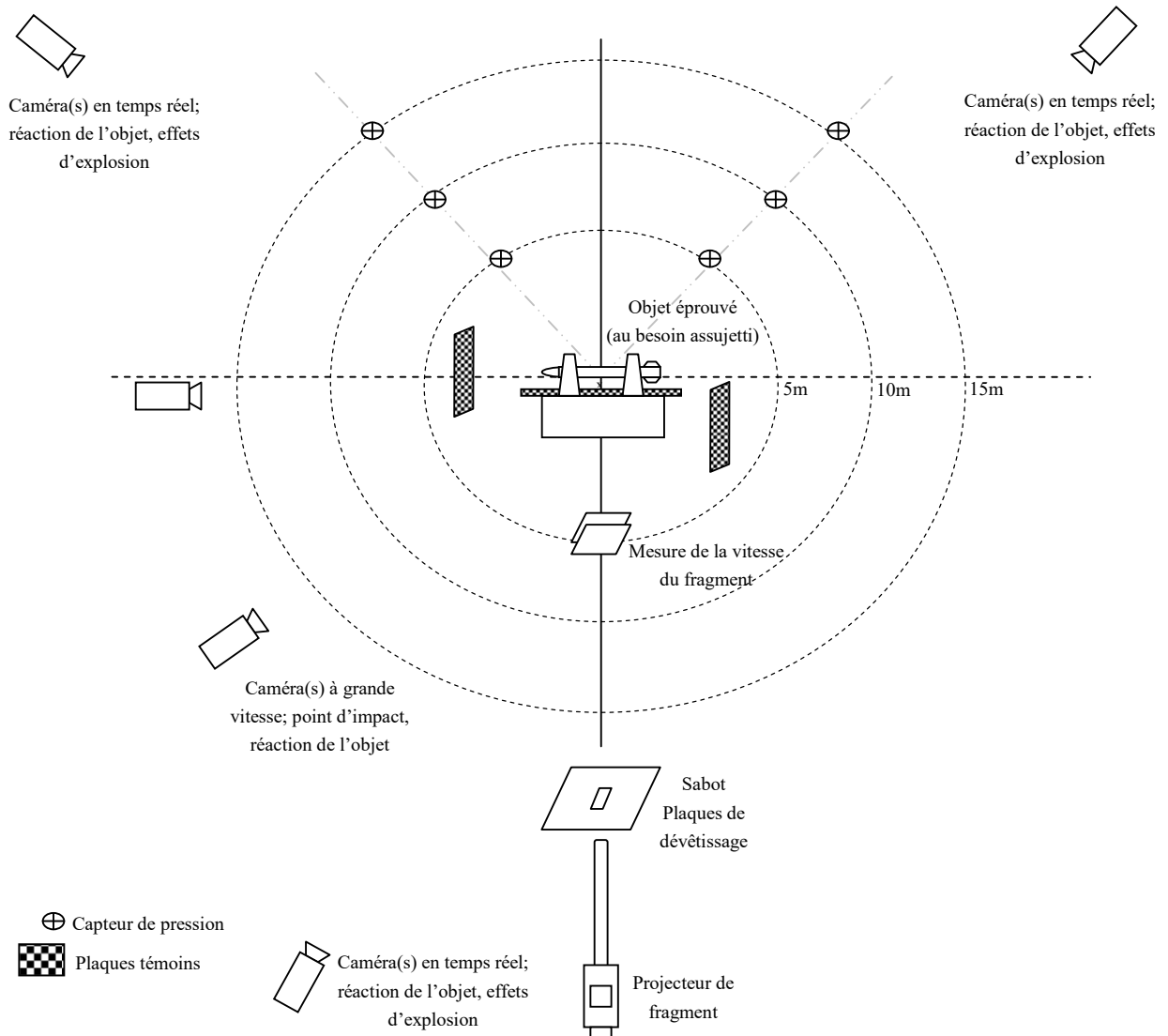
Forme : cylindre à bout conique de rapport $\frac{L(\text{longueur})}{D(\text{diamètre})} > 1$ pour des raisons de stabilité ;

Tolérances : $\pm 0,05$ mm et $\pm 0^{\circ} 30'$;

Masse du fragment : 18,6 g ;

Matériau du fragment : acier non allié doux de dureté Brinell inférieure à 270.

Figure 17.14.2 : Montage type pour l'épreuve de l'impact de fragment pour les objets de la division 1.6



SECTION 18

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 8

18.1 Introduction

À la question de savoir si une émulsion, une suspension ou un gel de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA) est suffisamment insensible pour être classé dans la division 5.1 on répond en soumettant la matière aux trois types d'épreuves 8 a), 8 b) et 8 c) qui constituent la série 8, ou si la matière a obtenu un résultat négatif dans l'épreuve de type 8 c) et a montré un temps de réaction à cette épreuve supérieur à 60 secondes et un contenu en eau supérieur à 14%, les types 8 a), 8 b) et 8 e). Les types d'épreuves sont les suivants :

Type 8 a)	épreuve pour déterminer la stabilité à la chaleur ;
Type 8 b)	épreuve d'excitation par onde de détonation pour déterminer la sensibilité à une onde de choc violent ;
Type 8 c)	épreuve pour déterminer l'effet du chauffage sous confinement ;
Type 8 e)	épreuve de pression minimale de combustion du CanmetLCRE.

La série d'épreuves 8 d) figure dans la présente section en tant que méthode visant à déterminer si les ENA peuvent être placés en tant que matières comburantes dans des citernes mobiles.

18.2 Méthodes d'épreuve

Les méthodes d'épreuve actuellement utilisées sont énumérées au tableau 18.1.

Tableau 18.1: MÉTHODES D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE 8

Code	Nom de l'épreuve	Section
8 a)	Épreuve de stabilité à la chaleur pour les ENA ^a	18.4
8 b)	Épreuve d'amorçage de la détonation à grande échelle pour les ENA ^a	18.5
8 c)	Épreuve de Koenen ^a	18.6
8 d)	Épreuves du tube avec événement ^b	18.7
8 e)	Épreuve de pression minimale de combustion du CanmetLCRE ^a	18.8

^a Cette épreuve est destinée au classement.

^b Ces épreuves visent à déterminer si les ENA peuvent être placés en tant que matières comburantes dans des citernes mobiles.

18.3 Conditions d'épreuve

18.3.1 À moins qu'il n'en soit spécifié autrement dans ces épreuves, la matière doit être éprouvée telle qu'elle est présentée au transport, à la plus haute température qui puisse survenir au cours du transport (voir 1.5.4 du présent Manuel).

18.4 Série 8, Type a) : Dispositions d'épreuve

18.4.1 Épreuve 8 a) : Épreuve de stabilité à la chaleur pour le nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel

18.4.1.1 Introduction

18.4.1.1.1 Cette épreuve sert à déterminer si une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine est thermiquement

stable aux températures atteintes lors du transport. Lorsque ce type d'épreuve est exécuté normalement (voir 28.4.4), l'enceinte d'épreuve isolée de 500 ml est la seule qui soit représentative des emballages, des GRV et des petites citernes. Cette épreuve est également utilisée pour mesurer la stabilité à la chaleur des émulsions, suspensions ou gels de nitrate d'ammonium au cours du transport en citerne lorsqu'elle est exécutée sur les matières qui sont à une température qui dépasse de 20 °C la température maximale pouvant être atteinte au cours du transport, ou si elle est plus élevée, à la température au moment du chargement.

18.4.1.2 *Appareillage et matériels*

18.4.1.2.1 L'appareillage d'épreuve comporte une chambre d'épreuve appropriée à thermostat (qui peut être ventilée), des enceintes d'épreuve isolées répondant aux critères énoncés avec des dispositifs de fermeture, des sondes thermiques et un matériel d'enregistrement.

18.4.1.2.2 ***L'épreuve doit être exécutée après une évaluation du risque, en tenant compte de la possibilité qu'un feu ou une explosion survienne dans la chambre d'épreuve, et en appliquant des mesures de contrôle appropriées pour la protection des personnes et des biens.*** Plusieurs épreuves peuvent être effectuées simultanément. Le système d'enregistrement doit être installé dans une zone d'observation distincte.

18.4.1.2.3 La chambre d'épreuve doit être suffisamment grande pour permettre à l'air de circuler autour des enceintes d'épreuve isolées. La température de l'air dans la chambre d'épreuve doit être réglée de manière que la température voulue d'un échantillon liquide inerte contenu dans l'enceinte d'épreuve isolée puisse être maintenue sans variation de plus de ± 2 °C pendant une période allant jusqu'à 10 jours. La température de l'air dans la chambre d'épreuve doit être mesurée et enregistrée.

18.4.1.2.4 On utilise des enceintes d'épreuves isolées ayant un volume de 500 ml environ munies d'un système de fermeture. La fermeture de l'enceinte d'épreuve doit être inerte.

18.4.1.2.5 Les caractéristiques de perte de chaleur du système utilisé, à savoir l'enceinte d'épreuve isolée et son système de fermeture, doivent être déterminées avant l'exécution de l'épreuve. Étant donné que le dispositif de fermeture influe fortement sur les caractéristiques de perte de chaleur, celles-ci peuvent être ajustées dans une certaine mesure en modifiant le système de fermeture. Les caractéristiques de perte de chaleur sont déterminées au moyen de la mesure du demi-temps de refroidissement de l'enceinte remplie d'une matière liquide réputée inerte, par exemple de l'eau distillée. La perte de chaleur par unité de masse, L (W/kg.K), est calculée à partir du demi-temps de refroidissement, $t_{1/2}$ (s), et de la chaleur spécifique, C_p (J/kg.K), de la matière à l'aide de la formule suivante :

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

18.4.1.2.6 Des enceintes d'épreuves isolées remplies de 400 ml de matière inerte, avec une perte de chaleur d'au plus 100 mW/kg.K conviennent.

18.4.1.3 *Mode opératoire*

18.4.1.3.1 Porter la chambre d'épreuve à une température qui dépasse de 20 °C la température maximale pouvant être atteinte au cours du transport ou la température au moment du chargement lorsque celle-ci est plus élevée. Remplir l'enceinte d'épreuve avec la matière à éprouver jusqu'à environ 80 % de la contenance de l'enceinte d'épreuve, soit environ 400 ml. Introduire la sonde thermique au centre de l'échantillon. Sceller le couvercle de l'enceinte d'épreuve et placer celle-ci dans la chambre d'épreuve, brancher le dispositif d'enregistrement de la température et fermer la chambre d'épreuve.

18.4.1.3.2 La température et celle de la chambre d'épreuve sont surveillées en permanence. Noter l'heure à laquelle l'échantillon atteint une température qui est inférieure de 2 °C à celle de la chambre d'épreuve. Poursuivre alors l'épreuve pendant sept jours ou jusqu'au moment où la température de l'échantillon dépasse de 6 °C ou plus celle de la chambre d'épreuve, si cela se produit d'abord.

18.4.1.3.3 À la fin de l'épreuve, laisser l'échantillon refroidir, le retirer de la chambre d'épreuve et l'éliminer dans les meilleurs délais.

18.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

18.4.1.4.1 Si la température de l'échantillon ne dépasse dans aucune épreuve celle de la chambre d'épreuve de 6 °C ou plus dans le délai de sept jours, l'émulsion, la suspension ou le gel de nitrate d'ammonium est considéré comme étant stable à la chaleur et peut continuer à être éprouvé en tant que matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine.

18.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse de l'échantillon (g)	Température d'épreuve (°C)	Résultat	Commentaires
Nitrate d'ammonium	408	102	-	Légère décoloration, durcissement en morceaux. Perte de masse 0,5 %
ENA-1 : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, combustible/émulsifiant 7 %	551	102	-	Séparation d'huile et de cristaux de sels. Perte de masse 0,8 %
ENA-2 (sensibilisé) : Nitrate d'ammonium 75 %, Eau 17 %, combustible/émulsifiant 7 %	501	102	-	Décoloration partielle. Perte de masse 0,8 %
ENA-Y : Nitrate d'ammonium 77 %, Eau 17 %, combustible/émulsifiant 7 %	500	85	-	Perte de masse 0,1 %
ENA-Z : Nitrate d'ammonium 75 %, Eau 20 %, combustible/émulsifiant 5 %	510	95	-	Perte de masse 0,2 %
ENA-G1 : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 1 %, Eau 16 %, combustible/émulsifiant 9 %	553	85	-	Pas d'augmentation de température
ENA-G2 : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 3 %, Eau 16 %, combustible/émulsifiant 7 %	540	85	-	Pas d'augmentation de température
ENA-J1 : Nitrate d'ammonium 80 %, Eau 13 %, combustible/émulsifiant 7 %	613	80	-	Perte de masse 0,1 %
ENA-J2 : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, combustible/émulsifiant 7 %	605	80	-	Perte de masse 0,3 %
ENA-J4 : Nitrate d'ammonium 71 %, Nitrate de sodium 11 %, Eau 12 %, combustible/émulsifiant 6 %	602	80	-	Perte de masse 0,1 %

18.5 **Série 8, Type b) : Dispositions d'épreuve**18.5.1 **Épreuve 8 b) : Épreuve d'amorçage de la détonation pour les ENA**18.5.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine à une onde de détonation d'une intensité donnée, c'est-à-dire avec charge excitatrice et barrière spécifiée.

18.5.1.2 *Appareillage et matériels*

18.5.1.2.1 Le dispositif d'épreuve comporte une charge explosible (charge excitatrice), une barrière, un tube contenant l'échantillon (charge réceptrice) et une plaque témoin en acier (cible).

On utilise le matériel suivant :

- a) Des détonateurs de puissance suffisante pour amorcer efficacement la charge excitatrice ;
- b) Des charges excitatrices formées d'un comprimé de pentolite (Penthrite/TNT contenant au moins 50 % de Penthrite), de composition B (hexogène/TNT contenant au moins 50 % d'hexogène) ou d'hexocire 95/5 (contenant au moins 95 % d'hexogène) de 95 mm de diamètre et de 95 mm de long, ayant une masse volumique de $1\,600\text{ kg/m}^3 \pm 50\text{ kg/m}^3$;
- c) Un tube d'acier d'un diamètre extérieur de $95,0 \pm 7,0$ mm, d'une épaisseur de paroi de $9,75 \pm 2,75$ mm, d'un diamètre intérieur de $73,0 \pm 7,0$ mm, et d'une longueur de 280 mm ;
- d) Les échantillons à éprouver (charges réceptrices) ;
- e) Un tronçon de barreau de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) de 95 mm de diamètre et de 70 mm de long ;
- f) Une plaque d'acier doux de 200 mm x 200 mm x 20 mm environ ;
- g) Des blocs de bois de 95 mm de diamètre et de 25 mm environ d'épaisseur percé d'un trou central pour maintenir le détonateur en place contre la charge excitatrice ;
- h) Des blocs de bois ou une matière équivalente pour maintenir le dispositif à au moins 100 mm au-dessus du sol.

18.5.1.3 *Mode opératoire*

18.5.1.3.1 Comme le montre la figure 18.5.1.1, le détonateur, la charge excitatrice, la barrière et l'échantillon à éprouver sont superposés et centrés sur l'axe qui passe par le centre de la plaque témoin. L'extrémité inférieure du tube est scellée au moyen d'une couche unique de bande adhésive ou d'un équivalent de manière à maintenir l'échantillon à éprouver ; celui-ci est rempli en veillant avec un soin particulier à ce qu'il ne subsiste pas de cavités à l'intérieur de l'échantillon ou entre l'échantillon et les parois du tube. La surface de l'échantillon doit être au même niveau que le bord de la douille. On doit veiller à assurer un bon contact entre le détonateur, la charge excitatrice, la barrière de PMMA et la charge réceptrice. L'échantillon doit être à la température ambiante. Le bloc de bois tenant le détonateur, la charge excitatrice, la barrière de PMMA et le tube d'acier devraient être solidement maintenus en position alignée (par exemple au moyen d'une bande d'adhésif placée à chaque intersection).

18.5.1.3.2 L'ensemble du dispositif, y compris la plaque témoin, est placé au-dessus du sol avec un intervalle d'air de 100 mm au moins entre le sol et la face inférieure de la plaque témoin, laquelle est soutenue sur deux de ses côtés seulement par des blocs de bois, ou un dispositif équivalent, comme indiqué à la figure 18.5.1.1. Les blocs doivent être placés de manière à laisser un espace sous l'endroit où le tube est placé sur la plaque témoin. Pour faciliter la récupération des fragments de la plaque témoin, l'ensemble du dispositif doit être vertical (par exemple contrôlé au moyen d'un niveau à bulle d'air).

18.5.1.3.3 L'épreuve est exécutée trois fois, à moins qu'un résultat positif ne soit constaté avant.

18.5.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Un trou net percé à travers la plaque indique qu'une détonation a été amorcée et s'est propagée dans l'échantillon. Une matière qui détonne et perce un trou dans la plaque témoin au cours de l'une des épreuves ne doit pas être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine et le résultat est considéré comme positif (+).

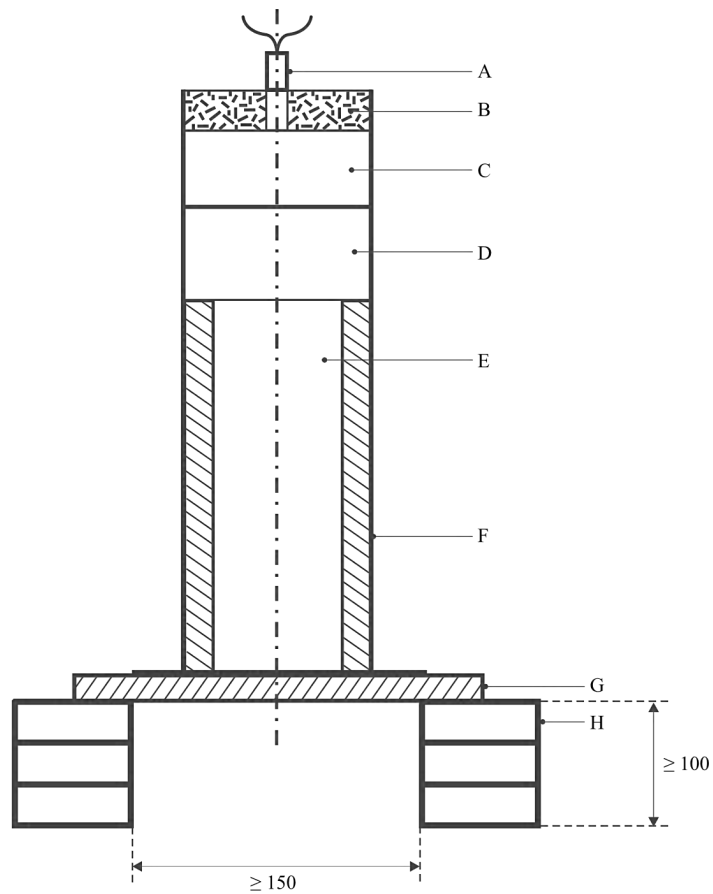
18.5.1.5 Exemples de résultats

Matière	Masse volumique (g/cm³)	Barrière (mm)	Résultat	Commentaires
Nitrate d'ammonium (basse densité)	0,85	35	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque bombée. VOD ^a : 2,3-2,8 km/s
Nitrate d'ammonium (basse densité)	0,85	35	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque fracturée.
ENA-FA : Nitrate d'ammonium 69 %, Nitrate de sodium 12 %, Eau 10 %, Combustible/émulsifiant 8 %	1,4	50	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque non perforée.
ENA-FA	1,44	70	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque non perforée.
ENA-FB : Nitrate d'ammonium 70 %, Nitrate de sodium 11 %, Eau 12 %, Combustible/émulsifiant 7 %	ca 1,40	70	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque non perforée.
ENA-FC (sensibilisé) : Nitrate d'ammonium 75 %, Eau 13 %, Combustible/émulsifiant 10 %	1,17	70	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée.
ENA-FD (sensibilisé) : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	ca 1,22	70	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée.
ENA-1 : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	1,4	35	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque bosselé. VOD ^a : 3,1 km/s
ENA-2 (sensibilisé) : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	1,3	35	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée. VOD ^a : 6,7 km/s
ENA-2 (sensibilisé) : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	1,3	70	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée. VOD ^a : 6,2 km/s
ENA-G1 : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 1 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 9 %	1,29	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée. VOD ^a : 1 968 m/s
ENA-G2 : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 3 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 7 %	1,32	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée
ENA-G3 (sensibilité à la gasification) : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 1 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 9 %	1,17	70	+	Douille fragmentée. Plaque percée
ENA-G4 (sensibilité aux microsphères) : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 3 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 7 %	1,23	70	+	Douille fragmentée. Plaque percée
ENA-G5 : Nitrate d'ammonium 70 %, Nitrate de calcium 8 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 7 %	1,41	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée. VOD ^a : 2 061 m/s
ENA-J1 : Nitrate d'ammonium 80 %, Eau 13 %, combustible/émulsifiant 7 %	1,39	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée
ENA-J2 : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, combustible/émulsifiant 7 %	1,42	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée

Matière	Masse volumique (g/cm³)	Barrière (mm)	Résultat	Commentaires
ENA-J4 : Nitrate d'ammonium 71 %, Nitrate de sodium 11 %, Eau 12 %, combustible/émulsifiant 6 %	1,40	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée
ENA-J5 (sensibilité aux microsphères) : Nitrate d'ammonium 71 %, Nitrate de sodium 5 %, Eau 18 %, Combustible/émulsifiant 6 %	1,20	70	+	Douille fragmentée. Plaque perforée. VOD ^a : 5,7 km/s
ENA-J6 (sensibilité aux microsphères) : Nitrate d'ammonium 80 %, Eau 13 %, Combustible/émulsifiant 7 %	1,26	70	+	Douille fragmentée. Plaque perforée VOD ^a : 6,3 km/s

^a VOD = vitesse de détonation (velocity of detonation).

Figure 18.5.1.1 : Épreuve d'amorçage de la détonation pour les ENA



(A) Détonateur	(B) Support en bois du détonateur
(C) Charge excitatrice	(D) Barrière de PMMA
(E) Échantillon éprouvé	(F) Tube d'acier
(G) Plaque témoin	(H) Blocs de bois

18.6 Série 8, Type c) : Dispositions d'épreuve

18.6.1 *Épreuve 8 c) : Épreuve de Koenen*

18.6.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine à l'effet d'une chaleur intense sous fort confinement.

18.6.1.2 *Appareillage et matériels*

18.6.1.2.1 Le dispositif d'épreuve est composé d'une douille en acier non réutilisable avec dispositif de fermeture réutilisable, installée dans une enceinte de chauffage et de protection. La douille est obtenue par emboutissage d'une tôle d'acier répondant à la norme DC04 (EN 10027-1), ou la norme équivalente A620 (AISI/SAE/ASTM) ou la norme équivalente SPCEN (JIS G 3141). Ses dimensions sont indiquées à la figure 18.6.1.1. À son extrémité ouverte, la douille comporte un rebord. Le disque à lumière, à travers lequel s'échappent les gaz de décomposition de l'échantillon, est en acier au chrome résistant à la chaleur. Il est disponible avec des orifices de nombreuses tailles différentes. Les diamètres de trou suivants sont utilisés pour cette épreuve :

- 1,5 mm pour le disque à lumière utilisé dans la procédure d'étalonnage du chauffage ; et
- 2,0 mm pour le disque à lumière utilisé dans l'épreuve.

Les dimensions de la bague fileté et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 18.6.1.1.

Pour le contrôle qualité des douilles en acier, 1 % des douilles de chaque lot de production doit être soumis au contrôle qualité et les données suivantes doivent être vérifiées :

- a) La masse des douilles doit être de $26,5 \pm 1,5$ g ;
- b) La longueur des douilles doit être $75 \pm 0,5$ mm ;
- c) L'épaisseur de paroi des douilles mesurée à 20 mm du fond de la douille doit être $0,5 \pm 0,05$ mm ; et
- d) La pression de rupture telle que déterminée par charge quasi-statique à travers un fluide incompressible doit être $29 \text{ MPa} \pm 4 \text{ MPa}$.

18.6.1.2.2 Pour le chauffage, on utilise quatre brûleurs alimentés en combustible gazeux (par exemple propane) à partir d'une bouteille à gaz industrielle par l'intermédiaire d'un détendeur, d'un compteur, et de tuyaux de répartition. La pression du gaz est réglée pour maintenir une vitesse de chauffage de $3,3 \pm 0,3$ K/s, cette valeur étant mesurée par une opération d'étalonnage. Celle-ci consiste à chauffer une douille (munie d'un disque à lumière de 1,5 mm) contenant 27 cm^3 d'huile silicone, de densité apparente égale à $0,96 \pm 0,02$ à 20 °C et de capacité thermique égale à $1,46 \pm 0,02 \text{ J/g.K}$ à 25 °C . On enregistre le temps nécessaire pour porter la température du liquide (mesurée avec un thermocouple de 1 mm de diamètre placé en position centrale à 43 mm au-dessous du bord de la douille et inséré à travers le disque à lumière) de 135 °C à 285 °C et on calcule la vitesse de chauffage.

18.6.1.2.3 Étant donné le risque d'éclatement de la douille lors de l'épreuve, le chauffage s'effectue dans une enceinte de protection en métal soudé. Une disposition appropriée de la configuration et les dimensions de l'enceinte sont indiquées à la figure 18.6.1.2. La douille est suspendue entre deux tiges passant par des trous percés dans les parois opposées de l'enceinte. Une position appropriée des brûleurs est indiquée à la figure 18.6.1.2. Les brûleurs sont allumés simultanément au moyen d'une veilleuse ou d'un allumeur électrique. **Le dispositif d'épreuve est installé dans un local protégé.** Au cours de l'épreuve on doit prendre des mesures pour éviter que les flammes des brûleurs ne soient déviées par les courants d'air. Le local d'épreuve doit être muni d'un système d'extraction des gaz ou des fumées provenant des épreuves.

18.6.1.2.4 Une caméra vidéo doit être prévue pour enregistrer l'épreuve et faire en sorte que tous les brûleurs fonctionnent au cours de l'épreuve. La caméra peut aussi montrer que le disque à lumière est bloqué par des matières solides à l'intérieur de l'échantillon.

18.6.1.3 *Mode opératoire*

18.6.1.3.1 On introduit la matière dans la douille jusqu'à une hauteur de 60 mm en prenant bien soin d'éviter que des cavités ne se forment. On glisse la bague fileté autour de la douille à partir du bas, on introduit le disque à lumière de 2 mm et on serre l'écrou à la main après l'avoir enduit d'un produit antigrippage à haute température (par exemple un lubrifiant au bisulfure de molybdène). Il est important de s'assurer qu'aucune matière ne s'est glissée entre le rebord et le disque ou dans le filetage.

18.6.1.3.2 Une douille n'est utilisée que pour une seule épreuve. Par contre, les disques à lumière, les bagues filetées et les écrous peuvent être réutilisés s'ils ne sont pas endommagés.

18.6.1.3.3 La douille est ensuite placée dans un étau solidement ancré et l'écrou est serré avec une clé. Elle est ensuite suspendue entre les deux tiges de l'enceinte de protection. La zone d'épreuve est évacuée, l'arrivée de gaz est ouverte et les brûleurs sont allumés. Le délai de réaction et la durée de la réaction peuvent être des informations supplémentaires utiles pour l'interprétation des résultats. S'il ne se produit pas d'éclatement, on doit prolonger le chauffage pendant cinq minutes au moins avant d'arrêter l'épreuve. Après chaque épreuve, s'il y a eu fragmentation, on rassemble et on pèse les fragments de la douille pour s'assurer que tous ont bien été récupérés.

18.6.1.3.4 Du point de vue du type de fragmentation, on distingue les effets suivants :

- O : Douille intacte ;
- A : Fond de la douille gonflé ;
- B : Fond et paroi de la douille gonflés ;
- C : Fond de la douille fendu ;
- D : Paroi de la douille fendue ;
- E : Douille fendue en deux¹ fragments ;
- F : Douille fragmentée en trois¹ morceaux ou plus, assez gros pour la plupart, éventuellement restés attachés entre eux ;
- G : Douille fragmentée en de nombreux morceaux petits pour la plupart ; dispositif de fermeture intact ;
- H : Douille fragmentée en de nombreux très petits morceaux ; dispositif de fermeture déformé ou rompu.

Des exemples des types de fragmentation D, E et F sont montrés à la figure 18.6.1.3. Si une épreuve aboutit à une fragmentation du type O à E, on considère que le résultat est « pas d'explosion » (négatif (-)). Si l'on obtient le type de fragmentation F à H, on considère que le résultat est « explosion » (positif (+)).

18.6.1.3.5 L'épreuve est exécutée de manière à obtenir un résultat négatif (-) à trois épreuves.

Étant donné la nature des émulsions, des suspensions ou des gels de nitrate d'ammonium et la possibilité que des matières solides soient présentes en pourcentage variable, des blocages des plaques à lumière peuvent survenir au cours de l'épreuve et conduire à un résultat faussement positif (+). Si tel est le cas, l'épreuve peut être répétée (au maximum deux fois).

¹ Le haut de la douille, retenu dans le dispositif de fermeture, est compté comme un fragment.

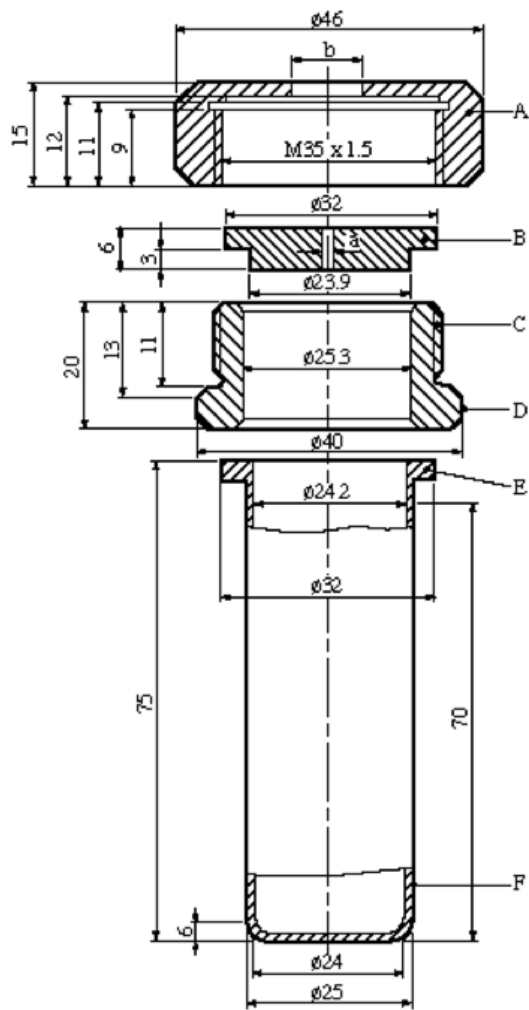
18.6.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat est positif (+) si trois résultats négatifs (-) ne peuvent être obtenus lors de cinq épreuves au maximum. Dans ce cas, la matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine peut soit être affectée à la classe des matières et objets explosibles soit, si le temps de réaction est supérieur à 60 secondes et que la matière a une teneur en eau supérieure à 14%, être soumise à l'épreuve 8 (e) (comme décrit au 18.8) pour déterminer si elle peut être classée dans la division 5.1.

18.6.1.5 *Exemples de résultats*

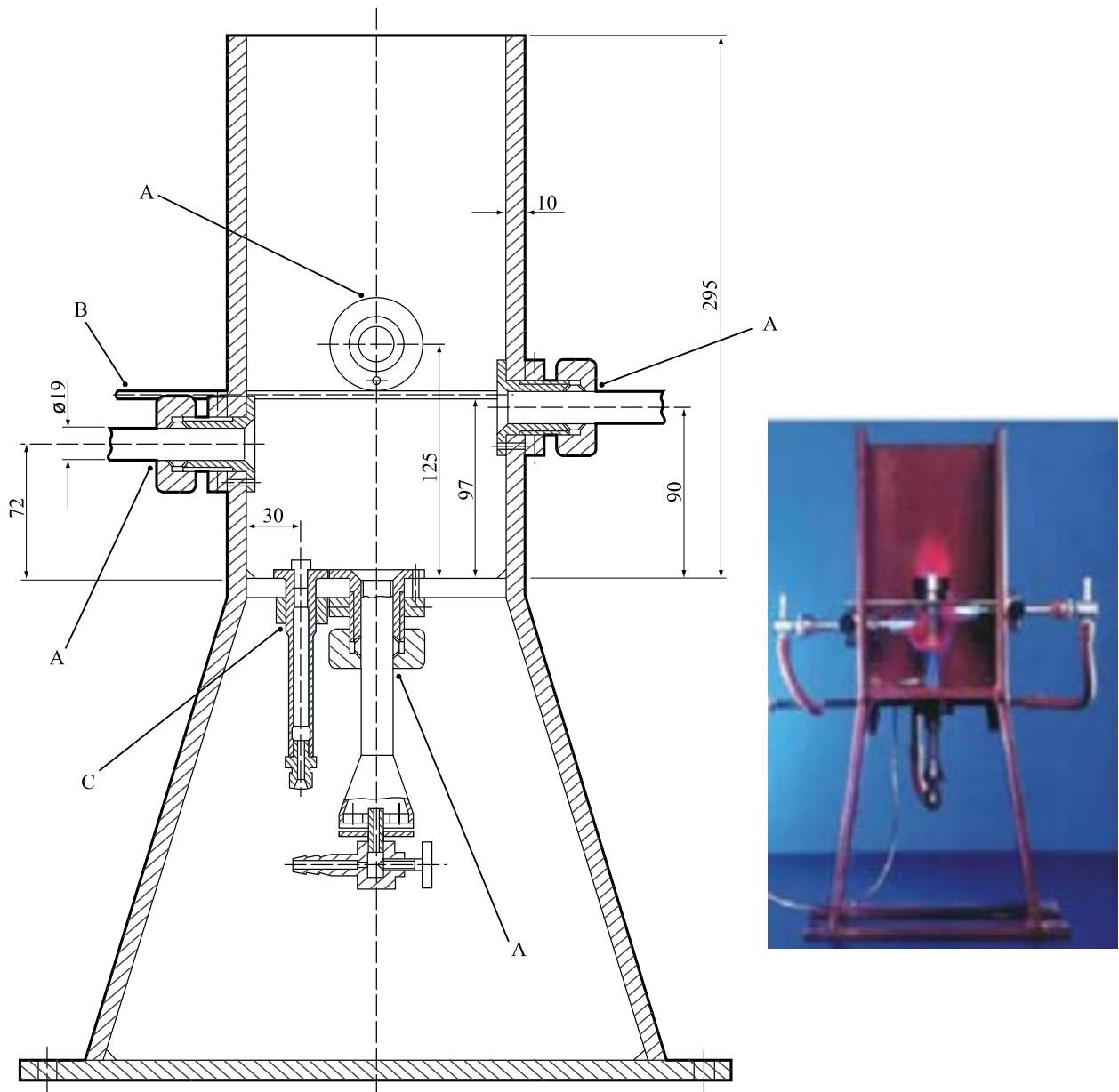
Matière	Résultats	Commentaires
Nitrate d'ammonium (basse densité)	-	Diamètre limite : <1 mm
ENA-F1 : Nitrate d'ammonium 71 %, Eau 21 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	
ENA-F2 : Nitrate d'ammonium 77 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	
ENA-F3 : Nitrate d'ammonium 70 %, Nitrate de sodium 11 %, Eau 12 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	
ENA-F4 : Nitrate d'ammonium 42 %, Nitrate de calcium 35 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	
ENA-F5 : Nitrate d'ammonium 69 %, Nitrate de sodium 13 %, Eau 10 %, Combustible/émulsifiant 8 %	-	
ENA-F6 : Nitrate d'ammonium 72 %, Nitrate de sodium 11 %, Eau 10 %, Combustible/émulsifiant 6 %	-	
ENA-F7 : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 13 %, Combustible/émulsifiant 10 %	-	
ENA-F8 : Nitrate d'ammonium 77 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 6 %	-	
ENA-1 : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	Diamètre limite : 1.5 mm
ENA-2 (sensibilité aux microsphères) : Nitrate d'ammonium 75 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	+	Diamètre limite : 2 mm
ENA-4 (sensibilité aux microsphères) : Nitrate d'ammonium 70 %, Nitrate de sodium 11 %, Eau 9 %, Combustible/émulsifiant 5,5 %	+	Diamètre limite : 2 mm
ENA-G1 : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 1 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 9 %	-	
ENA-G2 : Nitrate d'ammonium 74 %, Nitrate de sodium 3 %, Eau 16 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	
ENA-J1 : Nitrate d'ammonium 80 %, Eau 13 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	Type de fragmentation : O
ENA-J2 : Nitrate d'ammonium 76 %, Eau 17 %, Combustible/émulsifiant 7 %	-	Type de fragmentation : O
ENA-J4 : Nitrate d'ammonium 71 %, Nitrate de sodium 11 %, Eau 12 %, Combustible/émulsifiant 6 %	-	Type de fragmentation : A

Figure 18.6.1.1 : Douille et accessoires



(A) Écrou (b = 10,0 ou 20,0 mm) de 41 mm entre plats	(B) Disque à lumière (diamètre a = 1,0 à 20,0 mm)
(C) Bague filetée	(D) 36 mm entre plats
(E) Rebord	(F) Douille

Figure 18.6.1.2 : Enceinte de chauffage et de protection



(A) Brûleur

(B) Tiges métalliques destinées à soutenir la douille et les accessoires

(C) Veilleuse

Figure 18.6.1.3 : Exemples des types de fragmentation D, E et F

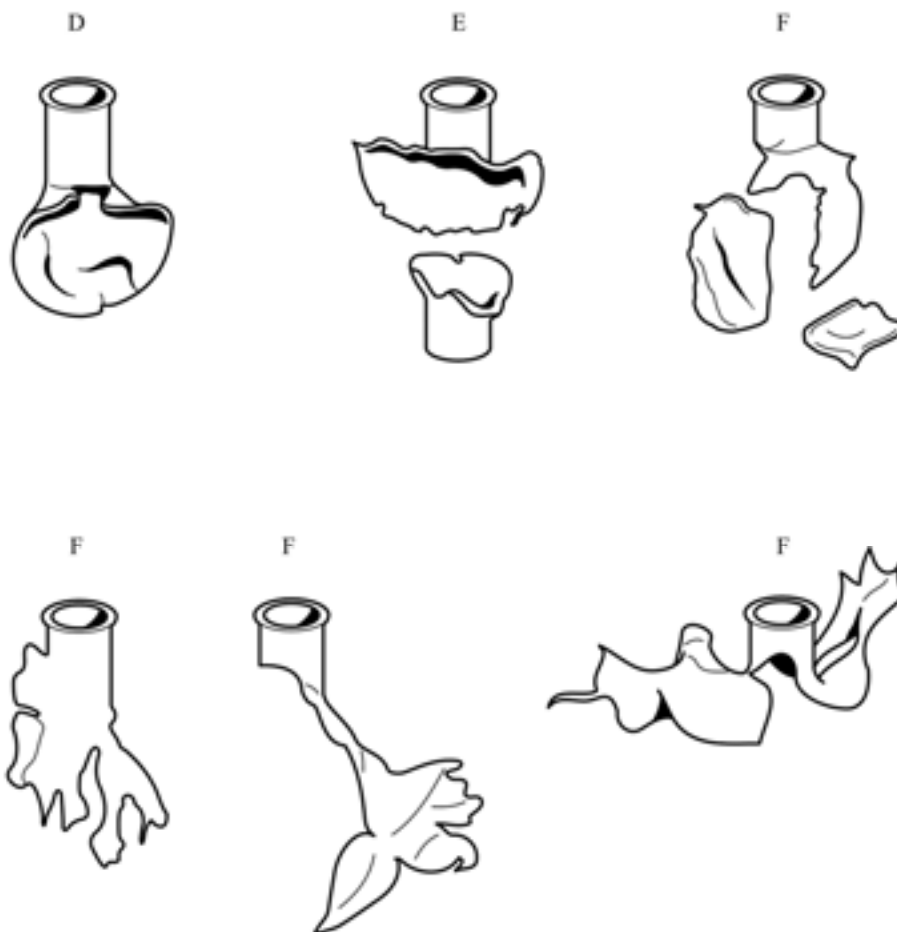


Figure 18.6.1.4 : Exemples de résultats de l'épreuve de Koenen



18.7 Série 8, Type d) : Dispositions d'épreuve**18.7.1 Épreuve 8 d) i) : Épreuve du tube avec événement****18.7.1.1 Introduction**

Cette épreuve n'est pas destinée au classement mais elle figure dans le présent Manuel en tant que méthode visant à déterminer si les ENA peuvent être placés en tant que matières comburantes dans des citernes mobiles.

L'épreuve du tube avec événement sert à évaluer les effets de l'exposition à un feu important, sous confinement avec aération, d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine.

18.7.1.2 Appareillage et matériels

On utilise le matériel suivant :

- a) Un tube en acier d'un diamètre de 310 ± 10 mm et d'une longueur de 610 ± 10 mm dont l'orifice inférieur est obturé à l'aide d'une plaque carrée soudée en acier doux de 380 mm de côté et de $10 \pm 0,5$ mm d'épaisseur. Une plaque semblable, munie en son centre d'un orifice de 78 mm de diamètre auquel est raccordé par soudure un tuyau en acier d'une longueur de 152 mm et d'un diamètre intérieur de 78 mm, est soudée sur l'orifice supérieur (voir la figure 18.7.1.1). Toutes les soudures doivent être conformes à une norme ISO pertinente ou à une norme équivalente. Tous les composants en acier doivent être en Schedule 40 carbon (A53 Grade B) ou l'équivalent ;
- b) Une grille métallique destinée à maintenir le tube rempli au-dessus du feu dans une position permettant un chauffage efficace. Si l'on utilise un feu de lattes de bois entrecroisées, la grille doit être située à 1,0 m au-dessus du sol ; si l'on utilise un feu d'hydrocarbure liquide, la grille doit être située à environ 0,5 m au-dessus de la surface du carburant au début de l'essai ;
- c) Assez de combustible pour produire un feu atteignant 800 °C (mesuré à la base extérieure du tube) et maintenir la combustion pendant au moins trente minutes ou, si nécessaire, pendant une durée largement suffisante pour faire réagir la matière ; la réaction est attestée en cas d'éjection de matière, de fumée, de vapeurs de flammes, etc., par le sommet du tube. Une variation temporaire de la température au-dessous de 800 °C est normale et ne devrait pas invalider l'épreuve ;
- d) Des moyens d'allumage pour enflammer le combustible sur deux côtés : pour un feu de lattes de bois, par exemple, on utilisera du kérosène pour imprégner le bois et des allumeurs ;
- e) Des caméras vidéo, pour l'enregistrement en couleurs de l'épreuve ;
- f) Des moyens de mesure et d'enregistrement de la température, jusqu'à 800 °C et au-dessus, avec un thermocouple placé à la base extérieure du tube ;
- g) Un moyen de mesurer la vitesse du vent, par exemple un anémomètre.

18.7.1.3 Mode opératoire

18.7.1.3.1 Le tube est rempli avec la matière à éprouver non tassée. La matière est emballée avec soin pour éviter que des cavités ne se forment. Le tube en acier est placé verticalement sur la grille et il est maintenu de manière à éviter qu'il ne se renverse. Le combustible est placé sous la grille, dans toutes les directions au-delà du tube, de manière à ce que le feu s'engouffre complètement dans le tube. Des protections contre les vents latéraux peuvent être nécessaires afin d'éviter la dissipation de la chaleur. Des méthodes convenables pour le chauffage sont : un feu de bois ou un feu de combustible liquide ou gazeux dont la température atteint au moins 800 °C .

18.7.1.3.2 L'épreuve ne devrait pas être exécutée lorsque la vitesse du vent dépasse en permanence 6 m/s.

18.7.1.3.3 Les observations doivent porter sur les points suivants :

- a) La vitesse du vent au début de l'épreuve comme indiqué au paragraphe 18.7.1.3.2;
- b) La durée du feu, qui doit être d'au moins trente minutes ou jusqu'au moment où, de toute évidence, la matière a eu assez de temps pour réagir au feu, la température de 800 °C étant atteinte à la base extérieure du tube ;
- c) La température à la base extérieure du tube ;
- d) Le fait que la matière réagisse sous l'effet du feu comme indiqué au 18.7.1.2 c) ;
- e) Les signes d'une explosion (par exemple, fragmentation du tube en deux ou plusieurs morceaux) ;
- f) Projection de fragments de la section du tuyau en provenance de la zone du feu;
- g) Signes d'un éclatement (par exemple, si le tube est fendu ou détaché de la plaque d'embase au niveau de la soudure).

18.7.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

L'épreuve est considérée comme valide si les critères énoncés à la section 18.7.1.3.3 a) à d) ont été respectés.

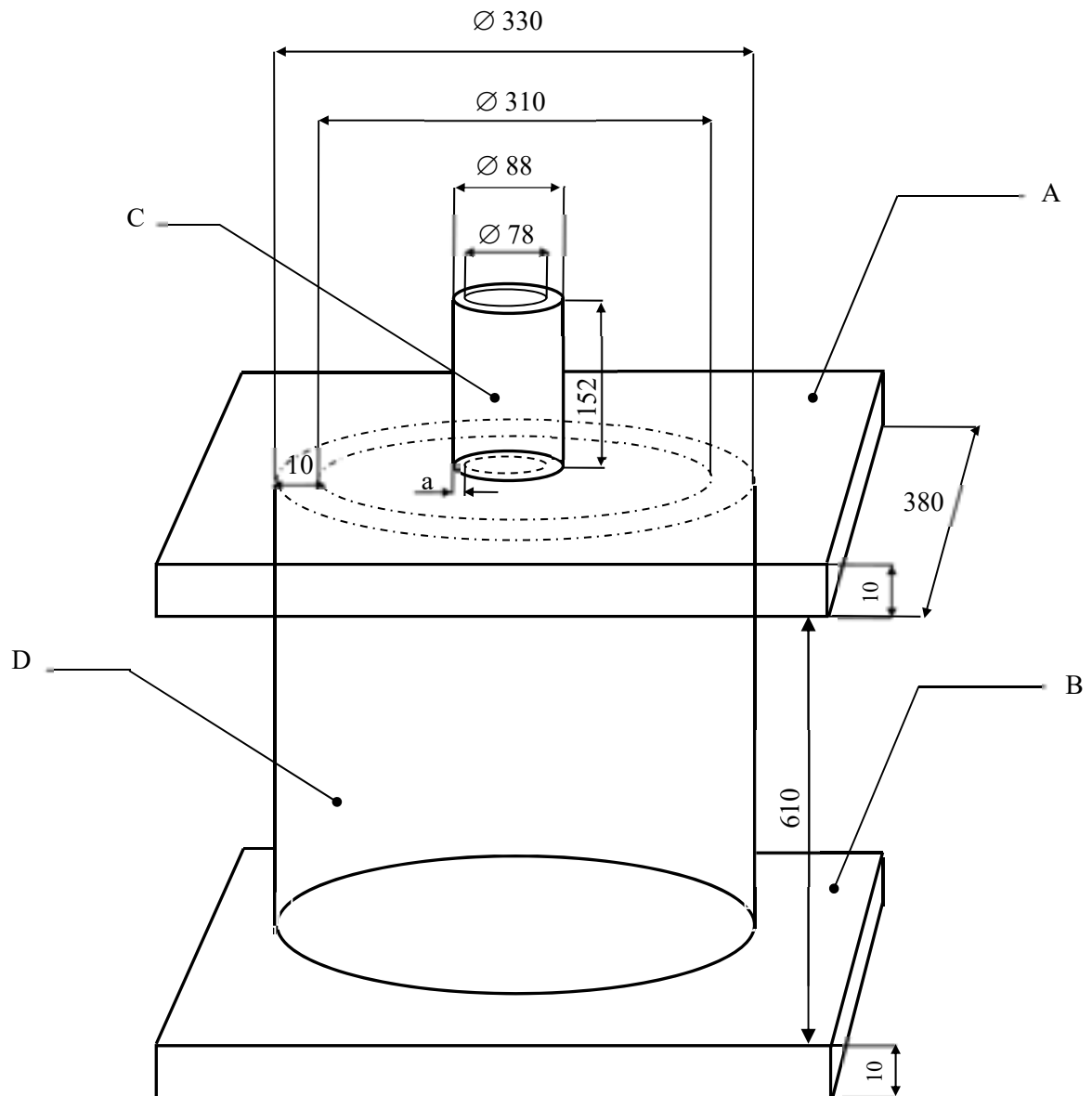
On considère que le résultat est positif (+) et que la matière ne doit pas être placée en citerne mobile en tant que matière comburante si une explosion et/ou une fragmentation du tube, comme indiqué à la section 18.7.1.3.3 e) et f) est constatée.

On considère que le résultat est négatif (-) si l'on n'observe pas d'explosion ou de fragmentation du tube. Si le tube est fendu ou détaché des plaques d'embase, comme indiqué à la section 18.7.1.3.3 g), le résultat est négatif (-).

18.7.1.5 *Exemples de résultats*

(Réservé)

Figure 18.7.1.1 : Épreuve du tube avec évent



Toutes les cotes sont en millimètres

-
- | | |
|-----|------------------------------------------------------------------|
| (A) | Plaque supérieure (Schedule 40 carbon (A53 grade B)) |
| (B) | Plaque inférieure (Schedule 40 carbon (A53 grade B)) |
| (C) | Tuyau en acier ($a = 0.5$ cm), Schedule 40 carbon (A53 grade B) |
| (D) | Tuyau en acier (Schedule 40 carbon (A53 grade B)) |
-

18.7.2 *Épreuve 8 d) ii) : Épreuve modifiée du tube avec événement*

18.7.2.1 *Introduction*

Cette épreuve n'est pas destinée au classement mais elle figure dans le présent Manuel en tant que méthode visant à déterminer si une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosif de mine peut être placée en citerne mobile en tant que matière comburante.

L'épreuve du tube avec événement sert à évaluer les effets de l'exposition à un feu important, sous confinement avec aération, d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine.

18.7.2.2 *Appareillage et matériels*

On utilise le matériel suivant :

- a) Un récipient aéré comportant un tube en acier étiré doux d'un diamètre intérieur de 265 ± 10 mm, d'une longueur de 580 ± 10 mm et d'une épaisseur de paroi de $5 \pm 0,5$ mm. Les plaques supérieure et inférieure, de forme carrée de 300 mm de côté, sont en acier doux d'une épaisseur de $6 \pm 0,5$ mm. Elles sont fixées au tube par une soudure d'angle d'une épaisseur d'au moins 5 mm. Toutes les soudures doivent être conformes à une norme ISO pertinente ou à une norme équivalente. Le diamètre de l'évent de la plaque supérieure est de 85 ± 1 mm. Deux autres petits trous sont forés dans la plaque supérieure pour accueillir facilement les sondes thermocouples ;
- b) Un bloc de béton, ou une base solide analogue, de forme carrée de 400 mm de côté environ et d'une épaisseur de 50 à 75 mm ;
- c) Un support métallique destiné à soutenir le récipient à une hauteur de 150 mm environ au-dessus du bloc de béton ou de la base solide analogue ;
- d) Un brûleur à gaz compatible avec un débit de gaz propane pouvant atteindre 60 g/min. Il repose sur le bloc de béton, en dessous du support. Le brûleur pour wok mongol à 32 jets est un exemple de brûleur qui convient ;
- e) Assez de combustible pour produire un feu atteignant 800 °C (mesuré à la base extérieure du tube) et maintenir la combustion pendant au moins soixante minutes ou, si nécessaire, pendant une durée largement suffisante pour faire réagir la matière ; la réaction est attestée en cas d'éjection de matière, de fumée, de vapeurs de flammes, etc., par le sommet du tube. Une variation de la température au-dessous de 800 °C est normale et ne devrait pas invalider l'épreuve ;
- f) Un écran métallique destiné à protéger la flamme de combustible gazeux des vents latéraux. Il peut être fait d'une feuille métallique galvanisée d'une épaisseur de 0,5 mm environ. Le diamètre de l'écran est de 600 mm environ et sa hauteur doit être de 250 mm environ. Quatre événements adaptables d'une largeur de 150 mm et d'une hauteur de 100 mm environ sont placés à égale distance les uns des autres autour de l'écran afin qu'une quantité suffisante d'air atteigne la flamme de gaz ;
- g) Une ou plusieurs bouteilles à combustible gazeux reliées par un raccord aboutissant dans un détendeur. Le détendeur doit réduire la pression de 600 kPa de la bouteille à combustible gazeux à 150 kPa environ. Le gaz s'écoule ensuite à travers un débitmètre à flotteur capable de mesurer un débit de combustible gazeux pouvant atteindre 60 g/min et à travers un robinet à pointeau. Un robinet électromagnétique est employé pour admettre ou suspendre à distance l'arrivée du combustible gazeux. Généralement, trois bouteilles à combustible gazeux de 9 kg permettent d'obtenir le débit souhaité de gaz pendant une durée maximum de cinq épreuves. Lors de leur mesure au cours du calibrage, la pression du gaz et le débit sont réglés pour qu'une vitesse de chauffe de $3,3 \pm 0,3$ K/min puisse être obtenue ;

- h) Trois thermocouples équipés de sondes en acier inoxydable d'une longueur de 500 mm (2 sondes) et de 100 mm (1 sonde) environ et de câbles de compensation gainés de fibre de verre ;
- i) Un collecteur de données susceptible d'enregistrer les lectures des thermocouples ;
- j) Des caméras cinématographiques ou vidéo pour l'enregistrement en couleurs de l'épreuve, fonctionnant de préférence à grande vitesse et à vitesse normale ;
- k) De l'eau pure destinée au calibrage ;
- l) La matière à éprouver susceptible d'être considérée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine ;
- m) Un appareil permettant de mesurer la vitesse du vent au début de l'épreuve, par exemple un anémomètre ;
- n) Des indicateurs de pression du souffle, des radiomètres et le matériel d'enregistrement associé peuvent également être employés.

18.7.2.3 *Calibrage*

18.7.2.3.1 Le récipient est rempli d'eau pure jusqu'à 75 % de son contenu (c'est-à-dire à une hauteur de 435 mm environ) et est chauffé selon le mode opératoire décrit dans le paragraphe 18.7.2.4. L'eau à température ambiante est chauffée jusqu'à 90 °C, la température étant surveillée au moyen du thermocouple plongé dans l'eau. La variation de la température en fonction du temps doit correspondre à une ligne droite dont la pente est la « vitesse de chauffe de calibrage » pour un récipient et une source de chaleur donnés.

18.7.2.3.2 La pression et le débit du gaz doivent être réglés de manière qu'une vitesse de chauffe de $3,3 \pm 0,3$ K/min puisse être obtenue.

18.7.2.3.3 Ce calibrage doit être exécuté avant l'épreuve d'une quelconque matière. Il peut être appliqué aux épreuves exécutées dans la journée de son exécution, à condition qu'aucune modification ne soit apportée au modèle du récipient ou à l'alimentation en gaz. Un nouveau calibrage doit être exécuté lors d'un changement de brûleur.

18.7.2.4 *Mode opératoire*

18.7.2.4.1 Le bloc de béton, ou une base solide analogue, est placé horizontalement, au moyen d'un niveau à bulle d'air, sur un fond sablonneux. Le brûleur à combustible gazeux est placé au centre de la base solide et est relié au tuyau d'alimentation en gaz. Le support métallique est placé au-dessus du brûleur.

18.7.2.4.2 Le récipient est placé verticalement sur le support et il est arrimé de manière à éviter qu'il ne se renverse. Le récipient est rempli de matière non tassée jusqu'à 75 % de son volume (à une hauteur de 435 mm environ). La température initiale de la matière doit être consignée. La matière est emballée avec soin pour éviter que des cavités ne se forment. L'écran contre le vent est placé autour de la base du montage afin de protéger la flamme de gaz d'une dissipation de la chaleur en raison des vents latéraux.

18.7.2.4.3 Les positions des thermocouples sont les suivantes :

- a) La première sonde d'une longueur de 500 mm (T1) est placée dans la flamme de gaz ;
- b) La deuxième sonde d'une longueur de 500 mm (T2) est plongée dans le récipient, de manière que sa pointe soit située à une distance de 80 à 90 mm du fond du récipient ;
- c) La troisième sonde d'une longueur de 100 mm (T3) est placée dans la zone au-dessus de l'échantillon, à une profondeur de 20 mm environ dans le récipient.

Les thermocouples sont reliés au collecteur de données. Les fils des thermocouples et le collecteur de données sont dûment protégés contre l'appareillage d'épreuve en cas d'explosion.

18.7.2.4.4 La pression et le débit du gaz combustible sont vérifiés et ajustés aux valeurs employées au cours du calibrage avec l'eau décrit dans le paragraphe 18.7.2.3. Les caméras vidéo et les autres matériels

d'enregistrement sont vérifiés et mis en marche. Le fonctionnement des thermocouples est vérifié et l'enregistrement des données est entamé, l'intervalle de temps entre deux lectures de thermocouples ne dépassant pas 10 s et étant de préférence plus court. ***L'épreuve ne doit pas être exécutée lorsque la vitesse du vent dépasse 6 m/s, sauf si l'on prend des précautions supplémentaires contre les vents latéraux pour éviter la dissipation de la chaleur.***

18.7.2.4.5 Le brûleur à gaz combustible peut être allumé sur place ou à distance, et l'ensemble des techniciens doit immédiatement se retrancher dans un lieu sûr. Le déroulement de l'épreuve est suivi en surveillant les lectures des thermocouples et les images de la télévision en circuit fermé. Le temps du début de l'épreuve est défini comme étant l'instant où le tracé du thermocouple dans la flamme T1 commence à s'élever.

18.7.2.4.6 Le réservoir à gaz doit être suffisamment grand pour permettre à la matière de réagir éventuellement et pour maintenir un feu pendant une durée qui dépasse celle pendant laquelle l'échantillon se consume totalement. Si le récipient ne se rompt pas, le système doit pouvoir refroidir avant le démontage avec soin du dispositif d'épreuve.

18.7.2.4.7 Les observations doivent porter sur les points suivants :

- a) La vitesse du vent au début de l'épreuve comme indiqué au 18.7.2.4.4 ;
- b) La durée du feu, qui doit être d'au moins soixante minutes ou jusqu'au moment où, de toute évidence, la matière a eu assez de temps pour réagir au feu, la température de 800 °C étant atteinte à la base extérieure du tube ;
- c) La température à la base extérieure du tube ;
- d) Le fait que la matière réagisse sous l'effet du feu comme indiqué au 18.7.2.2 e) ;
- e) Les signes d'une explosion (par exemple fragmentation du tube en deux ou plusieurs morceaux) ;
- f) La projection de fragments de la section du tuyau en provenance de la zone du feu ;
- g) Signes d'un éclatement (par exemple, si le tube est fendu ou détaché de la plaque d'embase au niveau de la soudure).

18.7.2.4.8 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

L'épreuve est considérée comme valide si les critères énoncés à la section 18.7.2.4.7 a) à d) ont été respectés.

On considère que le résultat est positif (+) et que la matière ne doit pas être placée en citerne mobile en tant que matière comburante si une explosion et/ou une fragmentation du tube, comme indiqué à la section 18.7.2.4.7 e) et f) est constatée.

On considère que le résultat est négatif (-) si l'on n'observe pas d'explosion ou de fragmentation du tube. Si le tube est fendu ou détaché des plaques d'embase, comme indiqué à la section 18.7.2.4.7 g), le résultat est négatif (-).

18.7.2.5 *Exemples de résultats*

Matériau	Résultat
76,0 Nitrate d'ammonium / 17,0 Eau / 5,6 Huile de paraffine / 1,4 Émulsifiant PIBSA	-
84,0 Nitrate d'ammonium / 9,0 Eau / 5,6 Huile de paraffine / 1,4 Émulsifiant PIBSA	+
67,7 Nitrate d'ammonium / 12,2 Nitrate de sodium / 14,1 Eau / 4,8 Huile de paraffine / 1,2 Émulsifiant PIBSA	-
67,4 Nitrate d'ammonium / 15,0 Nitrate de méthylamine / 12,0 Eau / 5,0 Glycol / 0,6 Épaississant	-
71,4 Nitrate d'ammonium / 14,0 Nitrate d'hexamine / 14,0 Eau / 0,6 Épaississant	-

18.8 Série 8 Type e) : Dispositions d'épreuve**18.8.1 Épreuve 8 e) : Épreuve de pression minimale de combustion du CanmetLCRE**18.8.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine à l'effet d'une inflammation localisée sous fort confinement. Elle peut être exécutée en cas de résultat positif (+) à l'épreuve 8 c) lorsque le temps de réaction de cette épreuve dépasse 60 secondes et que la matière a une teneur en eau supérieure à 14 %.

18.8.1.2 *Appareillage et matériels*

18.8.1.2.1 Les échantillons sont placés dans de petits tubes d'acier cylindriques (les chambres d'épreuve) d'une longueur nominale de 7,6 cm et d'un diamètre intérieur d'au moins 1,6 cm. Une ouverture large de 3 mm doit être usinée dans l'axe de chaque chambre d'épreuve pour permettre l'échappement des gaz de combustion lors des épreuves (figure 18.8.1). L'intérieur de chaque chambre doit être revêtu d'une peinture résistante à haute température et non conductrice. L'échantillon doit être inséré avec prudence dans la chambre d'épreuve pour éviter la cristallisation de celui-ci et la création de vides d'air. Une fois le filament d'allumage placé dans l'échantillon (voir 18.8.2.2), chaque extrémité de la chambre est obturée à l'aide de bouchons en néoprène n° 0, ou similaire, dont la face intérieure doit être alésée de sorte à pouvoir recevoir les raccords du dispositif d'allumage.

18.8.1.2.2 L'allumage se fait au moyen d'un filament en alliage nickel-chrome d'un diamètre nominal de 0,51 mm (résistance nominale de $5,5 \Omega \text{ m}^{-1}$ à 20 °C) et d'une longueur de 7 cm. À l'aide de raccords appropriés, les deux extrémités du filament d'allumage doivent être épaissées sur 50 cm de fil de cuivre nu à âme pleine d'un diamètre de 14 AWG (American Wire Gauge) (1,628 mm) ou plus. Le filament d'allumage est placé dans l'échantillon, dans l'axe de la chambre d'épreuve. Les bouchons sont alors mis en place.

18.8.1.2.3 La chambre d'épreuve susmentionnée est placée dans une bombe de sorte que son axe se trouve à l'horizontale, avec l'ouverture sur le dessus (figure 18.8.2). Il est recommandé que la bombe ait un volume minimum de 4 l et une résistance à la pression de fonctionnement de 20,8 MPa (soit 3 000 psi effectifs). La bombe doit être pourvue de deux électrodes de traversée rigides isolées capables de transmettre un courant d'une intensité de 20 A et scellées de sorte à subir une pression nominale équivalente à celle de la bombe. La bombe doit aussi être équipée d'une entrée et d'une sortie. L'entrée sert à porter la pression interne de la bombe à une valeur initiale prédéfinie avant l'épreuve. Pour des raisons pratiques, il est recommandé que la bombe soit aussi pourvue d'un capteur de pression ayant une étendue de mesure de 0 à 25 MPa.

18.8.1.2.4 Une rampe d'alimentation en gaz permettant de soumettre la bombe à une pression initiale prédéfinie, doit être prévue. Pour des raisons pratiques, la rampe doit être pourvue d'une vanne à pointeau pouvant servir de vanne de purge afin d'ajuster la pression initiale à l'intérieur de la bombe.

18.8.1.2.5 Une alimentation électrique capable d'alimenter le système à une intensité maximale de 20 A doit être prévue. Le courant peut être contrôlé en mesurant la tension aux bornes d'une résistance de shuntage (de l'ordre de quelques m Ω) branchée en série sur le filament d'allumage.

18.8.1.2.6 Un oscilloscope ou un système informatique d'acquisition de données capable de recevoir le signal du capteur de pression ainsi que le courant du filament d'allumage doit être prévu. La fréquence minimale d'acquisition doit être de 100 Hz pour des périodes pouvant atteindre 5 minutes.

18.8.1.2.7 Un multimètre permettant de mesurer la résistance électrique pour une plage comprise entre 0,1 Ω et 10 M Ω doit être prévu.

18.8.1.3 *Mode opératoire*

18.8.1.3.1 Insérer horizontalement dans la bombe une chambre d'épreuve préparée conformément aux prescriptions énoncées aux 18.8.1.2.1 et 18.8.1.2.2. Relier les fils nus en cuivre de la chambre aux électrodes de la bombe à l'intérieur de celle-ci et fermer la bombe.

18.8.1.3.2 À l'aide du multimètre (voir 18.8.1.2.7), vérifier qu'aucun courant électrique ne passe entre chaque électrode et le corps de la bombe.

18.8.1.3.3 Fermer la sortie de la bombe et ouvrir l'entrée. La pression à l'intérieur de la bombe augmente jusqu'à atteindre approximativement la valeur initiale requise pour l'épreuve. S'il s'agit de la première épreuve réalisée avec une matière donnée, cette valeur doit être une estimation déduite de la pression minimale de combustion attendue en fonction de la formule de l'échantillon. Fermer l'entrée et maintenir la bombe sous pression pendant plusieurs minutes afin de s'assurer que le système ne présente pas de fuites. Une fois cette vérification faite, régler la pression à la valeur initiale requise puis fermer l'entrée de la bombe.

18.8.1.3.4 Déclencher l'acquisition des données (ou l'oscilloscope) et faire passer dans le filament d'allumage un courant de 10,5 A ou plus, jusqu'à ce que l'échantillon s'enflamme et fasse fondre le filament d'allumage ou pour un temps ne dépassant pas 100 secondes.

18.8.1.3.5 En cas de combustion totale de l'échantillon (si la combustion a atteint la paroi de la chambre d'épreuve ; il peut rester une faible quantité d'échantillon sur les bouchons), le résultat est jugé concluant et le prochain essai doit être réalisé à une pression plus faible. Dans le cas contraire, le résultat est jugé non concluant et le prochain essai doit être réalisé à une pression plus élevée (figure 18.8.3). Les valeurs de pression enregistrées par le capteur peuvent aussi fournir des données probantes pour déterminer s'il y a eu combustion ou non (figure 18.8.4).

18.8.1.3.6 Répéter les étapes 18.8.1.3.1 à 18.8.1.3.5 en réduisant graduellement les écarts (positifs ou négatifs) de pression jusqu'à ce que la pression minimale de combustion ait été déterminée avec suffisamment de précision (voir quelques exemples représentatifs ci-dessous). Procéder, par paliers ascendants et descendants, à au moins 12 essais. La pression minimale de combustion retenue est la moyenne entre la pression initiale la plus élevée parmi les essais non concluants et la pression initiale la plus faible parmi les essais concluants.

18.8.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

18.8.1.4.1 Le résultat est considéré positif (+) et la matière ne doit pas être classée dans la Division 5.1 si la pression minimale de combustion est inférieure à 5,6 MPa (800 psig).

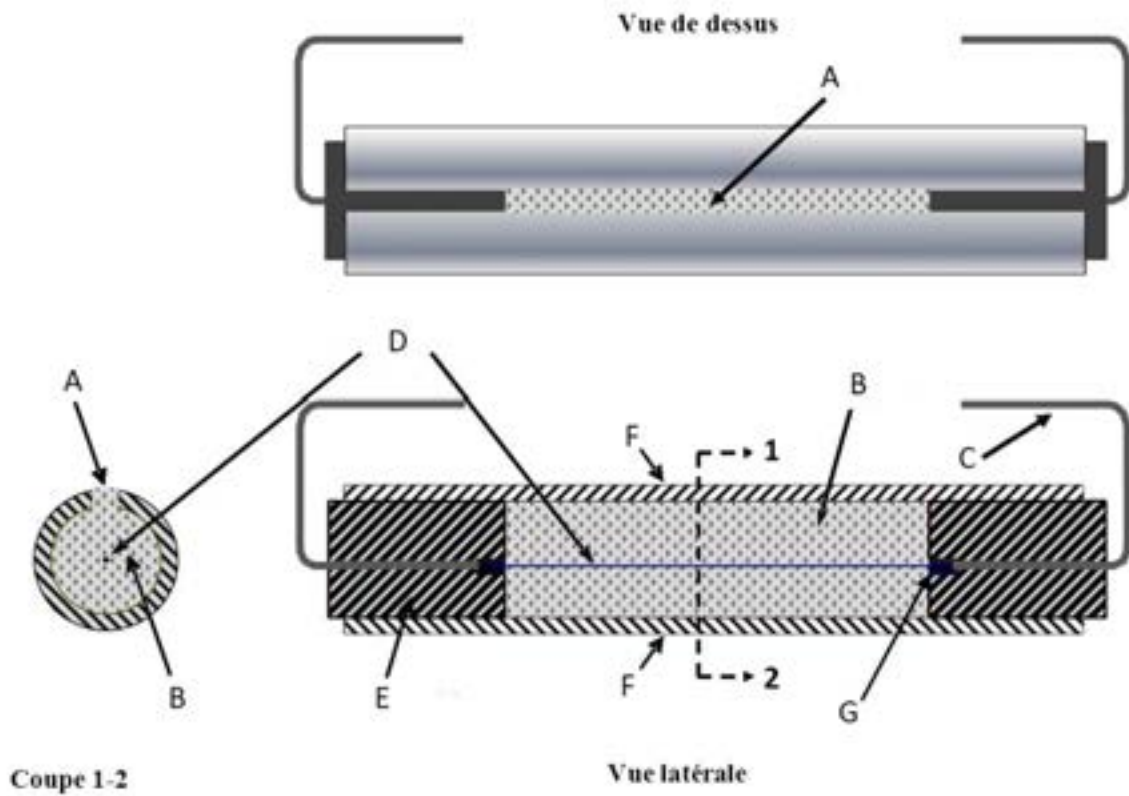
18.8.1.5 Exemples de résultats

Matières	Pression minimale de combustion / MPa (psi) ^a	Résultat
1. 72,5 nitrate d'ammonium/6,1 perchlorate de sodium/8,1 eau/5,3 huile+cire/5,0 aluminium/3,0 μ S en verre ^b	0,93 (120)	+
2. 69,4 nitrate d'ammonium/5,7 nitrate de sodium/6,4 perchlorate de sodium/7,8 eau/5,5 huile+cire/5,0 aluminium/0,2 μ S en plastique ^b	1,58 (215)	+
3. 72,1 nitrate d'ammonium/11,2 nitrate de sodium/11,2 eau/5,5 huile+cire	3,03 (425)	+
4. 69,3 nitrate d'ammonium/10,5 nitrate de sodium/14,7 eau/5,5 huile+cire	4,17 (590)	+
5. 83,0 nitrate d'ammonium/11,7 eau/5,3 huile+cire	4,48 (635)	+
6. 66,9 nitrate d'ammonium/10,4 nitrate de sodium/17,2 eau/5,5 huile+cire	5,72 (815)	-
7. 79,9 nitrate d'ammonium/14,6 eau/5,5 huile+cire	6,82 (975)	-
8. 77,2 nitrate d'ammonium/17,4 eau/5,4 huile+cire	8,18 (1 170)	-
9. 69,8 nitrate d'ammonium/24,8 eau/5,4 huile+cire	14,24 (2 050)	-

^a La valeur exprimée en MPa est la pression absolue tandis que la valeur exprimée en psi qui figure entre parenthèses est la pression manométrique.

^b μ S signifie « microsphères ».

Figure 18.8.1 : Chambre d'épreuve pour l'épreuve de pression minimale de combustion du CanmetLCRE



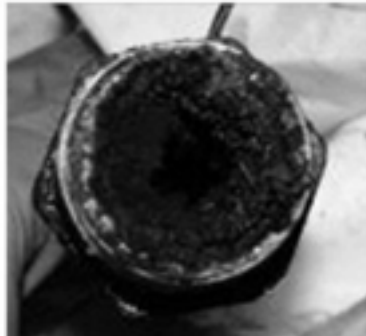
(A) Ouverture	(D) Filament Ni/Cr	(G) Épaisseur
(B) Explosif	(E) Bouchon en caoutchouc	
(C) Conducteur en cuivre	(F) Tube en acier	

Figure 18.8.2 : Chambre d'épreuve montée horizontalement sous le capot de la bombe (conducteurs en cuivre reliés aux électrodes fixes de la bombe)



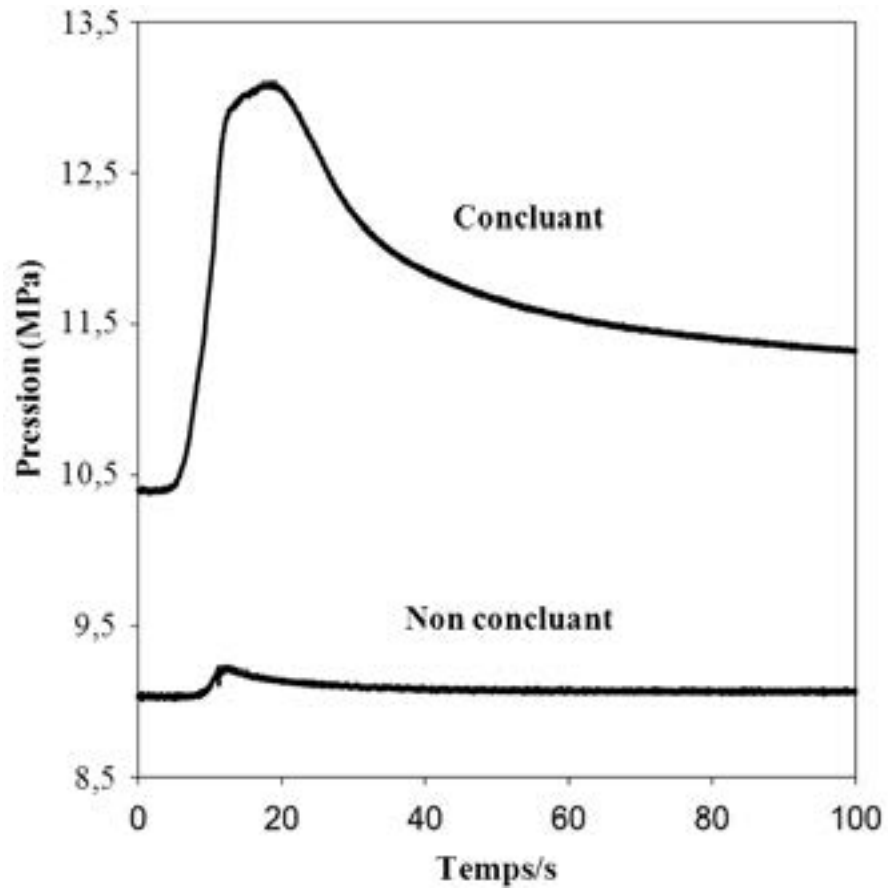
Figure 18.8.3 : Apparence typique d'une chambre d'épreuve après un essai concluant (à gauche) ou non concluant (à droite)

Concluant



Non concluant

Figure 18.8.4 : Valeurs de pression typiques pour des essais concluants et non concluants



DEUXIÈME PARTIE

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, ÉPREUVES ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES AUTORÉACTIVES, PEROXYDES ORGANIQUES ET MATIÈRES QUI POLYMÉRISENT

TABLE DES MATIÈRES DE LA DEUXIÈME PARTIE

NOTA 1 : Dans la liste qui suit, le pays ou l'organisme d'origine de chaque méthode d'épreuves est indiqué entre parenthèses après le nom de celle-ci.

2 : La méthode d'épreuves recommandée pour chaque type d'épreuve est indiquée par des caractères **gras** et par un astérisque dans la table des matières (voir à la sous-section 1.6 de l'Introduction générale).

<u>Section</u>	Page
20. INTRODUCTION À LA DEUXIÈME PARTIE	243
20.1 Objet.....	243
20.2 Domaine d'application.....	243
20.3 Procédure préliminaire.....	245
20.3.1 Description générale.....	245
20.3.2 Types d'épreuves.....	245
20.3.3 Application des méthodes d'épreuve.....	245
20.4 Procédures de classement.....	247
20.4.1 Description générale.....	247
20.4.2 Classement des matières autoréactives.....	247
20.4.3 Classement des peroxydes organiques.....	248
20.4.4 Classement des matières qui polymérisent en vue de leur transport.....	249
20.4.5 Types d'épreuves.....	249
20.4.6 Application des méthodes d'épreuve.....	250
20.5 Exemples de rapports d'épreuve.....	250
21. ÉPREUVES DE LA SÉRIE A	255
21.1 Introduction.....	255
21.2 Méthodes d'épreuve.....	255
21.3 Conditions d'épreuve.....	255
21.4 Série A : Dispositions d'épreuve.....	256
21.4.1 Épreuve A.1 : Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60 (D).....	256
21.4.2 Épreuve A.5 : Épreuve d'amorçage (« gap test ») de l'ONU (ONU).....	260
21.4.3 Épreuve A.6 : * Épreuve de détonation de l'ONU (ONU)	263
22. ÉPREUVES DE LA SÉRIE B	267
22.1 Introduction.....	267
22.2 Méthodes d'épreuve.....	267
22.3 Conditions d'épreuve.....	267
22.4 Série B : Dispositions d'épreuve.....	267
22.4.1 Épreuve B.1 : * Détonation dans un colis (NL)	267

TABLE DES MATIÈRES DE LA DEUXIÈME PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
23. ÉPREUVES DE LA SÉRIE C	271
23.1 Introduction.....	271
23.2 Méthode d'épreuve.....	271
23.3 Conditions d'épreuve.....	271
23.4 Série C : Dispositions d'épreuve.....	271
23.4.1 Épreuve C.1 : * Épreuve pression/temps (GB)	271
23.4.2 Épreuve C.2 : * Épreuve de déflagration (NL)	279
24. ÉPREUVES DE LA SÉRIE D	283
24.1 Introduction.....	283
24.2 Méthode d'épreuve.....	283
24.3 Conditions d'épreuve.....	283
24.4 Série D : Dispositions d'épreuve.....	283
24.4.1 Épreuve D.1 : * Épreuve de déflagration dans un colis (NL)	283
25. ÉPREUVES DE LA SÉRIE E	285
25.1 Introduction.....	285
25.2 Méthodes d'épreuve.....	285
25.3 Conditions d'épreuve.....	285
25.4 Série E : Dispositions d'épreuve.....	285
25.4.1 Épreuve E.1 : * Épreuve de Koenen (D)	285
25.4.2 Épreuve E.2 : * Épreuve de la bombe des Pays-Bas (NL)	292
25.4.3 Épreuve E.3 : Épreuve de la bombe des États-Unis (USA)	297
26. ÉPREUVES DE LA SÉRIE F	301
26.1 Introduction.....	301
26.2 Méthodes d'épreuve.....	301
26.3 Conditions d'épreuve.....	301
26.4 Série F : Dispositions d'épreuve.....	302
26.4.1 Épreuve F.1 : Épreuve de tir au mortier balistique Mk.IIIId (GB)	302
26.4.2 Épreuve F.2 : Épreuve du mortier balistique (F)	305
26.4.3 Épreuve F.3 : Épreuve de Trauzl (BAM) (D)	312
26.4.4 Épreuve F.4 : * Épreuve de Trauzl modifiée (USA)	317
27. ÉPREUVES DE LA SÉRIE G	321
27.1 Introduction.....	321
27.2 Méthodes d'épreuve.....	321
27.3 Conditions d'épreuve.....	321
27.4 Série G : Dispositions d'épreuve.....	321
27.4.1 Épreuve G.1 : * Épreuve d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis (NL)	321
27.4.2 Épreuve G.2 : Épreuve de décomposition accélérée dans un colis (USA)	323

TABLE DES MATIÈRES DE LA DEUXIÈME PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	Page
28. ÉPREUVES DE LA SÉRIE H	325
28.1 Introduction	325
28.2 Méthodes d'épreuve.....	325
28.3 Conditions d'épreuve	326
28.4 Série H : Dispositions d'épreuve	329
28.4.1 Épreuve H.1 : * Épreuve TDAA des États-Unis (USA).....	329
28.4.2 Épreuve H.2 : * Épreuve de stockage adiabatique (NL)	334
28.4.3 Épreuve H.3 : Épreuve de stockage isotherme (ESI) (NL)	339
28.4.4 Épreuve H.4 : * Épreuve de stockage avec accumulation de chaleur (D).....	344

SECTION 20

INTRODUCTION À LA DEUXIÈME PARTIE

20.1 Objet

20.1.1 La deuxième partie du Manuel présente le système ONU de classement des matières autoréactives, des peroxydes organiques ainsi que la détermination de la température de polymérisation auto-accélérée (TPAA) pour les matières qui polymérisent. Pour les matières autoréactives et les peroxydes organiques, elle décrit les procédures, les méthodes d'épreuve et les critères d'évaluation des résultats jugés les plus utiles pour classer correctement les matières. Cette partie doit être utilisée conjointement avec les principes de classement indiqués aux paragraphes 20.4.2 et 20.4.3, et le diagramme de décision de la figure 20.1 du présent Manuel, les sous-sections 2.4.2.3 et 2.5.3 du Règlement type et les chapitres 2.8 et 2.15 du SGH.

20.1.2 Les matières autoréactives et les peroxydes organiques sont classés en sept types selon le danger qu'ils présentent. La figure 20.1 montre le diagramme utilisé pour classer ces matières. Les épreuves sont conduites en deux temps. ***Dans un premier temps, afin d'assurer la sécurité dans les laboratoires, on procède à des essais à petite échelle pour déterminer la stabilité et la sensibilité de la matière.*** On procède à des épreuves de classification dans un deuxième temps,

20.2 Domaine d'application

20.2.1 Les nouvelles matières sujettes à la décomposition exothermique doivent être soumises aux procédures de classement propres aux matières autoréactives énoncées dans cette section, sauf :

- a) S'il s'agit de matières explosibles (voir partie I) ;
- b) S'il s'agit des matières comburantes (voir section 34), à l'exception des mélanges de matières comburantes contenant au moins 5 % de matières organiques combustibles qui relèvent de la procédure de classement décrite au Nota ci-dessous ;

NOTA : Les mélanges de matières comburantes qui contiennent au moins 5 % de matières organiques combustibles mais qui ne satisfont pas aux critères définis aux alinéas a), c), d) ou e) doivent être soumis à la procédure de classement des matières autoréactives.

Les mélanges ayant les propriétés des matières autoréactives de type B à F doivent être classés comme matières autoréactives de la division 4.1. Aux fins du SGH, le type G devrait être envisagé à cet égard.

Les mélanges ayant les propriétés des matières autoréactives du type G conformément au principe énoncé au 20.4.2 g), doivent être considérés aux fins de classement comme des matières comburantes (voir section 34).

- c) S'il s'agit de peroxydes organiques (voir 20.2.2) ;
- d) Si leur chaleur de décomposition (voir 20.3.3.3) est inférieure à 300 J/g ;
- e) Si leur température de décomposition auto-accélérée (point de décomposition exothermique) est supérieure à 75 °C pour un colis de 50 kg ; ou
- f) S'il s'agit de matières qui polymérisent conformément au 2.4.2.5 du Règlement type.

20.2.2 Les nouveaux peroxydes organiques doivent être soumis aux procédures énoncées dans cette section, sauf :

- a) Si la préparation de peroxyde organique ne contient pas plus de 1 % d'oxygène actif pour 1 % au maximum de peroxyde d'hydrogène ;
- b) Si la préparation de peroxyde organique ne contient pas plus de 0,5 % d'oxygène actif pour plus de 1 % mais 7 % au maximum de peroxyde d'hydrogène.

20.2.3 Dans ce contexte, on entend par nouveau produit un produit qui comporte une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- a) Une nouvelle matière autoréactive qui répond à la définition du 20.2.1, ou un mélange de matières autoréactives déjà classées considéré comme sensiblement différent des mélanges déjà classés ;
- b) Un activateur est ajouté à une matière autoréactive déjà classée (voir les paragraphes 2.4.2.3.2.1 et 2.4.2.3.2.2 du Règlement type) et entraîne une diminution de sa stabilité thermique ou une modification de ses propriétés explosives ;
- c) Un nouveau peroxyde organique qui répond à la définition du 20.2.2, ou un mélange de peroxydes organiques déjà classés considéré comme sensiblement différent des mélanges déjà classés.

20.2.4 Les mélanges de compositions de peroxydes organiques affectées actuellement à une rubrique générique dans la Liste des marchandises dangereuses du chapitre 3.2 du Règlement type peuvent être classés comme le même type de peroxyde organique que celui du composant le plus dangereux et être transportés dans les conditions indiquées pour ce type. Toutefois, deux composants pouvant former un mélange de moindre stabilité thermique, il faut calculer la température de décomposition auto-accélérée (TDAA) du mélange et, si nécessaire, la température de régulation et la température critique découlant de la TDAA conformément au paragraphe 2.5.3.4 du Règlement type.

20.2.5 Toute matière qui présente les propriétés d'une matière autoréactive (du type A au type G) ne doit pas être éprouvée suivant l'épreuve d'échauffement spontané N.4 car le résultat du test donnerait un faux résultat positif (c'est-à-dire une augmentation de la température due à la décomposition thermique plutôt qu'à l'auto-échauffement oxydatif).

20.2.6 Les matières susceptibles de polymériser doivent être soumises aux procédures de classification propres à ces matières, énoncées au chapitre 2.4, section 2.4.2.5 du Règlement type, sauf si :

- a) Leur température de polymérisation auto-accélérée (TPAA) est supérieure à 75 °C dans les conditions (avec ou sans stabilisation chimique dans la forme sous laquelle elles sont présentées au transport) et dans l'emballage, le GRV ou la citerne mobile dans lesquels la matière ou le mélange doivent être transportés ;
- b) Elles ont une chaleur de réaction inférieure ou égale à 300 J/g ; ou
- c) Elles ne satisfont à aucun autre des critères d'inclusion dans les classes de transport 1 à 8.

Un mélange remplissant les critères d'une matière qui polymérise doit être classé en tant que matière qui polymérise de la division 4.1 aux fins du transport.

NOTA : Si une matière qui polymérise satisfait aux critères d'inclusion dans les classes de transport 1 à 8, la TPAA est évaluée (par exemple calculée ou mesurée) pour déterminer si une régulation de la température est nécessaire (voir paragraphe 2.4.2.5.2 du Règlement type).

20.3 Procédure préliminaire

20.3.1 Description générale

Il est essentiel pour la sécurité du personnel de laboratoire de soumettre les matières à des épreuves préliminaires à petite échelle, avant de manipuler de plus grandes quantités. Il s'agira en particulier d'épreuves de sensibilité aux effets mécaniques (choc et frottement), ainsi qu'à la chaleur et à la flamme.

20.3.2 Types d'épreuves

On peut généralement utiliser quatre types d'épreuves à petite échelle pour une évaluation préliminaire de la sécurité :

- a) Une épreuve de sensibilité au choc sous l'effet de la chute d'une masse ;
- b) Une épreuve de sensibilité au frottement (y compris le frottement avec choc) ;
- c) Une épreuve de stabilité à la chaleur et de l'énergie de décomposition exothermique ;
- d) Une épreuve déterminant l'effet de l'inflammation.

20.3.3 Application des méthodes d'épreuve

20.3.3.1 *Pour des raisons de sécurité, on commence généralement par les épreuves qui nécessitent la plus petite quantité de matière.*

20.3.3.2 Pour déterminer la sensibilité au choc et au frottement, on peut utiliser une des épreuves de la série 3 de la procédure d'acceptation dans la classe des matières et objets explosibles (voir première partie).

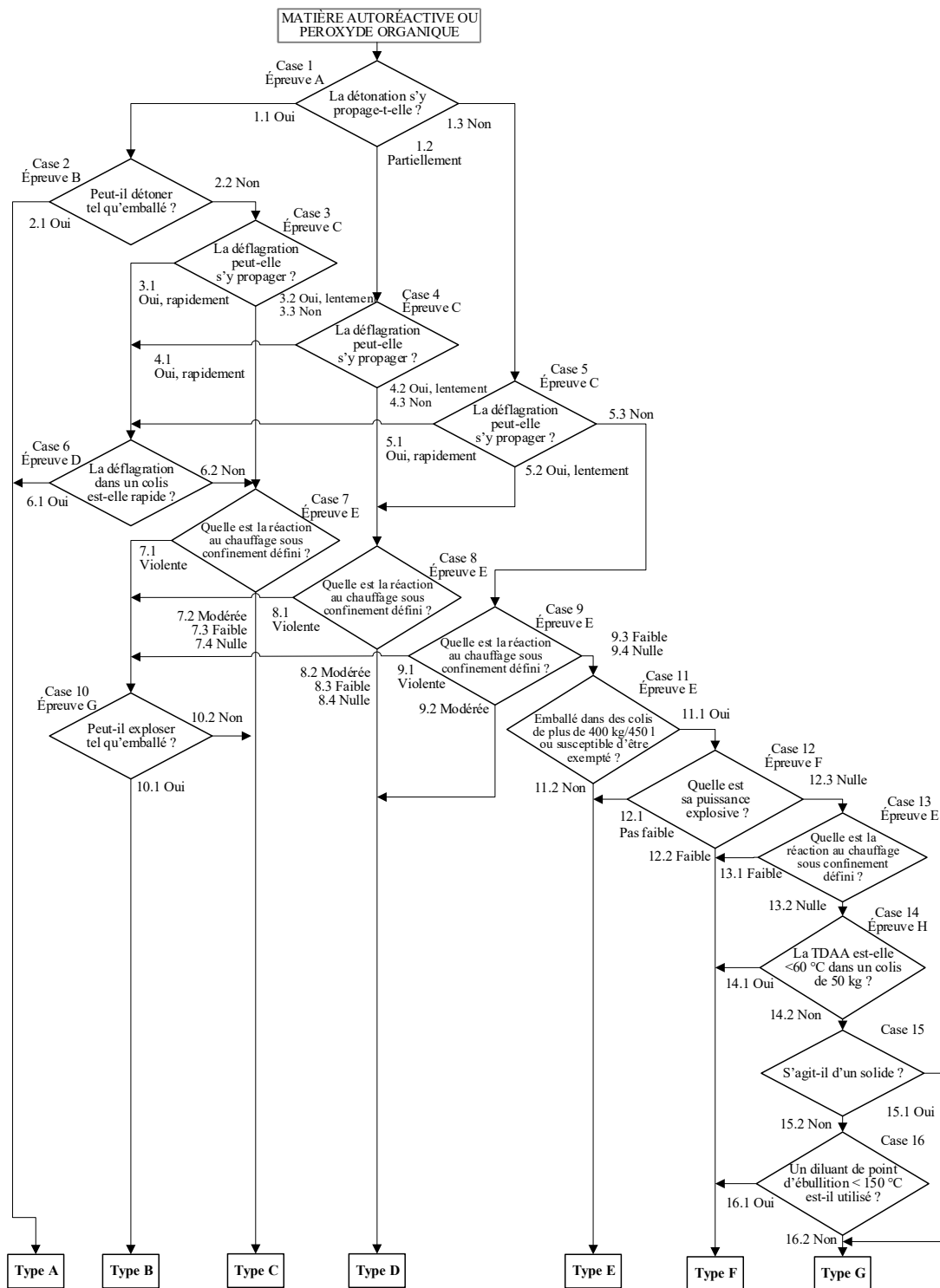
20.3.3.3 La stabilité thermique peut être déterminée au moyen d'un procédé calorimétrique approprié, tel que l'analyse calorimétrique différentielle ou la calorimétrie adiabatique. L'énergie de décomposition exothermique peut être estimée par une technique calorimétrique appropriée telle que l'analyse calorimétrique différentielle. En utilisant ces techniques, il convient d'exercer un soin particulier pour interpréter les résultats, quand :

- a) On prélève des échantillons de mélanges pour les soumettre à des épreuves ;
- b) Le matériau dont est fait le récipient contenant l'échantillon peut influencer sur les résultats ;
- c) Une composition endothermique précède immédiatement une réaction exothermique ;
- d) L'évaporation des constituants abaisse l'exothermicité (normalement il faut utiliser des récipients porte-échantillons scellés) ;
- e) La présence d'air peut influencer de façon critique sur l'énergie de décomposition mesurée ;
- f) Il y a une grande différence entre la chaleur spécifique des réactifs et celle des produits ; et
- g) On utilise des vitesses de chauffe élevées (avec l'analyse calorimétrique différentielle, ces vitesses de chauffe devraient être normalement de l'ordre de 2 à 5 K/min).

Si l'on utilise l'analyse calorimétrique différentielle, la température initiale obtenue par extrapolation est définie comme le point d'intersection entre la tangente au point de plus grande pente sur le flanc d'attaque du pic, et la base obtenue par extrapolation.

20.3.3.4 Pour examiner l'effet de l'inflammation, on peut utiliser toute méthode appropriée permettant de déterminer clairement quels sont les matériaux qui réagissent violemment sous confinement faible ou nul.

Figure 20.1 : Diagramme de décision pour le classement des matières autoréactives et des peroxydes organiques



NOTA :

Aux fins du transport :

- Type A : non admis au transport tel qu'emballé ;
- Type B : admis au transport en colis ne contenant pas plus de 25 kg de matière (masse nette) avec une étiquette de danger subsidiaire de « matière explosive » ;
- Type C : admis au transport en colis ne contenant pas plus de 50 kg de matière (masse nette) ;
- Type D : admis au transport en colis ne contenant pas plus de 50 kg de matière (masse nette) ;
- Type E : admis au transport en colis ne contenant pas plus de 400 kg/450 l de matière ;
- Type F : transport en GRV ou en citerne envisageable ;
- Type G : exemption envisageable.

20.4 Procédure de classement

20.4.1 Description générale

20.4.1.1 Les principes de classement des matières autoréactives et des peroxydes organiques sont énoncés aux sous-sections 20.4.2 et 20.4.3 respectivement. Le système général de classement (diagramme de décision) fait l'objet de la figure 20.1. Les matières autoréactives et les peroxydes organiques peuvent être classés en sept types, selon les dangers qu'ils présentent. Pour déterminer le type d'une matière, il est nécessaire d'en déterminer les propriétés ainsi qu'il est spécifié dans les cases du diagramme de décision ou dans les principes de classement énoncés dans les Recommandations. Les types vont du type A, non admis au transport dans l'emballage dans lequel il a été soumis à l'épreuve, au type G, qui est exempté des dispositions relatives aux matières autoréactives ou aux peroxydes organiques. Quant aux types B à F, le classement est directement lié à la quantité maximale de matière autorisée par colis.

20.4.1.2 Une matière autoréactive doit être considérée comme ayant des propriétés explosives si, lors des épreuves de laboratoire, elle se révèle capable de détoner, de déflagrer rapidement ou de réagir violemment lors d'un chauffage sous confinement.

20.4.1.3 La température de décomposition auto-accélérée (ou TDAA) encore appelée point de décomposition exothermique d'une matière est par définition la plus basse température à laquelle une telle décomposition peut se produire dans l'emballage. Elle est à établir pour savoir :

- a) Si une matière doit faire l'objet d'une régulation de température ;
- b) Si, le cas échéant, la matière satisfait aux dispositions relatives au type G ; ou
- c) Si, le cas échéant, une matière satisfait au critère TDAA pour les matières autoréactives.

20.4.1.4 La température de polymérisation auto-accélérée (TPAA) est la plus basse température à laquelle une matière peut commencer à polymériser dans l'emballage, le GRV ou la citerne tel que remis au transport. On doit déterminer la TPAA pour savoir si une matière doit faire l'objet d'une régulation de température pendant le transport.

20.4.1.5 La forme physique de la matière doit être déterminée, le cas échéant, comme indiqué dans la définition de *liquide* au 1.2.1 du Règlement type¹.

20.4.1.6 La matière est affectée à la rubrique générique appropriée en fonction de son type, de son état physique et du fait qu'une régulation de la température est ou non exigée.

20.4.2 Classement des matières autoréactives

Les matières autoréactives sont classées dans l'une des sept catégories (types A à G) sur la base des principes ci-après² :

- a) Une matière autoréactive qui, telle qu'elle est emballée, peut détoner ou déflagrer rapidement est classée matière autoréactive du type A) ;
- b) Une matière autoréactive ayant des propriétés explosives, qui, telle qu'elle est emballée, ne détone pas et ne déflagre pas rapidement, mais peut exploser sous l'effet de la chaleur dans cet emballage, est classée matière autoréactive du type B ;

¹ Par liquide, on entend une marchandise dangereuse qui à 50 °C exerce une pression de vapeur inférieure ou égale à 300 kPa (3 bars), n'est pas entièrement gazeuse à 20 °C à une pression de 101,3 kPa, et a un point de fusion ou un point de fusion initial qui est inférieur ou égal à 20 °C à une pression de 101,3 kPa. Une matière visqueuse dont le point de fusion spécifique ne peut être défini doit être soumise à l'épreuve ASTM D 4359-90 ; ou à l'épreuve de détermination de la fluidité (épreuve du pénétromètre) prescrite dans la section 2.3.4 de l'annexe A de l'Accord européen relatif au transport international des marchandises dangereuses par route (ADR).

² Aux fins du transport, ces principes doivent être appliqués à la classification des matières autoréactives non répertoriées dans le tableau du 2.4.2.3.2.3 du Règlement type.

- c) Une matière autoréactive ayant des propriétés explosives qui telle qu'elle est emballée, ne peut détoner, déflagrer rapidement, ni exploser sous l'effet de la chaleur est classée matière autoréactive du type C) ;
- d) Une matière autoréactive, qui lors d'épreuves de laboratoire, a l'un des comportements suivants :
 - i) elle détone partiellement, mais ne déflagre pas rapidement et ne réagit pas violemment au chauffage sous confinement ;
 - ii) elle ne détone pas, mais déflagre lentement, sans réagir violemment au chauffage sous confinement ; ou
 - iii) elle ne détone pas et ne déflagre pas, mais réagit modérément au chauffage sous confinement,est classée matière autoréactive du type D ;
- e) Une matière autoréactive qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas et ne déflagre pas, et n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement est classée matière autoréactive du type E ;
- f) Une matière autoréactive qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement, et n'a qu'une puissance explosive faible ou nulle est classée matière autoréactive du type F ;
- g) Une matière qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, ne réagit pas au chauffage sous confinement, et a une puissance explosive nulle, à condition d'être thermiquement stable (c'est-à-dire d'avoir une TDAA de 60 à 75 °C pour un colis de 50 kg) et dans le cas de mélanges liquides, qu'un diluant ayant un point d'ébullition supérieur ou égal à 150 °C soit utilisé pour la désensibilisation, est classée matière autoréactive du type G. Si le mélange n'est pas thermiquement stable ou si un diluant ayant un point d'ébullition inférieur à 150 °C est utilisé pour la désensibilisation, le mélange est classé matière autoréactive du type F.

20.4.3 *Classement des peroxydes organiques*

Les peroxydes organiques sont classés dans l'une des sept catégories (types A à G) sur la base des principes suivants³ :

- a) Un peroxyde organique qui, tel qu'il est emballé, peut détoner ou déflagrer rapidement, est classé peroxyde organique du type A ;
- b) Un peroxyde organique ayant des propriétés explosives, qui, tel qu'il est emballé, ne détone pas et ne déflagre pas rapidement, mais peut exploser sous l'effet de la chaleur dans cet emballage, est classé peroxyde organique du type B ;
- c) Un peroxyde organique ayant des propriétés explosives qui, tel qu'il est emballé, ne peut détoner, déflagrer rapidement, ni exploser sous l'effet de la chaleur, est classé peroxyde organique du type C ;
- d) Un peroxyde organique qui, lors d'épreuves de laboratoire, a l'un des comportements suivants :
 - i) il détone partiellement, mais ne déflagre pas rapidement et ne réagit pas violemment au chauffage sous confinement ;

³ Aux fins du transport, ces principes doivent être appliqués à la classification des matières autoréactives non répertoriées dans le tableau du 2.5.3.2.4 du Règlement type.

- ii) il ne détone pas, mais déflagre lentement sans réagir violemment au chauffage sous confinement ; ou
- iii) il ne détone pas et ne déflagre pas, mais réagit modérément au chauffage sous confinement,

est classé peroxyde organique du type D ;

- e) Un peroxyde organique, qui, lors des épreuves de laboratoire, ne détone pas et ne déflagre pas, et n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement est classé peroxyde organique du type E ;
- f) Un peroxyde organique qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement, et n'a qu'une puissance explosive faible ou nulle, est classé peroxyde organique du type F ;
- g) Un peroxyde organique qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, ne réagit pas au chauffage sous confinement, et a une puissance explosive nulle, à condition d'être thermiquement stable (c'est-à-dire d'avoir une TDAA de 60 °C ou plus pour un colis de 50 kg) et, dans le cas de mélanges liquides, qu'un diluant ayant un point d'ébullition supérieur ou égal à 150 °C soit utilisé pour la désensibilisation, est classé peroxyde organique du type G. Si le mélange n'est pas thermiquement stable ou si un diluant ayant un point d'ébullition inférieur à 150 °C est utilisé pour la désensibilisation, le mélange est classé peroxyde organique du type F.

20.4.4 *Classement des matières qui polymérisent en vue de leur transport*

20.4.4.1 On entend par matières qui polymérisent les matières qui, sans stabilisation, sont susceptibles de subir une forte réaction exothermique résultant en la formation de molécules plus grandes ou résultant en la formation de polymères dans les conditions normales de transport. De telles matières sont considérées comme des matières susceptibles de polymériser de la division 4.1 aux fins du transport :

- a) Lorsque leur température de polymérisation auto-accélérée (TPAA) est au maximum de 75 °C dans les conditions (avec ou sans stabilisation chimique dans la forme sous laquelle elles sont présentées au transport) et dans l'emballage, le GRV ou la citerne mobile dans lesquels la matière ou le mélange doivent être transportés ;
- b) Lorsqu'elles ont une chaleur de réaction supérieure à 300 J/g ; et
- c) Lorsqu'elles ne satisfont à aucun autre des critères d'inclusion dans les classes 1 à 8.

20.4.4.2 Sur la base de leur TPAA et de leur état physique, les matières qui polymérisent sont classées aux fins du transport :

- a) Matière solide qui polymérise, stabilisée ;
- b) Matière liquide qui polymérise, stabilisé ;
- c) Matière solide qui polymérise, avec régulation de température ;
- d) Liquide qui polymérise, avec régulation de température.

20.4.5 *Types d'épreuves*

20.4.5.1 Les paragraphes 20.4.2 et 20.4.3 se réfèrent seulement aux propriétés des matières autoréactives et à celles des peroxydes organiques qui sont déterminantes pour leur classement. Ces propriétés doivent être déterminées au moyen d'épreuves.

20.4.5.2 Les méthodes d'épreuve à utiliser pour déterminer le type d'une matière autoréactive ou d'un peroxyde organique sont réparties en huit séries, désignées par les lettres A à H ; elles ont pour objet de fournir les éléments d'information nécessaires pour répondre aux questions posées dans le diagramme de décision de la figure 20.1 et appliquer les principes de classement.

20.4.5.3 La série d'épreuves A comprend des épreuves de laboratoire et des critères relatifs à la propagation d'une détonation (case 1 du diagramme de décision).

20.4.5.4 La série d'épreuves B comprend un essai et des critères relatifs à la propagation de la détonation d'une matière dans un emballage (case 2 du diagramme de décision).

20.4.5.5 La série d'épreuves C comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs à la propagation de la déflagration (cases 3, 4 et 5 du diagramme de décision).

20.4.5.6 La série d'épreuves D comprend un essai et des critères relatifs à la propagation de la déflagration rapide d'une matière dans un emballage (case 6 du diagramme de décision).

20.4.5.7 La série d'épreuves E comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs aux effets du chauffage sous confinement défini (cases 7, 8, 9 et 13 du diagramme de décision).

20.4.5.8 La série d'épreuves F comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs à la puissance explosive des matières pour lesquelles on envisage l'entreposage en grands récipients pour vrac (GRV) ou en citernes, ou l'exemption (case 11 du diagramme de décision), ainsi que l'indique la case 12 du diagramme.

20.4.5.9 La série d'épreuves G comprend des essais et des critères relatifs aux effets d'une explosion par échauffement d'une matière dans un emballage (case 10 du diagramme de décision).

20.4.5.10 La série d'épreuves H comprend des essais et des critères relatifs à la détermination de la température de décomposition auto-accelérée des peroxydes organiques et des matières autoréactives ou potentiellement autoréactives ainsi qu'à la détermination de la TPAA.

20.4.6 Application des méthodes d'épreuve

20.4.6.1 L'ordre dans lequel sont rangées les séries d'épreuves A à H se rapporte plus à la séquence d'évaluation des résultats qu'à l'ordre d'exécution des épreuves. La séquence recommandée des essais de laboratoire est la suivante : séries d'épreuves E, H, F, C puis A. Il peut arriver que certaines épreuves ne soient pas nécessaires ; voir l'introduction de chaque série d'épreuves.

20.4.6.2 Les épreuves dans un colis des séries B, D et G ne sont à exécuter que si les résultats des épreuves correspondantes des séries d'épreuves A, C et E l'indiquent.

20.5 Exemples de rapports d'épreuve

20.5.1 Les figures 20.2 et 20.3, respectivement, donnent des exemples de procès-verbal d'épreuve et de classement.

20.5.2 Pour tenir compte des incertitudes analytiques, la concentration de la matière à classer peut être supérieure de 2 % à la concentration éprouvée. Pour une épreuve sur un peroxyde organique, la teneur en oxygène actif doit être indiquée dans la rubrique « Informations générales » du rapport. De même, si une matière autoréactive est éprouvée, il convient de donner, le cas échéant, le type et la concentration de l'activateur.

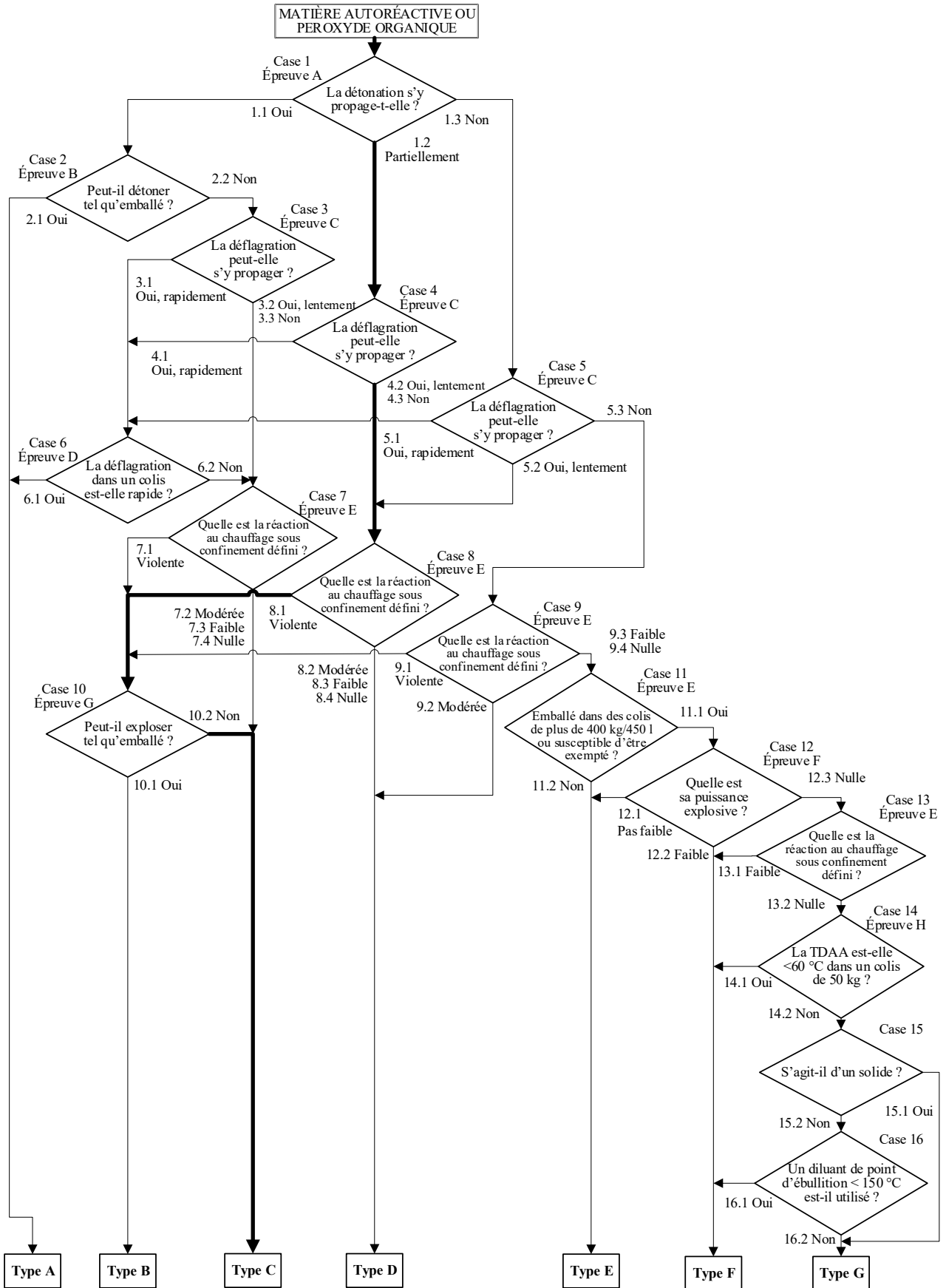
20.5.3 Si les résultats d'épreuve préliminaires indiquent que la matière est très sensible à l'inflammation (par choc, frottement ou étincelle), ces résultats doivent être consignés dans le rapport.

Figure 20.2 : Exemple de rapport d'épreuve

1.	Nom de la matière :	PEROXYBENZOATE de tert-BUTYLE, techniquement pur
2.	Informations générales :	
2.1	Composition :	Peroxybenzoate de tert-butyle à 98 %
2.2	Formule moléculaire :	C ₁₁ H ₁₄ O ₃
2.3	Teneur en oxygène actif :	8,24 %
2.4	Teneur en activateur :	Sans objet
2.5	État physique :	Liquide
2.6	Couleur :	Incolore
2.7	Densité (apparente) :	1 040 kg/m ³
2.8	Granulométrie :	Sans objet
3.	Détonation (série d'épreuves A) Case 1 :	La détonation s'y propage-t-elle ?
3.1	Méthode :	Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60 (épreuve A.1)
3.2	État de l'échantillon :	Température ambiante
3.3	Observations :	Tube fragmenté sur une longueur de 30 cm, la matière qui n'a pas réagi est restée dans le tube
3.4	Résultat :	Partiellement
3.5	Sortie :	1.2
4.	Déflagration (série d'épreuves C) Case 4 :	La déflagration peut-elle s'y propager ?
4.1	Méthode 1 :	Épreuve pression/temps (épreuve C.1)
4.2	État de l'échantillon :	Température ambiante
4.3	Observations :	Temps : 2,5 s
4.4	Résultat :	Oui, lentement
4.5	Méthode 2 :	Épreuve de déflagration (épreuve C.2)
4.6	État de l'échantillon :	Température, 50 °C
4.7	Observations :	Vitesse de déflagration 0,65 mm/s
4.8	Résultat :	Oui, lentement
4.9	Résultat final :	Oui, lentement
4.10	Sortie :	4.2
5.	Chauffage sous confinement (série d'épreuves E) Case 8	Quelle est la réaction au chauffage sous confinement défini ?
5.1	Méthode 1 :	Épreuve de Koenen (épreuve E.1)
5.2	État de l'échantillon :	Masse : 26 g
5.3	Observations :	Diamètre limite 3,5 mm (délai de réaction = 19 s et durée de réaction = 22 s)
5.4	Résultat :	Réaction violente
5.5	Méthode 2 :	Épreuve de la bombe des Pays-Bas (épreuve E.2)
5.6	État de l'échantillon :	10,0 g
5.7	Observations :	Diamètre limite 10 mm (délai de réaction = 110 s et durée de la réaction = 4 s)
5.8	Résultat :	Réaction violente
5.9	Résultat final :	Réaction violente
5.10	Sortie :	8.1

6.	Explosion dans un colis (série d'épreuves G) Case 10	Peut-il exploser tel qu'emballé ?
6.1	Méthode :	Épreuve de l'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis (épreuve G.1)
6.2	État de l'échantillon :	25 kg d'échantillon dans un colis 6HG2 d'une capacité de 30 litres
6.3	Observations :	Dégagement de fumées, pas de fragmentation du colis
6.4	Résultat :	Pas d'explosion (méthode d'emballage OP5)
6.5	Sortie :	10.2
7.	Stabilité à la chaleur (série d'épreuves H)	
7.1	Méthode :	Épreuve TDAA des États-Unis (épreuve H.1)
7.2	État de l'échantillon :	20 litres d'échantillon dans un emballage 6HG2 d'une capacité de 25 litres
7.3	Observations :	Décomposition auto-accélérée à 63 °C, pas de décomposition auto-accélérée à 58 °C, température de décomposition auto-accélérée : 63 °C
7.4	Résultat :	Il n'est pas nécessaire de prévoir une régulation de température
8.	Données supplémentaires (voir 20.5.3)	
8.1	Méthode :	Épreuve BAM au mouton de choc (épreuve 3 a) ii))
8.2	État de l'échantillon :	Température ambiante
8.3	Observations :	Énergie limite d'impact (5 J)
8.4	Résultat :	Sensible au choc
9.	Affectation proposée	
9.1	Désignation officielle de transport :	PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE C, LIQUIDE
9.2	Numéro ONU :	3103
9.3	Division :	5.2
9.4	Nom technique :	Peroxybenzoate de tert-butyle
9.5	Concentration :	≤ 100 %
9.6	Diluant(s) :	Néant
9.7	Dangers subsidiaires	Néant
9.8	Groupe d'emballage :	II
9.9	Méthode d'emballage :	OP5
9.10	Régulation de température :	Néant
9.11	Température critique :	Néant

Figure 20.3 : Classement du peroxybenzoate de tert-butyle



SECTION 21

ÉPREUVES DE LA SÉRIE A

21.1 Introduction

21.1.1 La série d'épreuves A comprend des épreuves de laboratoire et des critères d'évaluation des résultats concernant la propagation d'une détonation, permettant de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1

21.2 Méthodes d'épreuve

21.2.1 À la question « La détonation s'y propage-t-elle ? » (case 1 de la figure 20.1), il est répondu selon les résultats d'une des méthodes d'épreuve du tableau 21.1. Pour les liquides susceptibles d'être entreposés en conteneurs-citernes ou en GRV de capacité supérieure à 450 litres, on doit exécuter une version sous cavitation d'une épreuve de la série A (voir appendice 3).

Tableau 21.1 : Méthodes d'épreuve de la série A

Code	Nom de l'épreuve	Section
A.1	Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60	21.4.1
A.5	Épreuve d'amorçage (« gap test ») de l'ONU	21.4.2
A.6	Épreuve de détonation de l'ONU ^a	21.4.3

^a Épreuve recommandée.

Toutes les épreuves sont tenues pour équivalentes et il suffit d'employer une seule d'entre elles.

21.2.2 Comme épreuve de présélection pour déterminer l'aptitude de propager une détonation, on peut, pour les peroxydes organiques et les matières autoréactives, combiner une épreuve de la puissance explosive (toute épreuve de la série F, à l'exception de l'épreuve F.5 pour les peroxydes organiques, et toute épreuve de la série F, à l'exception des épreuves F.4 et F.5 pour les matières autoréactives) avec deux épreuves des effets du chauffage sous confinement. Il n'est pas nécessaire d'exécuter une épreuve de la série A dans les cas suivants :

- a) Si le résultat d'une épreuve de puissance explosive est « nulle » ;
- b) Si le résultat de l'épreuve E.2 et de l'épreuve E.1 ou de l'épreuve E.3 est « nulle » ou « faible » ;

Si la procédure de présélection indique qu'une épreuve de la série A n'est pas nécessaire, il est alors répondu « non » à la question de la case 1. Toutefois, si une matière est susceptible d'être entreposée en conteneurs-citernes ou en GRV ou d'être exemptée, alors il faut réaliser une épreuve de la série A à moins que le résultat obtenu dans une épreuve de la série A soit « non » avec une formulation de la matière de concentration supérieure et de même état physique.

21.3 Conditions d'épreuve

21.3.1 La masse volumique apparente des matières ayant un effet important sur les résultats des épreuves de la série A, doit toujours être relevée. La masse volumique apparente des matières solides doit être déterminée par mesure du volume du tube et de la masse d'échantillon.

21.3.2 Si un mélange est susceptible de se séparer en deux phases, il faut exécuter l'épreuve avec le dispositif d'amorçage en contact avec la phase potentiellement la plus explosive, si celle-ci est connue.

21.3.3 Les épreuves doivent être effectuées à la température ambiante, sauf si la matière est susceptible de rencontrer des conditions où son état physique et sa densité sont susceptibles de changer. Les

peroxydes organiques et les matières autoréactives qui nécessitent une régulation de température doivent être éprouvés à la température de régulation, si celle-ci est inférieure à la température ambiante.

21.3.4 ***La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).***

21.3.5 Lorsqu'on utilise un nouveau lot de tubes d'acier, il convient de réaliser des essais d'étalonnage avec de l'eau (essais sur liquides) et avec un solide organique inerte (essais sur solides) pour déterminer la longueur moyenne de fragmentation à blanc (longueur témoin). Les critères « non »/« partiellement » sont fixés à 1,5 fois cette longueur témoin.

21.4 Série A : Dispositions d'épreuves

21.4.1 Épreuve A.1 : Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60

21.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à détoner lorsqu'elle est soumise à un amorçage par un relais détonant sous confinement dans un tube d'acier. Elle permet de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1.

21.4.1.2 *Appareillage et matériels*

On utilise un tube d'acier étiré sans soudure mesurant 500 mm de long, de 60 mm de diamètre extérieur, avec une épaisseur de paroi de 5 mm (par exemple conformément à la norme DIN 2448), fait en acier St. 37,0, ayant une charge de rupture de 350 à 480 N.mm⁻² (par exemple selon la norme DIN 1629). Le tube est fermé par un bouchon fileté en fonte malléable ou un bouchon plastique approprié en couvrant l'extrémité ouverte. Le relais est constitué par une charge cylindrique de 50 g d'hexocire (95/5) comprimée à une pression de 1 500 bar et ayant les cotes indiquées sur la figure 21.4.1.1. Le relais comporte à sa partie supérieure une cavité axiale de 7 mm de diamètre et de 20 mm de profondeur pouvant recevoir un détonateur de puissance suffisante pour amorcer le relais de manière fiable. Les matières susceptibles de réagir dangereusement avec l'acier de qualité St. 37,0 sont éprouvées dans des tubes revêtus intérieurement de polyéthylène¹.

21.4.1.3 *Mode opératoire*

21.4.1.3.1 En principe, on remplit le tube d'acier avec la matière telle qu'elle a été reçue et on détermine la masse de l'échantillon et, sauf pour les solides, la masse volumique apparente connaissant le volume interne, mesuré, du tube. Il faut cependant veiller à ce que la matière ne soit pas en mottes et à ce qu'il ne subsiste pas de vides dans le cas des matières pâteuses ou géli-formes. La densité finale de la matière dans le tube doit dans tous les cas être aussi proche que possible de la densité au cours du transport. Le relais est introduit en position centrale à l'extrémité supérieure du tube, de telle manière qu'il soit entouré de matière. Lorsqu'il s'agit d'un liquide, on isole le relais du liquide en l'enveloppant dans une mince feuille d'aluminium ou un film de matière plastique appropriée. Le relais enveloppé est alors fixé au bouchon en fonte malléable au moyen de quatre fils métalliques minces passant par quatre trous supplémentaires pratiqués dans le bouchon. On visse celui-ci avec précaution sur le tube et on introduit le détonateur dans la charge relais par le trou central du bouchon. Le détonateur peut alors être mis à feu.

21.4.1.3.2 On exécute au moins deux essais, facultativement avec un dispositif de contrôle (sonde de mesure continue, par exemple) de la vitesse de détonation, à moins qu'il n'y ait détonation dès le premier essai. Un troisième essai avec dispositif de contrôle peut être nécessaire si deux essais exécutés sans dispositif de contrôle n'ont pas permis de tirer une conclusion.

¹ Dans certains cas, le matériau du tube peut être de l'aluminium pur ou de l'acier de qualité 1,457 1 selon la norme DIN 17440.

21.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

21.4.1.4.1 Pour l'évaluation des résultats, on se fonde sur les critères suivants :

- a) Le type de fragmentation du tube ;
- b) Le degré d'achèvement de la réaction ;
- c) La vitesse de propagation mesurée dans la matière.

On retient les résultats d'essai correspondant au classement le plus rigoureux.

21.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

« Oui » :

- Le tube est complètement fragmenté ; ou
- Le tube est fragmenté à ses extrémités supérieure et inférieure ; ou
- Une mesure de vitesse montre que la vitesse de propagation dans la partie non fragmentée du tube est constante et supérieure à la vitesse du son dans la matière.

« Partiellement » :

- Le tube est fragmenté seulement à l'extrémité supérieure et la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube est supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique ; et
- Une partie importante de la matière n'a pas réagi ou une mesure de vitesse montre que la vitesse de propagation dans la partie du tube qui n'est pas fragmentée est inférieure à la vitesse du son dans la matière.

« Non » :

- Le tube est fragmenté seulement à l'extrémité supérieure et la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube est égale ou plus petite que 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique ; et
- Une partie importante de la matière n'a pas réagi ou une mesure de vitesse montre que la vitesse de propagation dans la partie du tube qui n'est pas fragmentée est inférieure à la vitesse du son dans la matière.

21.4.1.5 Exemples de résultats

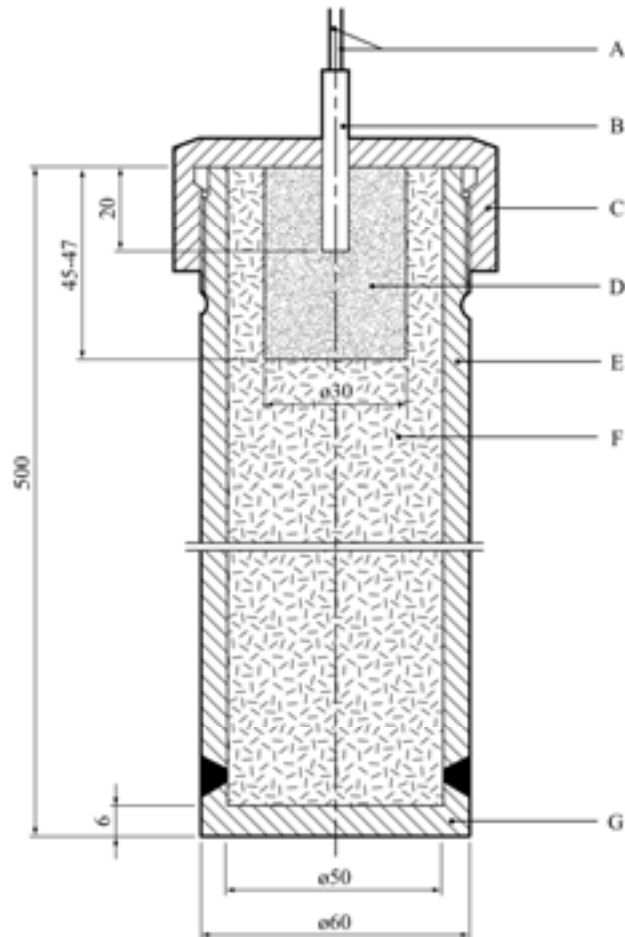
Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Longueur fragmentée (cm)	Résultat
Azodicarbonamide	627	15	Non
Azo-2,2'bis(diméthyl-2,4 valéronitrile)	793	16	Non
Benzène-disulfonhydrazide-1,3	640	50	Oui
Benzène sulfonhydrazide	630	17	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	-	30	Partiellement
Peroxy-2-éthylhexanoate de tert-butyle	-	18	Non
Acide 3-chloroperoxybenzoïque, pas plus de 86 % avec de l'acide 3-chlorobenzoïque	610	24, 6 ^a	Oui
Hydroperoxyde de cumyle, 84 % dans du cumène	-	15	Non
Peroxyde(s) de cyclohexanone	620	50	Oui
Chlorure de diazo-2 naphthol-1 sulfonyle-5	690	20	Non ^b
Peroxyde de dibenzoyl	730	30, 12 ^a	Oui
Peroxyde de dibenzoyl, 75 % avec de l'eau	740	20	Non
Peroxyde de di-tert-butyle	-	16	Non
Peroxydicarbonate de dicétyl	590	13	Non
Peroxyde de dicumyle	520	14	Non
Peroxydicarbonate de diisopropyle	790	50	Oui
Peroxyde de dilauroyle	580	25	Partiellement
Peroxydicarbonate de dimyristyle	460	20	Non
Peroxydicarbonate de dimyristyle, 42 %, dispersion stable dans l'eau	-	15	Non
N,N'-Dinitrosopentaméthylène tétramine, 90 % avec de l'huile minérale	590	50	Oui ^c
N,N'-Dinitrosopentaméthylène tétramine, 80 % avec 17 % de solide inorganique et 3 % d'huile minérale	500	50	Oui
N,N'-Dinitrosopentaméthylène tétramine, 75 % avec 15 % de carbonate de calcium et 10 % d'huile minérale	-	26	Partiellement
Matières inertes :			
Air	-	8	
Phtalate de diméthyle	-	13	
Sucre glace	682	14	
Sable	-	13	
Eau	-	14	

^a Fragmentation des deux extrémités.

^b Matière ayant complètement réagi par déflagration.

^c Vitesse de détonation 3 040 m/s.

Figure 21.4.1.1 : Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60



-
- (A) Fils du détonateur
 - (B) Détonateur pénétrant de 20 mm dans la charge relais
 - (C) Bouchon vissant en fonte malléable ou bouchon en plastique
 - (D) Charge relais d'hexocire (95/5) de 30 mm de diamètre et environ 46 mm de long
 - (E) Tube en acier mesurant 500 mm de long, 50 mm de diamètre intérieur, 60 mm de diamètre extérieur
 - (F) Matière à éprouver
 - (G) Fond en acier soudé de 6 mm d'épaisseur
-

21.4.2 *Épreuve A.5 : Épreuve d'amorçage (« gap test ») de l'ONU*

21.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve est utilisée pour apprécier l'aptitude à la propagation de la détonation d'une matière subissant l'effet d'un relais détonant sous confinement dans un tube en acier. Elle permet de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1.

21.4.2.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est représenté dans la figure 21.4.2.1. L'échantillon à éprouver est placé dans un cylindre d'acier au carbone recuit sans soudure de 48 ± 2 mm de diamètre extérieur ayant une épaisseur de paroi de 4 mm et une longueur de 400 ± 5 mm. Si l'échantillon risque de réagir avec l'acier, l'intérieur du tube doit être protégé par un revêtement de résine fluorocarbonée. Le fond du cylindre est fermé par une feuille de plastique tendue fermement (jusqu'à déformation plastique) sur le fond du tube et maintenue fermement en place. La feuille de plastique doit être compatible avec la matière éprouvée. La charge primaire est une pastille d'hexocire (95/5) ou de penthrite/TNT contenant au moins 50 % de penthrite dans le mélange de 160 g, d'un diamètre de 50 ± 1 mm, ayant une masse volumique de $1\,600 \pm 50$ kg/m³. Les charges peuvent être comprimées en un ou plusieurs éléments, à condition que la charge totale réponde aux spécifications ; la charge de penthrite/TNT est moulée. Une plaque témoin carrée d'acier doux, mesurant 150 ± 10 mm de côté et 3 mm d'épaisseur, peut être montée à l'extrémité supérieure du tube d'acier, en étant séparée de celui-ci par des cales épaisses de $1,6 \pm 0,2$ mm.

21.4.2.3 *Mode opératoire*

21.4.2.3.1 L'échantillon est chargé au ras du bord supérieur du tube d'acier. Pour les échantillons solides, la densité voulue est obtenue en tapotant l'extérieur du tube jusqu'à ce que le progrès du tassement devienne imperceptible. La masse de l'échantillon est déterminée et, pour les solides, on calcule la masse volumique apparente, connaissant le volume intérieur mesuré du tube.

21.4.2.3.2 Le tube est mis en position verticale et le relais est placé en contact direct avec la feuille qui en ferme le fond. Le détonateur est positionné contre le relais ; on peut alors y mettre le feu. L'essai est exécuté deux fois pour chaque matière à moins qu'une détonation ne soit observée dès le premier essai.

21.4.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

21.4.2.4.1 Pour l'évaluation des résultats d'épreuve on se fonde sur le type de fragmentation du tube. La plaque témoin sert uniquement à fournir des indications supplémentaires sur la violence de la réaction. Pour le classement, c'est l'essai donnant le résultat le plus sévère qui sera retenu.

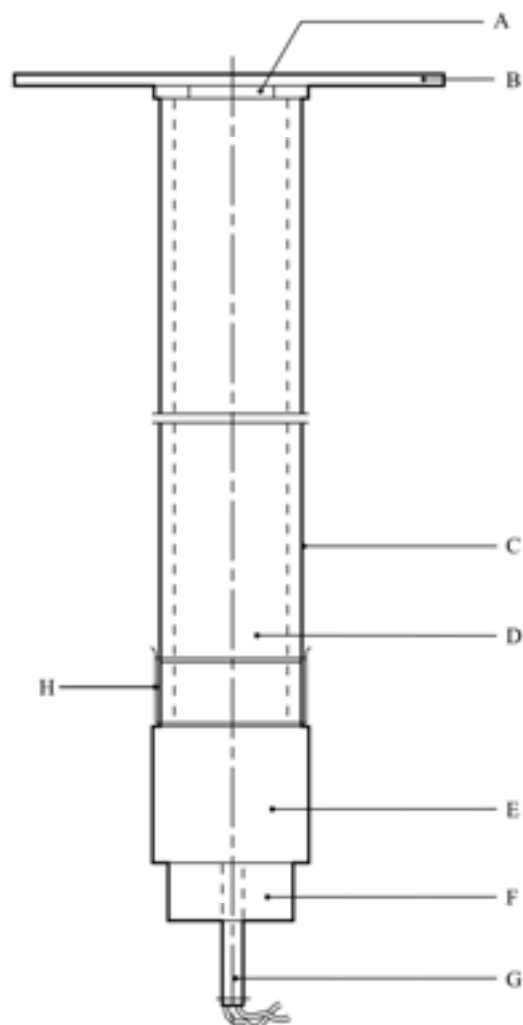
21.4.2.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- « Oui » : Le tube est fragmenté sur toute sa longueur.
- « Partiellement » : Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur, mais sa longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation est supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.
- « Non » : Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur et sa longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation est égale à ou plus petite que 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.

21.4.2.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Longueur fragmentée (cm)	Résultat
Azo-2,2 bis(isobutyronitrile)	366	40	Oui
Peroxybenzoate de tert-butyle	-	25	Partiellement
tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate	-	25	Partiellement
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	685	40	Oui
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	-	34	Partiellement
Peroxyde de dilauroyle	564	28	Non

Figure 21.4.2.1 : Épreuve d'amorçage (« Gap test ») de l'ONU



-
- | | |
|----------------------------------------------|--------------------------|
| (A) Entretoise | (B) Plaque témoin |
| (C) Tube en acier | (D) Matière à éprouver |
| (E) Charge relais d'hexocire ou de pentolite | (F) Porte-détonateur |
| (G) Détonateur | (H) Feuille en plastique |
-

21.4.3 *Épreuve A.6: Épreuve de détonation de l'ONU*

21.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve est utilisée pour apprécier l'aptitude à la propagation de la détonation d'une matière subissant l'effet d'un relais détonant sous confinement dans un tube en acier. Elle permet de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1.

21.4.3.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essais, qui est le même pour les solides et les liquides, est représenté sur la figure 21.4.3.1. L'échantillon à éprouver est placé dans un cylindre d'acier au carbone recuit sans soudure de 60 ± 1 mm de diamètre extérieur, ayant une épaisseur de paroi de 5 ± 1 mm et une longueur de 500 ± 5 mm. Si l'échantillon risque de réagir avec l'acier, l'intérieur du tube doit être protégé par un revêtement de résine fluorocarbonée, déposé par pulvérisation. Le fond du cylindre est fermé par une feuille de plastique maintenue fermement en place. La feuille de plastique doit être compatible avec la matière éprouvée. La charge primaire est une pastille d'hexocire (95/5) ou de penthrite/TNT contenant au moins 50 % de penthrite dans le mélange de 200 g, d'un diamètre de 60 ± 1 mm, ayant une masse volumique de $1\,600 \pm 50$ kg/m³. Les charges peuvent être comprimées en un ou plusieurs éléments, à condition que la charge totale réponde aux spécifications, la charge de penthrite/TNT est moulée. Le tube est instrumenté, par exemple avec une sonde de mesure continue de la vitesse de détonation, à fil, pour déterminer la vitesse de propagation dans la matière. On peut obtenir des renseignements supplémentaires sur le comportement explosif de l'échantillon d'épreuve en utilisant une plaque témoin, comme le montre la figure 21.4.3.1, ou une sonde de mesure continue de la vitesse de détonation dans la matière. La plaque témoin carrée en acier doux, mesurant 150 mm de côté et 3 mm d'épaisseur, peut être montée à l'extrémité supérieure du tube et séparée par celui-ci par des cales de 1,6 mm d'épaisseur.

21.4.3.3 *Mode opératoire*

L'échantillon est chargé au ras du bord supérieur du tube d'acier. Pour les échantillons solides, la densité voulue est obtenue en tapotant l'extérieur du cylindre jusqu'à ce que le progrès du tassement devienne imperceptible. La masse de l'échantillon est déterminée et, pour les solides, on calcule la masse volumique apparente. Le tube est placé en position verticale. Le détonateur est positionné dans le relais ; on peut alors y mettre à feu. L'essai est exécuté deux fois, pour chaque matière, à moins qu'une détonation ne soit observée dès le premier essai.

21.4.3.4 *Critères d'épreuves et méthode d'évaluation des résultats*

21.4.3.4.1 L'évaluation des résultats de l'épreuve repose sur :

- a) Le type de fragmentation du tube ; et
- b) Le cas échéant, la vitesse mesurée de propagation dans la matière.

Pour le classement, c'est l'essai donnant le résultat le plus sévère qui sera retenu.

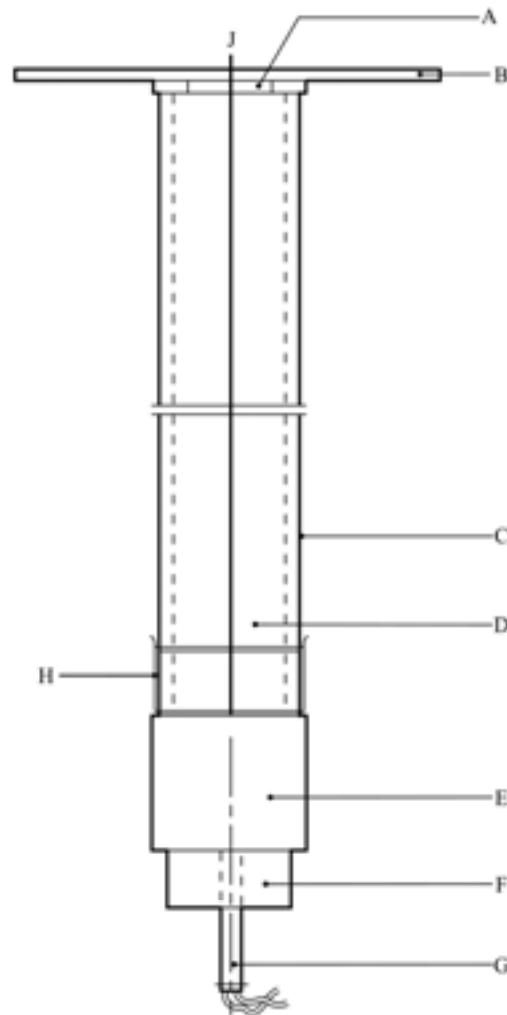
21.4.3.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- « Oui » : Le tube est complètement fragmenté.
- « Partiellement » : Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur mais la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube est supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.
- « Non » : Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur et la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube n'est pas supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.

21.4.3.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Longueur fragmentée (cm)	Résultat
Azo-2,2 bis (isobutyronitrile)	346	50	Oui
Peroxybenzoate de tert-butyle	-	28	Partiellement
Peroxy-2 éthylhexanoate de tert-butyle	-	23	Non
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	697	22	Non
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	870	30	Partiellement
Peroxyde de dilauroyle	580	32	Partiellement

Figure 21.4.3.1 : Épreuve de détonation de l'ONU



-
- | | |
|----------------------------------------------|--------------------------|
| (A) Entretoise | (B) Plaque témoin |
| (C) Tube en acier | (D) Matière à éprouver |
| (E) Charge relais d'hexocire ou de pentolite | (F) Porte-détonateur |
| (G) Détonateur | (H) Feuille en plastique |
| (J) Sonde de vitesse | |
-

SECTION 22

ÉPREUVES DE LA SÉRIE B

22.1 Introduction

La série d'épreuves B comprend un essai et des critères relatifs à la propagation de la détonation d'une matière dans un emballage. L'épreuve est à utiliser pour les matières qui propagent une détonation (case 1 de la figure 20.1).

22.2 Méthode d'épreuve

22.2.1 À la question « Peut-il détoner tel qu'emballé ? » (case 2 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats de l'épreuve du tableau 22.1.

Tableau 22.1 : Méthode d'épreuve pour la série d'épreuves B

Code	Nom de l'épreuve	Section
B.1	Détonation dans un colis ^a	22.4.1

^a *Épreuve recommandée.*

22.2.2 L'épreuve n'est nécessaire que pour les matières pour lesquelles la réponse à la question de la case 1 de la figure 20.1 est « Oui ».

22.3 Conditions d'épreuve

22.3.1 L'épreuve de la série B s'applique aux matières en colis (d'une contenance ne dépassant pas 50 kg) dans l'état et la forme dans lesquels elles ont été préparées pour la classification.

22.3.2 *La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).*

22.4 Série B : Dispositions d'épreuves

22.4.1 *Épreuve B.1 : Détonation dans un colis*

22.4.1.1 *Introduction*

La présente épreuve sert à mesurer l'aptitude d'une matière à propager une détonation lorsqu'elle est emballée. La matière contenue dans un colis est soumise au choc engendré par un relais détonant. Elle permet de répondre à la question de la case 2 de la figure 20.1.

22.4.1.2 *Appareillage et matériels*

Sont nécessaires : un détonateur, un cordeau détonant, un explosif puissant et un matériau de confinement approprié. Une plaque d'acier doux de 1 mm environ d'épaisseur et de dimensions minimales dans chaque direction supérieures de 0,2 m à celles de la base du colis est placée sous celui-ci pour faire office de plaque témoin.

22.4.1.3 *Mode opératoire*

Cette épreuve est exécutée sur des matières emballées dans l'état et la forme dans lesquels elles sont préparées pour la classification. Le colis est placé sur la plaque témoin, dont les bords sont soutenus par des briques ou autres matières appropriées, ménageant un intervalle d'air suffisant sous la plaque témoin, pour n'en pas gêner la perforation. Deux charges d'explosif puissant (de 100 g au maximum chacune, mais ne devant pas représenter au total plus de 1 % de la masse de la matière contenue dans le colis) sont placées au-dessus

de la matière à l'intérieur du colis. Pour les liquides, il faut prévoir un support de fil métallique afin de pouvoir fixer les deux charges explosives à l'endroit voulu, qui se trouve au centre de chacune des deux parties semi-circulaires ou triangulaires de la face supérieure (voir figure 22.4.1.1). Chaque charge est amorcée par son détonateur, au moyen d'un cordeau détonant. Les deux cordeaux détonants doivent avoir la même longueur. La méthode de confinement préconisée est du sable en vrac autour du colis d'épreuve, d'épaisseur minimale de 0,5 m en toutes directions. On peut aussi utiliser des caisses, des sacs ou des bidons remplis de terre ou de sable et disposés autour et au-dessus du colis, avec la même épaisseur minimale. L'épreuve est exécutée deux fois, sauf si une détonation est observée au premier essai. Une troisième épreuve avec des appareils de mesure peut être nécessaire si les deux premiers essais ne sont pas concluants.

22.4.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

22.4.1.4.1 On observe les signes de détonation de la matière soumise à l'épreuve, à savoir :

- a) Cratère dans le périmètre de l'épreuve ;
- b) Dommages subis par la plaque témoin placée sous le produit ;
- c) Éclatement et dispersion de la plus grande partie du matériau de confinement ; et
- d) Le cas échéant, la vitesse de propagation mesurée dans la matière.

22.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

« Oui » : Formation d'un cratère dans le périmètre de l'épreuve ou perforation de la plaque témoin placée sous le produit ; à chaque fois en combinaison avec un éclatement et une dispersion de la plus grande partie du matériau de confinement ; ou la vitesse de propagation dans la partie inférieure du colis est constante et supérieure à la vitesse du son dans la matière.

« Non » : Pas de formation de cratère dans le périmètre de l'épreuve ni de perforation de la plaque témoin placée sous le produit, la mesure éventuelle de la vitesse de propagation montre que cette dernière est inférieure à la vitesse du son dans la matière et, pour les matières solides, récupération, après l'essai, de matière n'ayant pas réagi.

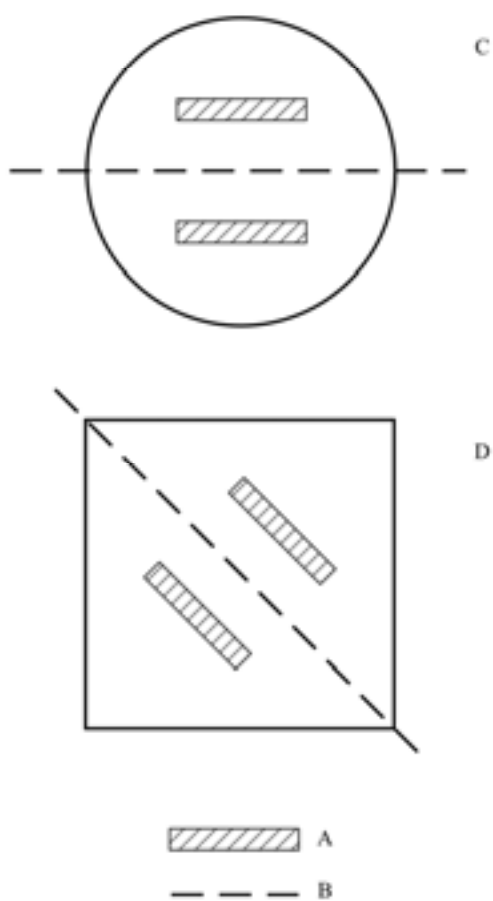
22.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Masse volumique apparente (kg/m ³)	Emballage	Résultat
Peroxyde de dibenzoyl	730	1G, 25 kg	Oui ^a
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle	600	1G, 5 kg	Non ^b
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle avec 10 % d'eau	600	1G, 5 kg	Non ^b

^a Exécuté deux fois. Détection de détonation par formation d'un cratère.

^b Exécuté deux fois. Mesure de la vitesse de propagation au lieu d'une plaque témoin.

Figure 22.4.1.1 : Épreuve de détonation dans un colis



-
- (A) Charges d'explosif
 - (B) Ligne de symétrie
 - (C) Vue en plan du colis cylindrique
 - (D) Vue en plan du colis rectangulaire
-

SECTION 23

ÉPREUVES DE LA SÉRIE C

23.1 Introduction

La série d'épreuves C comprend des épreuves de laboratoire et des critères relatifs à la propagation de la déflagration, répondant aux questions des cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1.

23.2 Méthodes d'épreuve

23.2.1 Il est répondu à la question « La déflagration s'y propage-t-elle ? » (cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1) selon les résultats d'une ou, s'il y a lieu, des deux épreuves du tableau 23.1.

Tableau 23.1 : Méthodes d'épreuve de la série C

Code	Nom de l'épreuve	Section
C.1	Épreuve pression/temps ^a	23.4.1
C.2	Épreuve de déflagration ^a	23.4.2

^a Épreuve recommandée.

23.2.2 La réponse est « Oui, rapidement » si cela ressort de l'une ou l'autre des épreuves. La réponse est « Oui, lentement » si la réponse à l'épreuve de déflagration est « Oui, lentement » et si l'épreuve pression/temps n'aboutit pas à la réponse « Oui, rapidement ». La réponse est « Non » si l'épreuve de déflagration donne la réponse « Non » et si l'épreuve pression/temps n'aboutit pas à la réponse « Oui, rapidement ».

23.3 Conditions d'épreuve

23.3.1 La procédure préliminaire (voir section 20.3) doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves.

23.4 Série C : Dispositions d'épreuve

23.4.1 Épreuve C.1: Épreuve pression/temps

23.4.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière¹ sous confinement à propager une déflagration. Elle permet de répondre aux questions des cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1.

23.4.1.2 Appareillage et matériels

23.4.1.2.1 Le dispositif d'essai pression/temps (représenté à la figure 23.4.1.1) est constitué par une bombe cylindrique en acier de 89 mm de long et 60 mm de diamètre extérieur. La bombe comporte deux plats usinés en des points diamétralement opposés (réduisant sa largeur à cet endroit à 50 mm), qui permettent de l'immobiliser pour le serrage du bouchon de mise à feu et du bouchon à évent. Elle est alésée intérieurement à 20 mm et comporte aux deux extrémités un chambrage de 19 mm de profondeur taraudé au pas de 1 inch. BSP. Une prise de pression est vissée latéralement dans le corps de la bombe à 35 mm d'une extrémité, et à un angle de 90° par rapport aux plats. Elle se visse dans un chambrage de 12 mm de profondeur taraudé au pas de 1/2 inch. BSP. Un joint est utilisé pour assurer l'étanchéité aux gaz. La prise de pression fait saillie latéralement de 59 mm par rapport au corps de la bombe et est percée d'un trou axial de 6 mm. Elle comporte à son extrémité extérieure un chambrage taraudé pour recevoir un capteur de pression à diaphragme ; on peut utiliser à cette fin tout dispositif de mesure de pression, à condition qu'il résiste aux gaz chauds et produits de

¹ Lorsque l'épreuve porte sur les liquides, les résultats peuvent parfois être variables, la substance étant susceptible de donner deux maximums de pression.

décomposition et qu'il puisse répondre à des vitesses de montée en pression de 690 à 2 070 kPa en 5 ms au maximum.

23.4.1.2.2 L'extrémité de la bombe la plus éloignée du raccord est fermée par un bouchon de mise à feu qui porte 2 électrodes, dont l'une est isolée du corps du bouchon et l'autre mise à la masse. L'autre extrémité est fermée par un disque de rupture en aluminium de 0,2 mm d'épaisseur (taré pour une pression de rupture d'environ 2 200 kPa), maintenu en place par un bouchon portant un évent de 20 mm de diamètre. Une rondelle déformable appropriée ou un anneau en caoutchouc est utilisé avec chacun des deux bouchons pour assurer une bonne étanchéité. Un porte-bombe spécial (figure 23.4.1.2) permet de maintenir la bombe dans la position voulue pendant les essais. Il est constitué par une plaque d'embase en acier doux de 235 mm × 184 mm × 6 mm, sur laquelle est soudé obliquement un tube de section carrée (70 mm × 70 mm × 4 mm) de 185 mm de long.

23.4.1.2.3 À une extrémité du tube carré, on a enlevé une certaine longueur de métal sur deux faces opposées, ce qui laisse une longueur de 86 mm de tube carré prolongée par deux côtés plats. Les extrémités de ces plats sont coupées à 60° par rapport à l'axe du tube et soudées à la plaque d'embase.

23.4.1.2.4 Une encoche de 22 mm de large et de 46 mm de profondeur est découpée sur un côté en haut du tube carré, de telle manière que lorsque la bombe est posée dans le support, bouchon de mise à feu vers le bas, le raccord de prise de pression vienne s'y loger. Une entretoise en acier de 30 mm de large et 6 mm d'épaisseur est soudée sur la paroi intérieure du tube du côté orienté vers le bas. Deux trous taraudés dans le côté opposé reçoivent des vis à molettes de 7 mm, qui servent à fixer la bombe. Deux rebords en acier de 12 mm de large et de 6 mm d'épaisseur soudés sur les flancs du support à la base de la section carrée soutiennent la bombe par le fond.

23.4.1.2.5 Le dispositif d'inflammation comprend une tête d'amorce électrique du type couramment utilisé dans les détonateurs à basse tension, sur laquelle est enfilé un morceau carré de 13 mm de côté de tissu enduit de composition d'amorçage. D'autres têtes d'amorce ayant des caractéristiques équivalentes peuvent être utilisées. Le tissu imprégné est de la toile de lin enduite des deux côtés d'une composition pyrotechnique de nitrate de potassium/silicium/poudre noire sans soufre².

23.4.1.2.6 Pour les essais sur les matières solides, les opérations de préparation du dispositif d'allumage consistent en premier à décoller du support isolant les fils conducteurs plats en cuivre d'une amorce électrique (voir figure 23.4.1.3). La partie découverte de la carte est alors coupée. La tête d'amorce est ensuite soudée aux bornes du bouchon d'allumage par les conducteurs plats, de telle manière que le sommet de l'amorce soit situé à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon. Un morceau carré de 13 mm de côté environ de tissu enduit de composition d'amorçage, percé d'un trou central, est placé sur la tête d'amorce, puis replié autour de celle-ci et attaché avec un fil de coton fin.

23.4.1.2.7 Pour les épreuves sur les liquides, une feuille mince en PVC en un seul morceau, ou une feuille d'un matériau équivalent, est utilisée pour envelopper le tissu imprégné de manière à ce que le tissu imprégné ne soit pas en contact avec l'échantillon liquide. Les fils résistants sont alors soudés aux bornes du bouchon de mise à feu de telle manière que la pointe du tissu imprégné soit située à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon.

² Cette composition peut être obtenue auprès du correspondant national pour les conditions d'épreuve du Royaume-Uni (voir appendice 4).

23.4.1.3 *Mode opératoire*

23.4.1.3.1 La bombe montée, avec transducteur de pression, mais non fermée par son disque de rupture, est posée bouchon d'allumage vers le bas dans son support. On introduit alors 5,0 g³ de matière dans la bombe de telle manière que l'échantillon touche le dispositif d'allumage. Exceptionnellement il pourra être nécessaire de tasser légèrement l'échantillon pour faire tenir cette quantité. Si même un léger tassement ne le permet pas, le tir doit s'effectuer avec un récipient rempli au maximum de sa contenance. On doit alors enregistrer le poids de la charge. On pose ensuite la rondelle ou l'anneau de caoutchouc et le disque de rupture en aluminium, puis on visse solidement le bouchon. La bombe chargée est alors introduite dans son support, disque de rupture vers le haut, et l'ensemble est placé dans une hotte blindée ou dans une chambre de tir. Une source d'alimentation est raccordée aux bornes extérieures du bouchon et la charge est mise à feu. Le signal émis par le transducteur de pression est enregistré avec un système d'acquisition des données approprié, permettant à la fois d'effectuer une analyse des phénomènes rapides et d'obtenir un enregistrement permanent de la courbe pression/temps.

23.4.1.3.2 On exécute trois essais. On note le temps nécessaire pour que la pression passe de 690 kPa à 2 070 kPa (pression manométrique). On retient le temps le plus court aux fins du classement.

23.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

23.4.1.4.1 Pour l'évaluation des résultats on détermine si la pression de 2 070 kPa a été atteinte et, dans ce cas, le temps nécessaire pour la montée de 690 kPa à 2 070 kPa (pression manométrique).

23.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

« Oui, rapidement » : Temps de montée de 690 kPa à 2 070 kPa inférieure à 30 ms.

« Oui, lentement » : Temps de montée de 690 kPa à 2 070 kPa 30 ms ou plus.

« Non » : Pas de montée de 690 kPa à 2 070 kPa.

NOTA : *L'épreuve de déflagration, Épreuve C.2, doit être exécutée pour distinguer entre « oui, lentement » et « non », en cas de nécessité.*

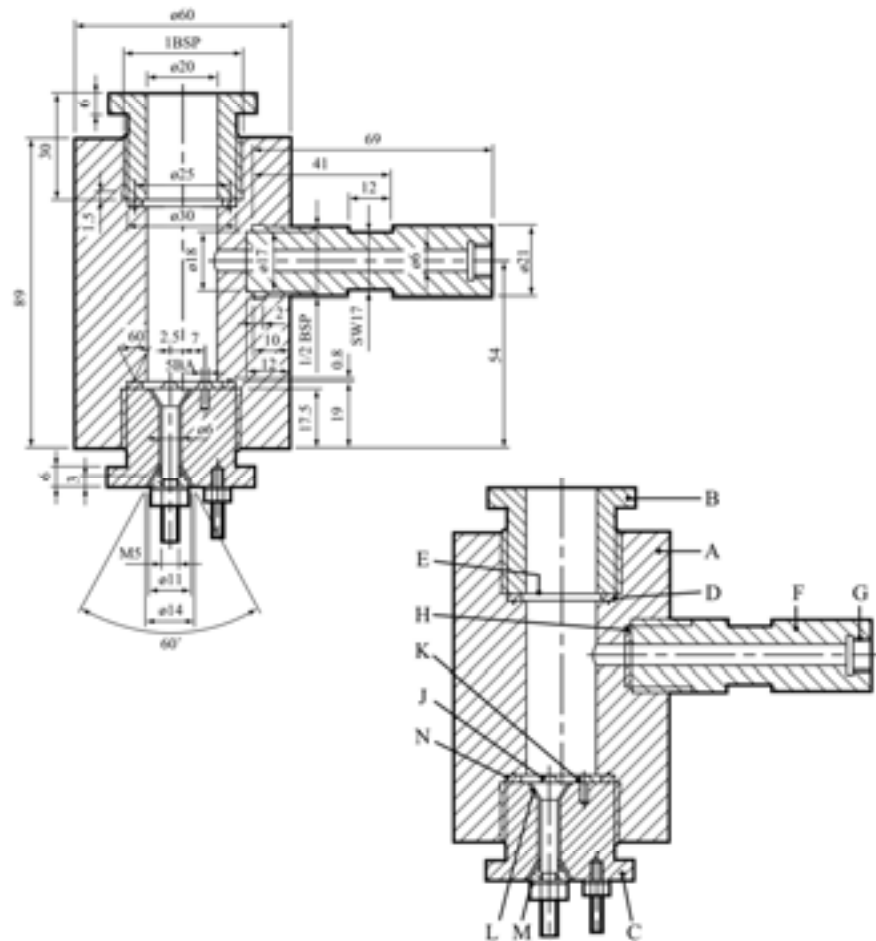
³ *Quand lors d'épreuves préalables effectuées pour déterminer si une matière est dangereuse à manipuler (chauffage dans une flamme par exemple) ou lors d'épreuves de combustion préalables (épreuve de la série 3, type d) par exemple) il apparaît que celle-ci est susceptible de réaction violente, on devra réduire la dimension de l'échantillon à 0,5 g jusqu'à ce que l'on connaisse mieux l'intensité de la réaction. En partant de 0,5 g, on procédera en augmentant progressivement la taille de l'échantillon jusqu'à 5,0 g, à moins qu'un résultat « oui, rapidement », ne soit obtenu auparavant.*

23.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Pression maximale (kPa)	Temps de montée de 690 à 2 070 kPa (ms)	Résultat
Azodicarbonamide	> 2 070	63	Oui, lentement
Azodicarbonamide, 67 % avec de l'oxyde de zinc	> 2 070	21	Oui, rapidement
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	> 2 070	68	Oui, lentement
Azo-2,2' bis (méthyl-2 butyronitrile)	> 2 070	384	Oui, lentement
Hydroperoxyde de tert-butyle à 70 % dans l'eau	1 380	-	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	> 2 070	2 500	Oui, lentement
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	> 2 070	4 000	Oui, lentement
Hydroperoxyde de cumyle (à 80 % avec du cumène)	< 690 ^a	-	Non
2-Diazonapht-1-ol-5-sulfonhydrazide	> 2 070	14	Oui, rapidement
Peroxyde de dibenzoyle	> 2 070	1	Oui, rapidement
Peroxyde de di-tert-butyle	> 2 070	100	Oui, lentement
Peroxydicarbonate de dicétyle	< 690	-	Non
Peroxyde de dicumyle	< 690 ^a	-	Non
Peroxyde de dicumyle avec 60 % de solide inerte	< 690 ^a	-	Non
Tétrafluoroborate de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium, à 97 %	> 2 070	308	Oui, lentement
Peroxyde de dilauroyle	990	-	Non
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	> 2 070	70	Oui, lentement
Monoperoxyphthalate de magnésium, hexahydraté, avec 85 % de phtalate de magnésium	900	-	Non
4-Nitrosophénol	> 2 070	498	Oui, lentement

^a Pas d'inflammation.

Figure 23.4.1.1 : Bombe



- | | |
|---------------------------------------------|-------------------------------------------|
| (A) Corps de la pompe | (B) Bouchon retenant le disque de rupture |
| (C) Bouchon de mise à feu | (D) Rondelle déformable |
| (E) Disque de rupture | (F) Rapport de prise de pression |
| (G) Taraudage pour transducteur de pression | (H) Joint en cuivre |
| (J) Électrode isolée | (K) Électrode mise à la masse |
| (L) Isolation | (M) Cône en acier |
| (N) Rainure de matage du joint | |

Figure 23.4.1.2 : Porte-bombe

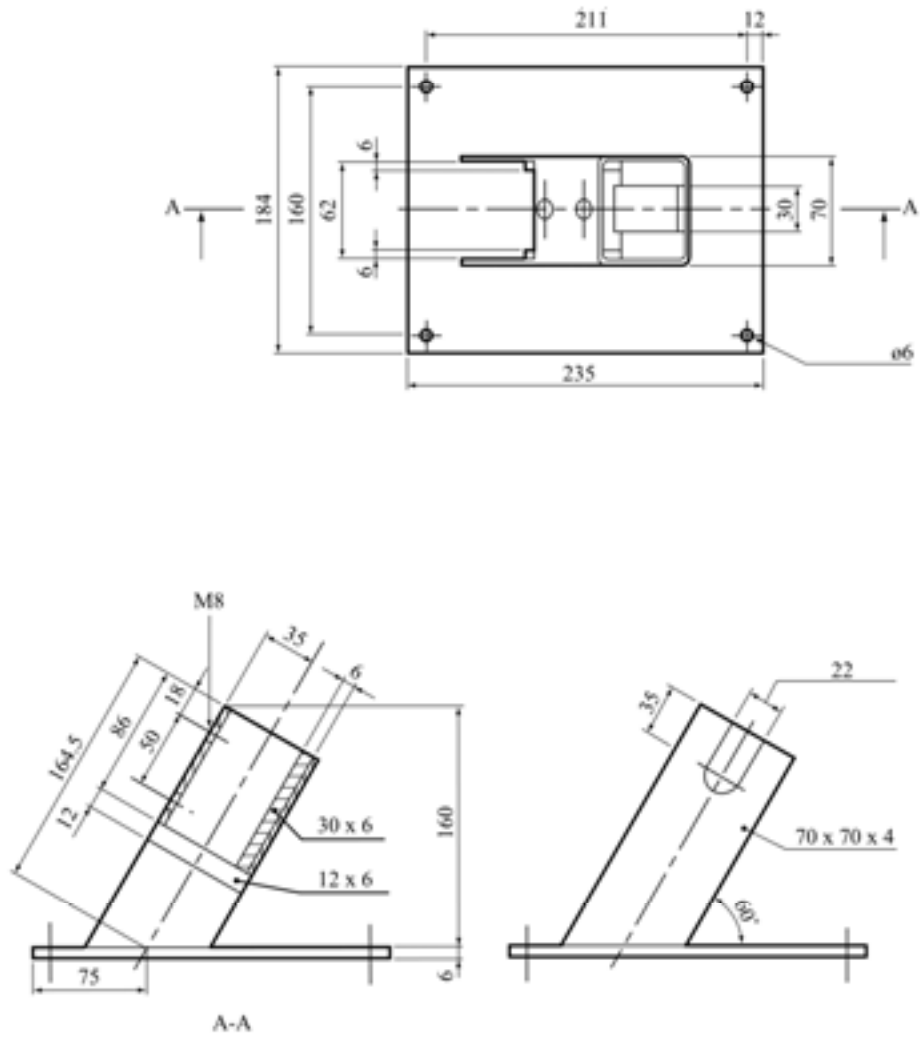
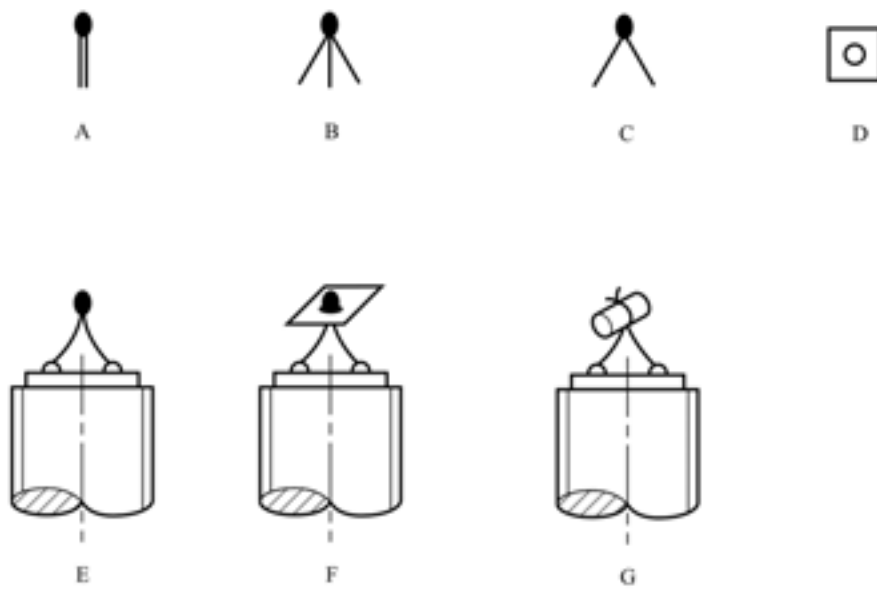
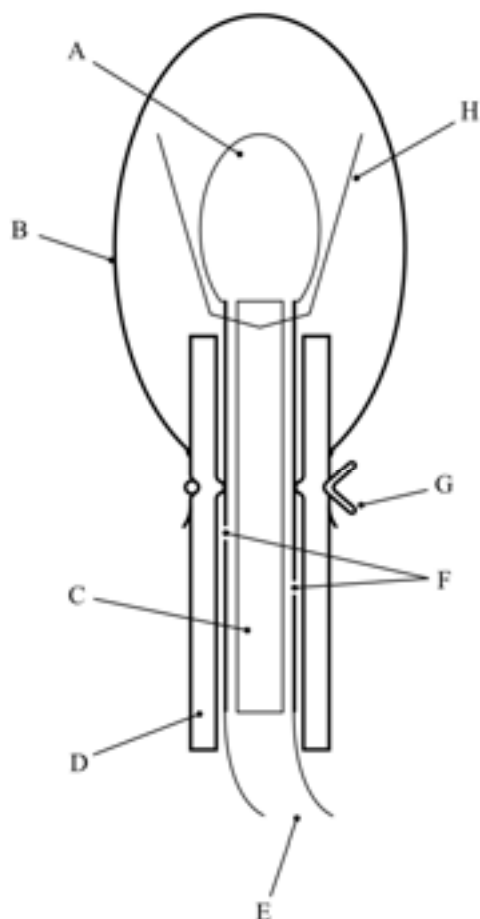


Figure 23.4.1.3 : Dispositif d'allumage pour l'essai des matières solides



-
- (A) Tête d'amorce électrique standard
 - (B) Conducteurs plats en cuivre décollés de la carte isolante
 - (C) Carte isolante découpée et enlevée
 - (D) Carré de 13 mm de tissu enduit de composition d'amorçage SR252, avec trou central
 - (E) Tête d'amorce soudée aux broches du bouchon de mise à feu
 - (F) Tissu placé sur la tête d'amorce
 - (G) Tissu replié autour de la tête d'amorce et attaché avec du fil
-

Figure 23.4.1.4 : Dispositif d'allumage pour l'essai des liquides



-
- (A) Tête d'amorce
 - (B) Enveloppe en PVC
 - (C) Carte isolante
 - (D) Tube en caoutchouc au silicone
 - (E) Fils de mise à feu
 - (F) Conducteurs plats
 - (G) Collier de sertissage d'étanchéité
 - (H) Tissu imprégné de composition d'amorçage
-

23.4.2 *Épreuve C.2 : Épreuve de déflagration*

23.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à propager une déflagration. Elle permet de répondre aux questions des cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1.

23.4.2.2 *Appareillage et matériels*

23.4.2.2.1 L'épreuve est exécutée dans un vase de Dewar (figure 23.4.2.1) pourvu de fenêtres verticales d'observation diamétralement opposées. Les fenêtres ne sont pas nécessaires lorsque l'on utilise des thermocouples pour mesurer le taux de déflagration. La vitesse de déflagration est mesurée avec un chronomètre précis à la seconde près.

23.4.2.2.2 Le vase de Dewar a un volume d'environ 300 cm³, un diamètre intérieur de 48 ± 1 mm, un diamètre extérieur de 60 mm et une hauteur de 180 à 200 mm. Le temps de demi-refroidissement avec de l'eau ou tout autre matériau remplissant le vase de Dewar, fermé par un bouchon hermétique, jusqu'à une hauteur de 20 mm sous son bord (c'est-à-dire 265 cm³), doit être supérieur à 5 heures. Des repères horizontaux sont tracés à 50 et à 100 mm du bord supérieur du Dewar. La vitesse de déflagration est le temps que prend la décomposition pour se propager entre le repère à 50 mm et celui à 100 mm. La température de la matière soumise à l'épreuve est mesurée avant l'allumage avec un thermomètre en verre précis à 0,1 °C près. On peut aussi mesurer la vitesse de déflagration et la température de l'échantillon au moyen de deux thermocouples plongeant dans le Dewar à 50 mm et à 100 mm au-dessous de son bord supérieur.

23.4.2.2.3 Toute flamme de gaz longue au moins de 20 mm convient à l'allumage de la matière.

23.4.2.2.4 Pour la protection de l'expérimentateur, l'épreuve doit être exécutée dans une hotte pare-explosion ou dans une salle bien ventilée. Le débit du ventilateur d'évacuation doit suffire pour assurer un degré de dilution des produits de décomposition tel qu'il n'y ait pas de risque de constitution de mélanges explosifs avec l'air. Entre l'observateur et le vase de Dewar il faut placer un écran en glace de sécurité, bien assujéti.

23.4.2.3 *Mode opératoire*

23.4.2.3.1 ***Quand lors d'épreuves préalables effectuées pour déterminer si une matière est dangereuse à manipuler (chauffage dans une flamme par exemple) ou lors d'épreuves de combustion préalables (épreuve de la série 3, type d) montrent qu'une réaction rapide est susceptible de se produire, il peut s'avérer nécessaire de procéder à des épreuves préliminaires dans des tubes en verre pyrex avant de passer à l'épreuve en Dewar.*** Il est recommandé d'exécuter l'essai d'abord dans un tube de diamètre 14 mm et ensuite un tube de diamètre 28 mm. Si la vitesse de déflagration dans l'un de ces essais préliminaires dépasse 5 mm/s, la matière peut être classée directement comme une matière sujette à déflagration rapide et l'on peut omettre l'épreuve principale, en Dewar.

23.4.2.3.2 Le vase de Dewar et la matière sont portés à la température critique comme indiqué dans le Règlement type. Si la matière est stable au point qu'une régulation de température n'est pas prescrite, la température d'épreuve sera de 50 °C. Le vase de Dewar est rempli jusqu'à une hauteur de 20 mm sous son bord de cette matière. Les matières granulaires sont versées dans le vase Dewar de manière telle que la densité globale obtenue soit comparable à celle de la matière dans le colis et qu'il n'y ait pas de morceaux.

23.4.2.3.3 Lorsque la matière est pâteuse, le remplissage du Dewar se fera de manière à éviter la formation de poches d'air dans l'échantillon soumis à l'épreuve. La hauteur de remplissage doit être à environ 20 mm au-dessous du bord supérieur du Dewar. On note la température et la masse de la matière. Le vase de Dewar est alors placé dans une cellule d'essai ou une hotte, derrière un écran, et la surface de la matière est chauffée avec un bec à gaz. Dès que l'inflammation est observée ou, à défaut, si l'inflammation n'intervient pas en 5 minutes, le bec à gaz est éloigné et éteint. L'intervalle de temps nécessaire pour que la zone de réaction parcoure la distance entre les deux repères est mesuré avec le chronomètre. Si la réaction s'arrête avant d'atteindre le repère inférieur, la matière est considérée comme non déflagrante. L'épreuve est exécutée deux fois et la vitesse de déflagration est calculée par le temps de propagation le plus court. La vitesse

de déflagration peut aussi être mesurée au moyen de deux thermocouples plongeant dans le Dewar à 50 mm et 100 au-dessous de son bord supérieur. La force électromotrice (f.e.m) engendrée par les thermocouples est mesurée en continu. Le passage du front de réaction provoque une brusque montée de la f.e.m. On mesure l'intervalle de temps entre les accroissements de la f.e.m.

23.4.2.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

23.4.2.4.1 Les résultats de l'épreuve sont interprétés en constatant la propagation éventuelle d'une zone de réaction de haut en bas dans la matière et, si tel est le cas, en mesurant la vitesse. La participation de l'oxygène de l'air à la réaction ayant pour siège la surface de l'échantillon devient négligeable dès que la zone de réaction a parcouru une distance de 30 mm. De ce fait, la réaction s'éteindra si la matière ne déflagre pas dans les conditions de l'épreuve. La vitesse de propagation de la zone de réaction (vitesse de déflagration) est une mesure du risque de déflagration que présente la matière à la pression atmosphérique.

23.4.2.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

« Oui, rapidement » : Vitesse de propagation supérieure à 5,0 mm/s.

« Oui, lentement » : Vitesse de propagation entre 0,35 mm/s et 5,0 mm/s.

« Non » : Vitesse de propagation inférieure à 0,35 mm/s ou la réaction avant d'atteindre le repère inférieur.

NOTA : L'épreuve pression/temps (épreuve C.1) est à exécuter si le résultat « Oui, rapidement » n'est pas obtenu.

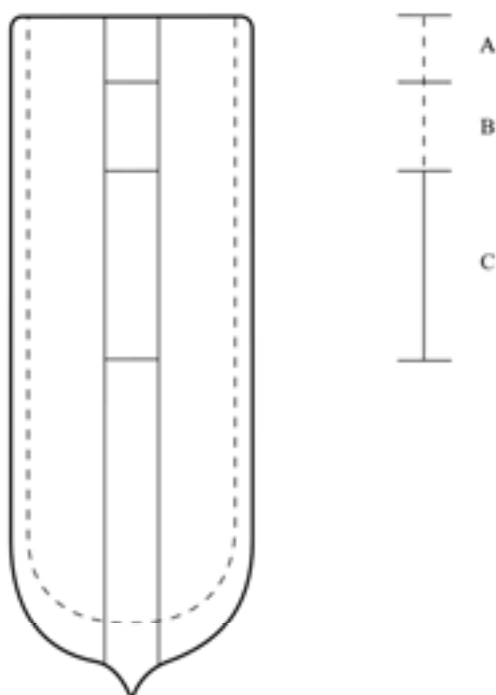
23.4.2.5 Exemples de résultats

Matière	Masse de l'échantillon (g)	Température (°C)	Température d'épreuve (mm/s)	Résultat
Azodicarbonamide	174	50	0,35	Oui, lentement
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	101	45	^a	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	276	50	0,65	Oui, lentement
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	237	25	0,74	Oui, lentement
Triméthyl-3,5,5 peroxyhexanoate de tert-butyle, à 75 % dans un solvant	238	50	0,27	Non
Hydroperoxyde de cumyle, à 80 % dans du cumène	273	50	0,12	Non
Peroxyde de dibenzoyl	158	20	100 ^b	Oui, rapidement
Peroxyde de di-tert-butyle	212	50	0,27	Non
Peroxydicarbonate de bis(tert-butyl-4 cyclohexyle)	123	35	4,3	Oui, lentement
Peroxydicarbonate de dicétyl	159	35	Négatif	Non
Peroxyde de dicumyle	292	50	Négatif	Non
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle	-	26	26	Oui, rapidement
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle à 90 % avec de l'eau	-	15	13	Oui, rapidement
Peroxyde de dilauroyle	130	45	Négatif	Non
Peroxyde de dilauroyle, à 42 % en dispersion dans l'eau	265	45	Négatif	Non
Diméthyl-2,5 bis (tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	235	50	2,9	Oui, lentement
Diméthyl-2,5 bis(benzoylperoxy)-2,5 hexane	231	50	6,9	Oui, rapidement
4-Nitrosophénol	130	35	0,9	Oui, lentement

^a Flamme vacillante qui s'éteint, pas de propagation constante dans les conditions d'épreuve.

^b Essai préliminaire dans un tube en verre mesurant 14 mm de diamètre, à 20 °C au lieu de 50 °C.

Figure 23.4.2.1 : Dewar avec fenêtres d'observation



-
- (A) Hauteur de remplissage à 20 mm au-dessous du bord supérieur
 - (B) Intervalle de 30 mm pour la détection d'une déflagration
 - (C) Intervalle de 50 mm pour la mesure de la vitesse de déflagration
-

SECTION 24

ÉPREUVES DE LA SÉRIE D

24.1 Introduction

La série d'épreuves D comprend une épreuve et des critères concernant la propagation de la déflagration rapide d'une matière telle qu'elle est emballée. L'épreuve est à utiliser pour les matières qui déflagrent rapidement dans une épreuve de la série C.

24.2 Méthode d'épreuve

24.2.1 À la question « La déflagration dans un colis est-elle rapide ? » (case 6 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats de la méthode d'épreuve du tableau 24.1.

Tableau 24.1 : Méthode d'épreuve de la série D

Code	Nom de l'épreuve	Section
D.1	Épreuve de déflagration dans un colis ^a	24.4.1

^a *Épreuve recommandée.*

24.2.2 L'épreuve n'est indispensable que pour les matières pour lesquelles la réponse à une épreuve de la série C est « Oui, rapidement ».

24.3 Conditions d'épreuve

24.3.1 L'épreuve de la série D s'applique aux matières en colis (d'une masse ne dépassant pas 50 kg) dans l'état et la forme dans lesquels elles sont préparées pour la classification.

24.3.2 *La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).*

24.4 Série D : Dispositions d'épreuve

24.4.1 *Épreuve D.1 : Épreuve de déflagration dans un colis*

24.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à propager rapidement une déflagration telle qu'elle est emballée. Elle permet de répondre à la question de la case 6 de la figure 20.1.

24.4.1.2 *Appareillage et matériels*

Un allumeur juste suffisant pour assurer l'allumage de la matière (par exemple amorce contenant 2 g au maximum d'une composition pyrotechnique à combustion lente entouré d'un film de plastique mince) et un matériau de confinement approprié.

24.4.1.3 *Mode opératoire*

Cette épreuve est exécutée sur des matières emballées dans l'état et la forme dans lesquels elles sont préparées pour la classification. Le colis est placé sur le sol et l'allumeur au centre de la matière. S'il s'agit d'une matière liquide, il faut prévoir un support fait de fils métalliques afin de pouvoir fixer l'allumeur à l'endroit voulu. L'allumeur doit être protégé du liquide. L'épreuve est exécutée sous confinement. La méthode de confinement préconisée est le sable en vrac autour du colis d'épreuve, d'une épaisseur minimale de 0,5 m dans toutes directions. On peut aussi utiliser des caisses, des sacs ou des bidons remplis de terre ou de sable et disposés autour et au-dessus du colis sur une épaisseur minimale de 0,5 m. L'épreuve est exécutée trois fois, à

moins que l'on n'observe une explosion avant. ***Si l'on n'observe pas de déflagration après l'allumage, il faut prendre garde à ne pas s'approcher du colis pendant au moins 30 minutes. Il est recommandé d'insérer un thermocouple à proximité de l'allumeur afin de pouvoir en surveiller le fonctionnement et déterminer quand on peut s'approcher du colis sans danger.***

24.4.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

24.4.1.4.1 Les résultats d'épreuve sont évalués en se fondant sur les indices d'une déflagration rapide de la matière éprouvée, à savoir :

- a) Fragmentation du colis ;
- b) Éclatement et dispersion de la plus grande partie du matériau de confinement.

24.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

« Oui » : Une fragmentation de l'emballage intérieur ou extérieur en plus de trois morceaux (sans tenir compte du dessous et du dessus de l'emballage) indique que la matière éprouvée a déflagré rapidement dans le colis.

« Non » : L'absence de fragmentation ou la fragmentation de l'emballage intérieur ou extérieur en trois morceaux ou moins (sans tenir compte du dessus et du dessous de l'emballage) indique que la matière éprouvée n'a pas déflagré rapidement dans le colis.

24.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Emballage	Nombre de fragments	Résultat
Peroxyde de dibenzoyl	1A2, 25 kg	> 40	Oui
Peroxyde de dibenzoyl	4G, 25 kg	> 40	Oui
Peroxyde de dibenzoyl, à 94 % dans l'eau	1A2, 25 kg	> 40	Oui
Peroxyde de dibenzoyl, à 75 % dans l'eau	4G, 25 kg	Pas de fragmentation	Non

SECTION 25

ÉPREUVES DE LA SÉRIE E

25.1 Introduction

25.1.1 La série d'épreuve E comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs aux effets du chauffage sous confinement défini, comme l'indiquent les cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.2 Méthodes d'épreuve

25.2.1 À la question « Quelle est la réaction au chauffage sous confinement défini ? » (cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats combinés des méthodes d'épreuve du tableau 25.1.

Tableau 25.1 : Méthodes d'épreuve de la série E

Code	Nom de l'épreuve	Section
E.1	Épreuve de Koenen ^a	25.4.1
E.2	Épreuve de la bombe des Pays-Bas ^b	25.4.2
E.3	Épreuve de la bombe des États-Unis	25.4.3

^a Épreuve recommandée pour les matières autoréactives en combinaison avec l'une des autres épreuves.

^b Épreuve recommandée pour les peroxydes organiques en combinaison avec l'une des autres épreuves.

25.2.2 Pour les matières autoréactives, il faut utiliser une combinaison de l'épreuve de Koenen et de l'épreuve de la bombe des Pays-Bas ou de l'épreuve de la bombe des États-Unis. Pour les peroxydes organiques, il faut utiliser une combinaison de l'épreuve de la bombe des Pays-Bas et de l'épreuve de Koenen ou de l'épreuve de la bombe des États-Unis. On retient pour le classement, la classe de danger la plus élevée.

25.3 Conditions d'épreuve

25.3.1 *La procédure préliminaire (voir section 20.3) doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves.*

25.4 Série E : Dispositions d'épreuve

25.4.1 Épreuve E.1 : Épreuve de Koenen

25.4.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières à l'effet d'une chaleur intense sous confinement défini. Elle peut être utilisée, concurremment avec une épreuve supplémentaire de chauffage sous confinement, pour répondre aux questions des cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.4.1.2 Appareillage et matériels

25.4.1.2.1 L'appareillage d'essai est constitué par une douille en acier non réutilisable munie d'un dispositif de fermeture réutilisable, installée dans une enceinte de chauffage et de protection. La douille est obtenue par emboutissage d'une tôle d'acier répondant à la norme DC04 (EN 10027-1), ou la norme équivalente A620 (AISI/SAE/ASTM) ou la norme équivalente SPCEN (JIS G 3141). Ses cotes sont indiquées à la figure 25.4.1.1. À son extrémité ouverte, la douille comporte une collerette. Le disque à lumière, à travers lequel s'échappent les gaz de décomposition de l'échantillon, est en acier au chrome résistant à la chaleur. Pour le classement, les diamètres de lumière suivants doivent être utilisés : 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 - 5,0 - 8,0 - 12,0 - et 20,0 mm. De plus, d'autres diamètres peuvent être utilisés pour l'évaluation des dangers. Les cotes de la bague filetée et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 25.4.1.1.

Pour le contrôle qualité des douilles en acier, 1 % des douilles de chaque lot de production doit être soumis au contrôle qualité et les données suivantes doivent être vérifiées :

- a) La masse des douilles doit être de $26,5 \pm 1,5$ g, les douilles utilisées à chaque séquence d'épreuve ne doivent pas présenter une différence de masse de plus de 1 g ;
- b) La longueur des douilles doit être $75 \pm 0,5$ mm ;
- c) L'épaisseur de paroi des douilles mesurée à 20 mm du fond de la douille doit être $0,5 \pm 0,05$ mm ;
- d) La pression de rupture telle que déterminée par charge quasi-statique à travers un fluide incompressible doit être $29 \text{ MPa} \pm 4 \text{ MPa}$.

25.4.1.2.2 Pour le chauffage, on utilise quatre brûleurs alimentés en propane à partir d'une bouteille à gaz industriel par l'intermédiaire d'un détendeur, d'un compteur et de tuyaux de répartition. D'autres gaz combustibles peuvent être utilisés à condition que la vitesse de chauffe prescrite soit respectée. La pression du gaz est réglée pour maintenir une vitesse de chauffe de $3,3 \pm 0,3$ K/s, cette valeur étant mesurée par une opération d'étalonnage. Celle-ci consiste à chauffer une douille (munie d'un disque à lumière de 1,5 mm), contenant 27 cm^3 d'huile silicone, de densité apparente égale à $0,96 \pm 0,02$ à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et de capacité thermique égale à $1,46 \pm 0,02$ J/g.K à $25 \text{ }^\circ\text{C}$. On enregistre le temps nécessaire pour porter la température du liquide, mesurée avec un thermocouple de 1 mm de diamètre placé en position centrale à 43 mm au-dessous du bord de la douille, de $135 \text{ }^\circ\text{C}$ à $285 \text{ }^\circ\text{C}$ et on calcule la vitesse de chauffe correspondante.

25.4.1.2.3 Étant donné le risque d'éclatement de la douille lors de l'essai, le chauffage s'effectue dans une enceinte de protection en métal soudé, ayant la configuration et les dimensions indiquées à la figure 25.4.1.2. La douille est suspendue entre deux tiges passant par des trous percés en deux points opposés de la paroi de l'enceinte. La position des brûleurs est indiquée à la figure 25.4.1.2. Les brûleurs sont allumés simultanément au moyen d'une veilleuse ou d'un allumeur électrique. ***L'appareillage d'essai est installé dans un local protégé.*** Au cours de l'essai on doit prendre des mesures pour éviter que les flammes des brûleurs ne soient déviées par les courants d'air. Le local d'essais est muni d'un système d'extraction des gaz ou fumées provenant des essais.

25.4.1.3 *Mode opératoire*

25.4.1.3.1 La douille est remplie jusqu'à une hauteur de 60 mm depuis le fond. Les solides coulés doivent être coulés aux dimensions internes de la douille en acier avec une hauteur de 60 mm puis être placés dans la douille. Dans le cas des poudres, la douille est remplie en trois fois égales en tassant à chaque fois avec une force de 80 N^1 . Les liquides et les gels sont chargés dans la douille jusqu'à une hauteur de 60 mm en faisant particulièrement attention, dans le cas des gels, à ne pas former de vides. On détermine la masse totale utilisée pour remplir la douille à ce niveau et on utilise une même quantité de solide pour chaque essai de remplissage effectué. La bague fileté est enfilée sur la douille par en dessous, le disque à lumière approprié est mis en place et l'écrou est serré à la main après application d'un peu de lubrifiant au bisulfure de molybdène sur le filet. Il est très important de s'assurer qu'il ne subsiste pas de matière prise entre le rebord de la douille et le disque, ou dans les filets.

25.4.1.3.2 Pour les disques ayant un diamètre de lumière de 1,0 à 8,0 mm, on utilise des écrous à ouverture de 10,0 mm ; au-delà, on doit prendre un écrou dont l'ouverture est de 20,0 mm. Une douille n'est utilisée que pour un seul essai. Par contre, les disques à lumière, bagues filetés et écrous peuvent être réutilisés s'ils ne sont pas endommagés.

25.4.1.3.3 La douille est ensuite placée dans un étau solidement fixé et l'écrou est serré avec une clé. Elle est ensuite suspendue entre les deux tiges dans l'enceinte de protection. On évacue la zone d'épreuve, on ouvre

¹ ***Lorsque cette méthode est inapplicable pour des raisons de sécurité (matières sensibles aux frottements), ou parce que la forme physique de l'échantillon risque d'être modifiée par la compression, ou parce que l'utilisation d'un échantillon comprimé n'est pas représentative des conditions d'emballage (matériaux fibreux par exemple), on pourra utiliser d'autres méthodes de remplissage mieux adaptées.***

l'alimentation en gaz et on allume les brûleurs. Le temps jusqu'au début de la réaction et la durée de réaction peuvent fournir des renseignements supplémentaires utiles pour l'interprétation des résultats. S'il ne se produit pas d'éclatement, on doit prolonger le chauffage pendant au moins cinq minutes avant d'arrêter l'essai. Après chaque essai, s'il y a eu fragmentation, on rassemble et on pèse les fragments de la douille.

25.4.1.3.4 Du point de vue du type de fragmentation, on distingue les effets suivants :

- O : Douille intacte ;
- A : Fond de la douille gonflé ;
- B : Fond et paroi de la douille gonflés ;
- C : Fond de la douille fendu ;
- D : Paroi de la douille fendue ;
- E : Douille fendue en deux fragments ²;
- F : Douille fragmentée en trois morceaux ou plus ², qui restent éventuellement reliés par une bande étroite ;
- G : Douille fragmentée en de nombreux morceaux, petits pour la plupart, dispositif de fermeture intact ;
- H : Douille fragmentée en de nombreux très petits morceaux, dispositif de fermeture déformé ou rompu.

Des exemples des types de fragmentation D, E et F sont montrés dans la figure 25.4.1.3. Si un essai aboutit à une fragmentation du type O à E, on considère que le résultat est « pas d'explosion ». Si l'on obtient le type de fragmentation F, G ou H, on considère que le résultat est « explosion ».

25.4.1.3.5 La série d'essais commence par un essai simple avec disque à lumière d'un certain diamètre. Si lors de cet essai, il y a « explosion », on poursuit la série avec des essais individuels pour des diamètres croissants jusqu'à ce que l'on obtienne uniquement des résultats négatifs au même diamètre. Si au premier essai il n'y a pas d'explosion, on poursuit la série avec des essais à des diamètres décroissants jusqu'à 1,0 mm, jusqu'à ce que l'on obtienne le résultat (positif) « explosion ». On exécute alors des essais à des diamètres croissants jusqu'à ce que l'on obtienne trois résultats négatifs (« pas d'explosion ») lors de trois essais au même diamètre. Le diamètre limite pour une matière donnée est le plus grand diamètre pour lequel le résultat « explosion » ait été obtenu. S'il n'y a pas d'explosion même au diamètre de 1,0 mm, on note comme résultat pour le diamètre limite moins de 1,0 mm.

25.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

25.4.1.4.1 Critères d'évaluation des résultats

Réaction « violente » : Diamètre limite supérieur ou égal à 2,0 mm.

Réaction « modérée » : Diamètre limite de 1,5 mm.

Réaction « faible » : Diamètre limite de 1,0 mm ou moins et l'on observe l'un quelconque des essais un type de fragmentation autre que le type O.

Réaction « nulle » : Diamètre limite inférieur à 1,0 mm et l'on observe dans tous les essais le type de fragmentation O.

² Le haut de la douille, retenu dans le dispositif de fermeture, est compté comme un fragment.

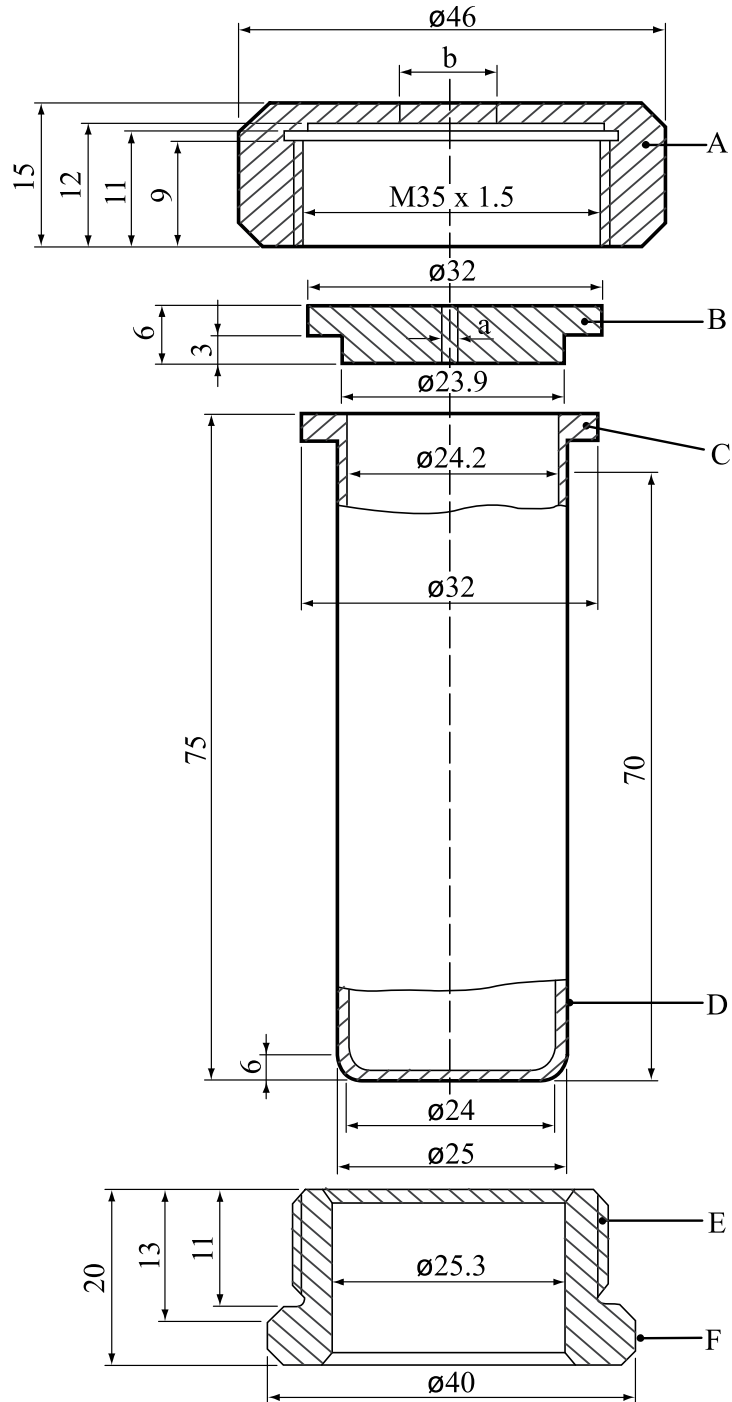
25.4.1.5 Exemples de résultats

Matériau	Masse de l'échantillon (g)	Diamètre limite (mm)	Type de fragmentation ^a	Résultat
Azodicarbonamide	20,0	1,5	F	Modérée
Azodicarbonamide, 67 % avec de l'oxyde de zinc	24,0	1,5	F	Modérée
Azo-2,2' bis (diméthyl-2,4 valéronitrile)	17,5	< 1,0	O	Nulle
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	15,0	3,0	F	Violente
Benzènedisulfonhydrazide-1,3		12,0	F	Violente
Benzènedisulfonhydrazide-1,3, 70 % avec de l'huile minérale		2,0	F	Violente
Benzènesulfonhydrazide	18,5	1,0	F	Faible
Peroxybenzoate de tert-butyle	26,0	3,5	F	Violente
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	24,2	2,0	F	Violente
Hydroperoxyde de cumyle à 84,1 % avec du cumène	27,5	1,0	F	Faible
Chlorure de diazo-2 naphthol-1 sulfonyle-5	19,0	2,5	F	Violente
Peroxyde de dibenzoyl	17,5	10,0	F	Violente
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	20,0	2,5	F	Violente
Peroxyde de di-tert-butyle	21,5	< 1,0	O	Nulle
Peroxydicarbonate de cétyle	16,0	< 1,0	O	Nulle
Peroxyde de dichloro-2,4 benzoyl	21,0	6,0 ^b	F	Violente
Peroxyde de dicumyle	18,0	< 1,0	O	Nulle
Peroxydicarbonate de diisopropyle	21,0	8,0	F	Violente
Peroxyde de dilauroyl	14,0	< 1,0	O	Nulle
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexane	23,0	1,5	F	Modérée
Peroxydicarbonate de dimyristyle	16,0	< 1,0	O	Nulle
N,N'-Dinitroso-N,N'-diméthyl- tétraphthalamide 70 %, avec de l'huile minérale	18,0	4,0	F	Violente
Acide diperoxyisophthalique	18,0	24,0	H	Violente
Peroxyde de disuccinyle	18,0	6,0	F	Violente
4-Nitrosophénol	17,0	< 1,0	A	Faible

^a Au diamètre limite.

^b Pour un échantillon de 13 g, le diamètre limite est < 1,0 mm.

Figure 25.4.1.1 : Douille et accessoires



-
- (A) Écrou ($\varnothing b = 10$ ou 20 mm) de 41 mm entre plats
 - (B) Disque à lumière ($\varnothing = 1,0$ à 20 mm)
 - (C) Rebord
 - (D) Douille
 - (E) Bague filetée
 - (F) 36 mm entre plats
-

Figure 25.4.1.2 : Enceinte de chauffage et de protection

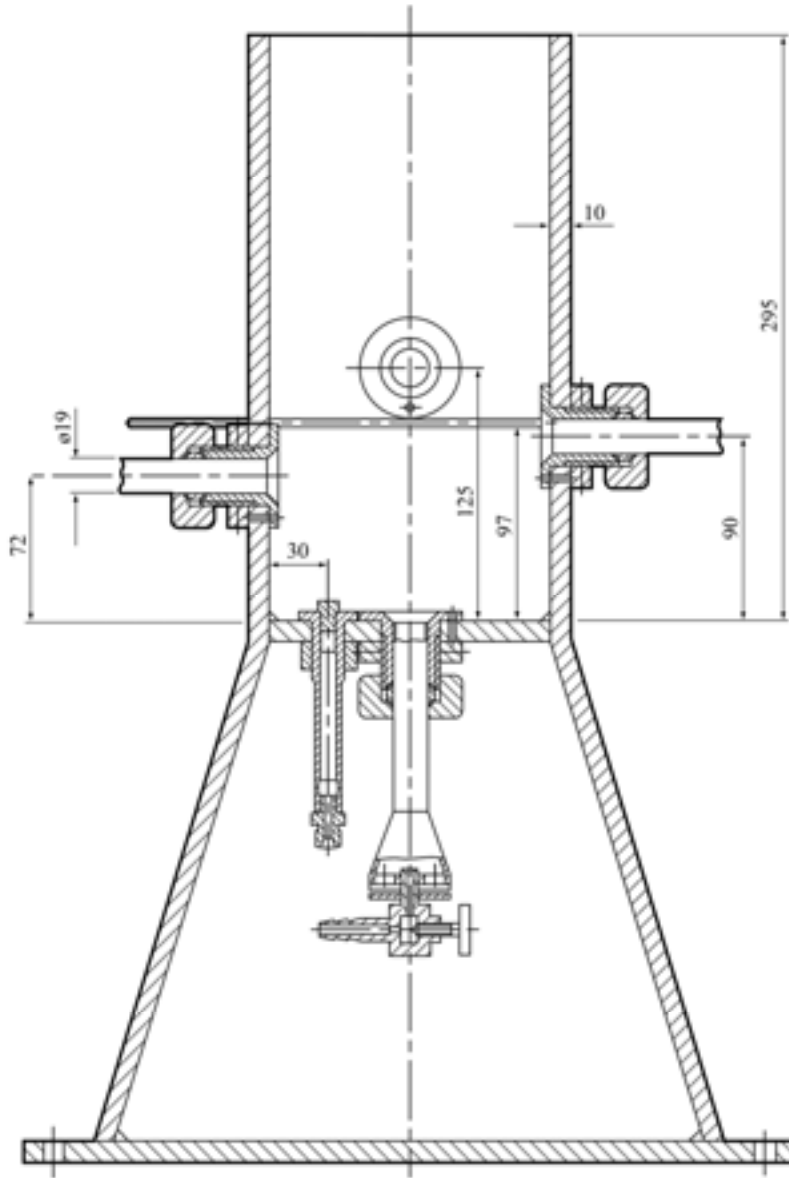
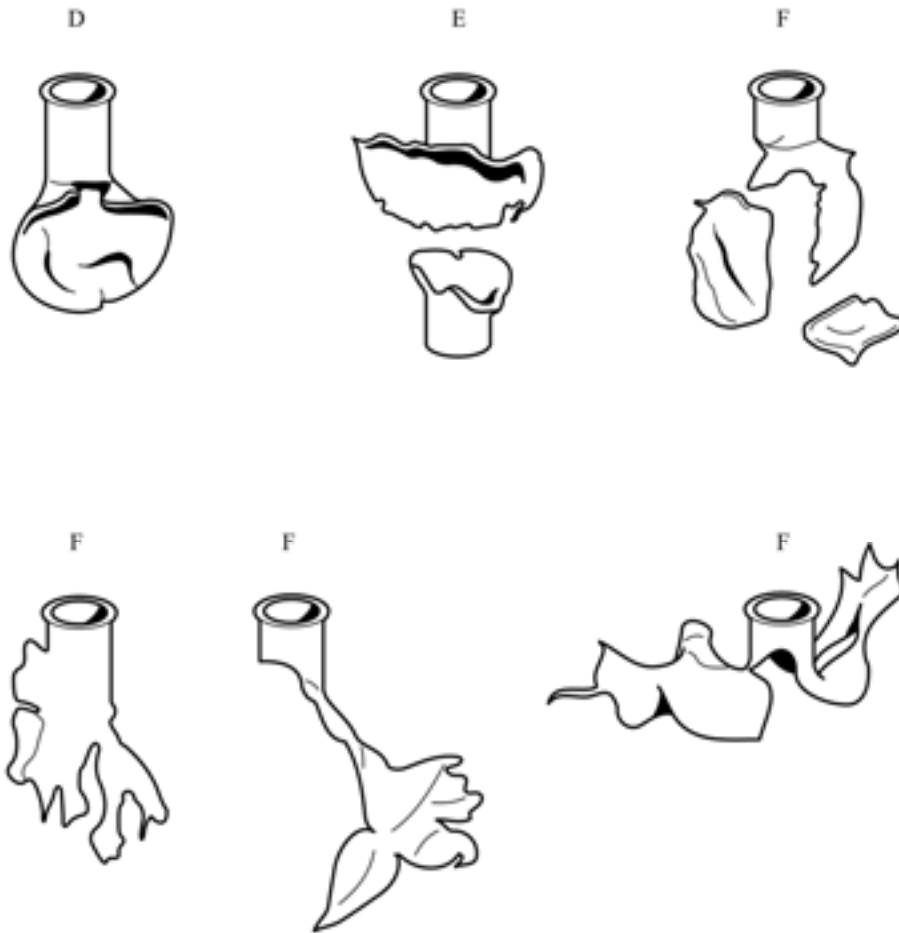


Figure 25.4.1.3 : Exemples des types de fragmentation D, E et F



25.4.2 *Épreuve E.2 : Épreuve de la bombe des Pays-Bas*

25.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières à l'effet d'un chauffage intense sous confinement défini. On peut l'utiliser concurremment avec une épreuve supplémentaire de chauffage sous confinement, pour répondre aux questions des cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.4.2.2 *Appareillage et matériels*

25.4.2.2.1 Description de la bombe

La figure 25.4.2.1 en montre le schéma. La bombe est en acier inoxydable (type AISI 316). Il est prévu d'utiliser 8 disques à lumière ayant des diamètres de lumière suivants (mm) : 1,0 - 2,0 - 3,5 - 6,0 - 9,0 - 12,0 - 16,0 et 24,0. De plus, d'autres diamètres peuvent être utilisés pour l'évaluation des dangers. L'épaisseur des disques est de 2,0 mm \pm 0,2 mm. Les disques de rupture, en aluminium, ont un diamètre de 38 mm et sont tarés, pour l'éclatement, à 620 \pm 60 kPa à 22 °C (voir la figure 25.4.2.2).

25.4.2.2.2 Dispositif de chauffage

La bombe est chauffée avec du butane de qualité industrielle provenant d'une bouteille munie d'un détendeur. On utilise un brûleur Téclu. On peut remplacer le butane par d'autres gaz, avec un brûleur approprié, à condition que l'on obtienne une vitesse de montée en température de 3,5 \pm 0,3 K/s. La vitesse de montée en température est à vérifier en mesurant la température de 10 g d'huile silicone, de densité apparente égale à 0,96 \pm 0,02 à 20 °C et de capacité thermique égale à 1,46 \pm 0,02 J/g à 25 °C, ou d'une matière équivalente, placé dans la bombe. On calcule la vitesse de montée de température en mesurant le temps voulu pour porter la température de l'huile de 50 °C à 200 °C.

25.4.2.3 *Mode opératoire*

25.4.2.3.1 Pour une épreuve normale, il faut placer dans la bombe 10 g de matière, de façon que celle-ci en recouvre uniformément le fond. Le disque de rupture, la place à orifice choisie et la bague de retenue sont ensuite mis en place. Les écrous à ailettes sont serrés à la main et l'écrou de la boîte à l'aide d'une clé. Le disque de rupture est couvert d'une quantité d'eau suffisante pour en modérer l'échauffement. La bombe est placée sur un trépied (dont la bague a un diamètre interne de 67 mm) qui peut être placé à l'intérieur d'un cylindre de protection. La bague située à la base de la bombe repose sur le trépied.

25.4.2.3.2 On allume le brûleur, on règle l'arrivée du gaz et celle de l'air au débit voulu pour que la flamme soit bleue et son cône intérieur bleu clair. La hauteur du trépied doit permettre au cône intérieur de la flamme d'affleurer le fond de la bombe. Le brûleur est ensuite placé sous la bombe par une ouverture pratiquée dans le cylindre de protection. **La zone d'épreuve doit être très bien ventilée et son accès interdit pendant l'épreuve.** La bombe est observée de l'extérieur soit au moyen de miroirs soit par une ouverture dans le mur munie d'une vitre blindée. Le temps jusqu'au début de la réaction et la durée de la réaction peuvent fournir des renseignements supplémentaires utiles pour l'interprétation des résultats. Enfin, le récipient est refroidi dans l'eau et nettoyé.

25.4.2.3.3 La série d'essais commence par un essai simple avec disque à lumière d'un certain diamètre. Si l'on n'observe pas de rupture du disque avec une lumière de ce diamètre, des expériences sont réalisées avec des essais individuels avec des disques de diamètres décroissants jusqu'à ce qu'une rupture du disque se produise. Si l'on n'observe pas de rupture du disque avec une lumière de 1,0 mm, on répète l'expérience avec ce même diamètre, mais avec 50,0 g de matière au lieu de 10,0 g. Si l'on n'observe toujours pas de rupture, on répète l'expérience jusqu'à obtenir trois essais successifs sans rupture. En cas de rupture du disque, on répète les expériences en passant au niveau supérieur (10 g au lieu de 50 g ou avec l'orifice de diamètre immédiatement supérieur), jusqu'à ce que l'on ait trouvé le niveau pour lequel on n'obtient aucune rupture du disque pendant trois essais successifs.

25.4.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

25.4.2.4.1 On exprime le degré relatif de sensibilité d'une matière à l'échauffement dans une bombe par le diamètre limite, c'est-à-dire l'orifice ayant le plus grand diamètre en millimètres, pour lequel, au cours de trois essais, le disque de rupture casse au moins une fois alors qu'il est resté intact au cours des trois essais effectués avec le diamètre immédiatement supérieur.

25.4.2.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

Réaction « violente » : Rupture du disque pour un orifice de 9,0 mm ou plus et un échantillon de 10,0 g.

Réaction « modérée » : Pas de rupture du disque pour un orifice de 9,0 mm, mais rupture du disque pour un orifice de 3,5 mm ou plus mais moins de 9,0 mm et un échantillon de 10,0 g.

Réaction « faible » : Pas de rupture du disque pour un orifice de 3,5 mm et un échantillon de 10,0 g, mais rupture du disque pour un orifice de 1,0 mm ou plus mais inférieur à 3,5 mm et un échantillon de 10,0 g ou rupture du disque avec un orifice de 1,0 mm et un échantillon de 50 g.

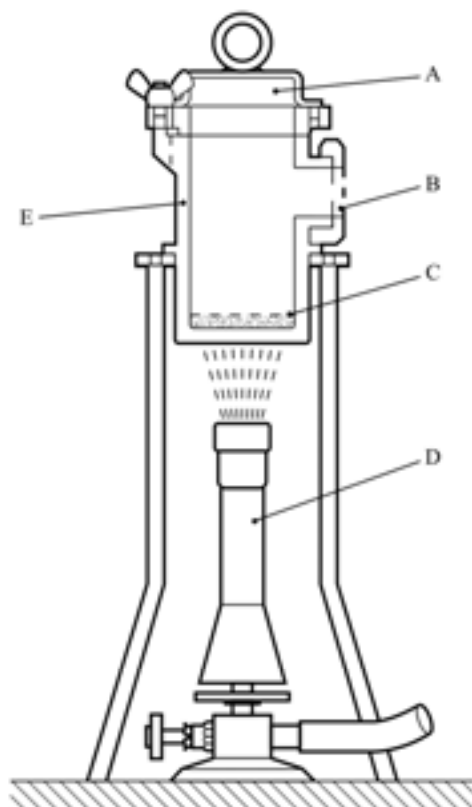
Réaction « nulle » : Pas de rupture du disque pour un orifice de 1,0 mm et un échantillon de 50,0 g.

25.4.2.5 Exemples de résultats

Matière	Diamètre limite (mm)	Résultat
Azodicarbonamide	1,5	Faible
Azo-2,2' bis (diméthyl-2,4 valéronitrile)	6,0	Modérée
Azo-2,2' bis(isobutyronitrile)	5,5	Modérée
Azo-2,2' bis (méthyl-2 butyronitrile)	6,0	Modérée
Peroxybenzoate de tert-butyle	9,0	Violente
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	6,0	Modérée
Hydroperoxyde de cumyle (à 80 % dans le cumène)	1,0	Faible
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec l'eau	6,0	Modérée
Peroxyde de di-tert-butyle	3,5	Modérée
Peroxydicarbonate de dicétyle	1,0	Faible
Peroxyde de dicumyle	3,5	Modérée
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium, 90 %	< 1,0 ^a	Nulle
Tétrafluoroborate de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium, 97 %	< 1,0	Nulle
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 (phénylesulfonyl)-4 benzènediazonium, 67 %	< 1,0 ^a	Nulle
Peroxyde de dilauroyle	2,0	Faible
Peroxyde de dilauroyle à 42 % en dispersion stable dans l'eau	< 1,0 ^a	Nulle
Tétrafluoroborate de méthyl-3 (pyrrolidiny-1)-4 benzènediazonium, 95 %	< 1,0 ^a	Nulle
4-Nitrosophénol	1,0 ^a	Faible

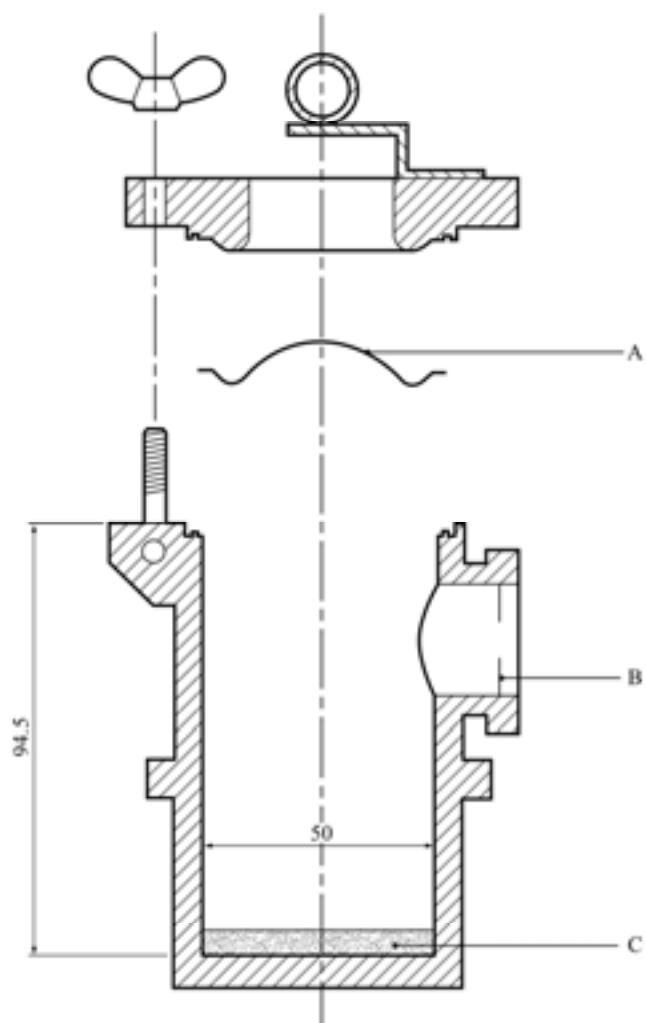
^a Essai effectué avec 50 g d'échantillon.

Figure 25.4.2.1 : Épreuve de la bombe des Pays-Bas



-
- | | |
|-----|-------------------------------------------------------------------|
| (A) | Disque de rupture |
| (B) | Disque à lumière |
| (C) | Matière éprouvée (10 g ou 50 g) |
| (D) | Bec Téclu |
| (E) | Bombe, diamètre intérieur de 50 mm, hauteur intérieure de 94,5 mm |
-

Figure 25.4.2.2 : Montage du disque de rupture



-
- (A) Disque de rupture
 - (B) Disque à lumière
 - (C) Échantillon
-

25.4.3 *Épreuve E.3 : Épreuve de la bombe des États-Unis*

25.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières à l'effet d'un échauffement intense sous confinement défini. Elle permet, en conjonction avec une épreuve supplémentaire de chauffage sous confinement, de répondre aux questions des cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.4.3.2 *Appareillage et matériaux*

On utilise les appareillages et les matériaux suivants :

- a) Bombe d'épreuve : bombe cylindrique en acier inoxydable 316 (figure 25.4.3.1) ;
- b) Support de la bombe (figure 25.4.3.2) ;
- c) Élément chauffant (par exemple résistance électrique de 700 W) ;
- d) Porte-échantillon : coupelle en aluminium de 25 × 30 mm ;
- e) Disques de rupture en aluminium de 38 mm, tarés à 620 ± 50 kPa à 22 °C ;
- f) Orifice des disques : disques épais de 2 mm avec les diamètres de lumière suivants (mm) : 1,0 - 1,2 - 2,0 - 3,0 - 3,5 - 5,0 - 6,0 - 8,0 - 9,0 - 12,0 - 16,0 et 24,0.

25.4.3.3 *Mode opératoire*

25.4.3.3.1 Le montage général de l'appareil est montré à la figure 25.4.3.1. La vitesse de montée en température doit être vérifiée en mesurant la température de 5,0 g d'huile silicone, de densité apparente égale à $0,96 \pm 0,02$ à 20 °C et de capacité thermique égale à $1,46 \pm 0,02$ J/g à 25 °C, contenue dans une coupelle placée dans la bombe. La vitesse de montée en température est calculée en mesurant le temps nécessaire pour porter la température de l'huile de 50 °C à 200 °C. La vitesse de montée en température devrait être de $0,5 \pm 0,1$ K/s. Un disque à lumière avec un diamètre d'orifice plus grand que le diamètre jugé nécessaire pour obtenir l'éclatement du disque de rupture est choisi et monté sur le porte-évent de la bombe.

25.4.3.3.2 Un échantillon de 5,0 g de la matière à éprouver est pesé avec précision dans une coupelle en aluminium. Celle-ci est ensuite introduite dans la bombe au moyen de pinces et positionnée en son centre. Le disque de rupture est monté sur la bombe et l'étanchéité est obtenue en serrant convenablement les boulons de la bride. Un peu d'eau est versé sur le disque de rupture pour en modérer l'échauffement pendant l'épreuve. Le chauffage électrique est branché et réglé à la puissance convenable au moins 30 minutes avant le début de l'épreuve. La bombe est fixée sur sa plaque-support et placée sur le chauffage électrique. Cette plaque-support empêche la bombe de tomber ; elle empêche également les vapeurs qui s'échappent par l'évent de toucher la plaque chaude. Le temps de décomposition est noté.

25.4.3.3.3 Si le disque à lumière ne s'est pas rompu, l'essai est répété en utilisant un évent plus petit jusqu'à ce que la rupture se produise. Dans le cas d'une rupture du disque, l'expérience est répétée au diamètre immédiatement supérieur de lumière jusqu'à ce que le niveau soit trouvé où il n'y a pas de rupture dans trois essais successifs.

25.4.3.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

25.4.3.4.1 Le nombre USA-PVT est défini comme le diamètre (en mm) du plus petit évent qui n'a pas provoqué la rupture du disque durant la décomposition de l'échantillon. Cette valeur est utilisée comme une mesure des effets du chauffage d'une matière sous confinement défini. L'échelle USA-PVT est basée, pour toutes les matières, sur les mêmes conditions d'épreuve et le même programme de chauffage.

25.4.3.4.2 L'effet du chauffage d'une matière sous confinement est noté selon les critères suivants :

Réaction « violente » : Matières ayant un nombre USA-PVT de 9,0 à 24,0.

Réaction « modérée » : Matières ayant un nombre USA-PVT de 3,5 à 8,0.

Réaction « faible » : Matières ayant un nombre USA-PVT de 1,2 à 3,0.

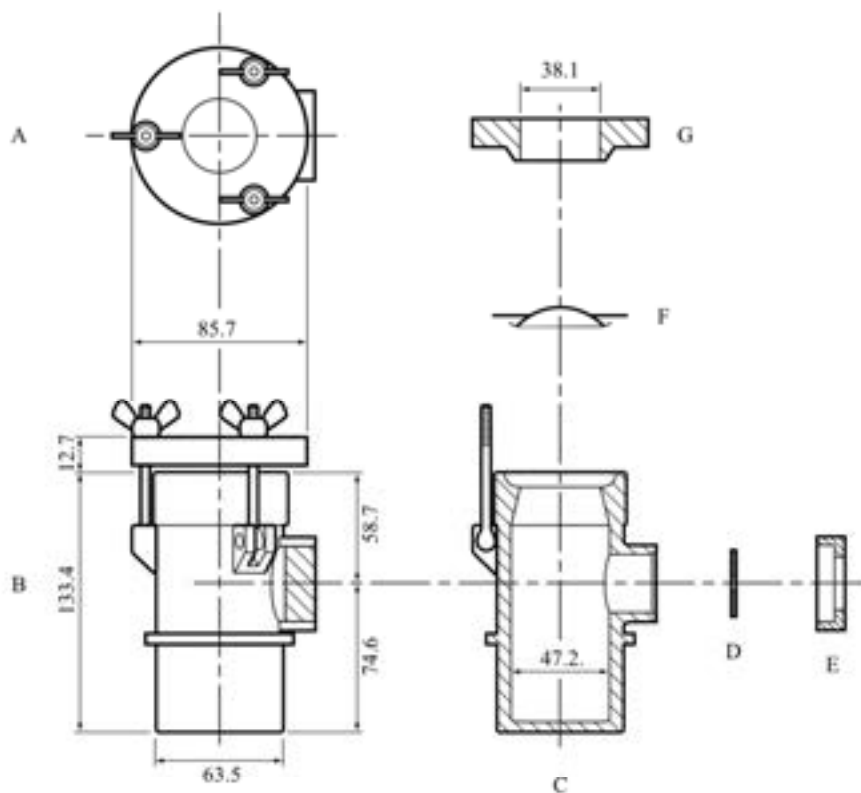
Réaction « nulle » : Matières ayant un nombre USA-PVT de 1,0.

25.4.3.5 Exemples de résultats

Matière	Nombre USA-PVT	Résultat
Hydroperoxyde de tert-butyle à 70 % dans l'eau	1,0	Nulle
Peroxyacétate de tert-butyle à 75 % en solution	8,0	Modérée
Peroxybenzoate de tert-butyle	8,0	Modérée
Carbonate d'isopropyle et de peroxy-tert-butyle à 75 % en solution	2,0	Faible
Peroxyphthalate de tert-butyle à 75 % en solution	4,5 ^a	Modérée
Hydroperoxyde de cumyle, 85 % avec cumène	1,0	Nulle
Peroxyde de dibenzoyl	18,0 ^a	Violente
Peroxyde de di-tert-butyle	1,0	Nulle
Peroxyde de dicumyle	2,0	Faible
Peroxyde de dicumyle, avec 60 % de solide inerte	1,0	Nulle
Peroxyde de dilauroyle	6,0	Modérée
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	9,0	Violente

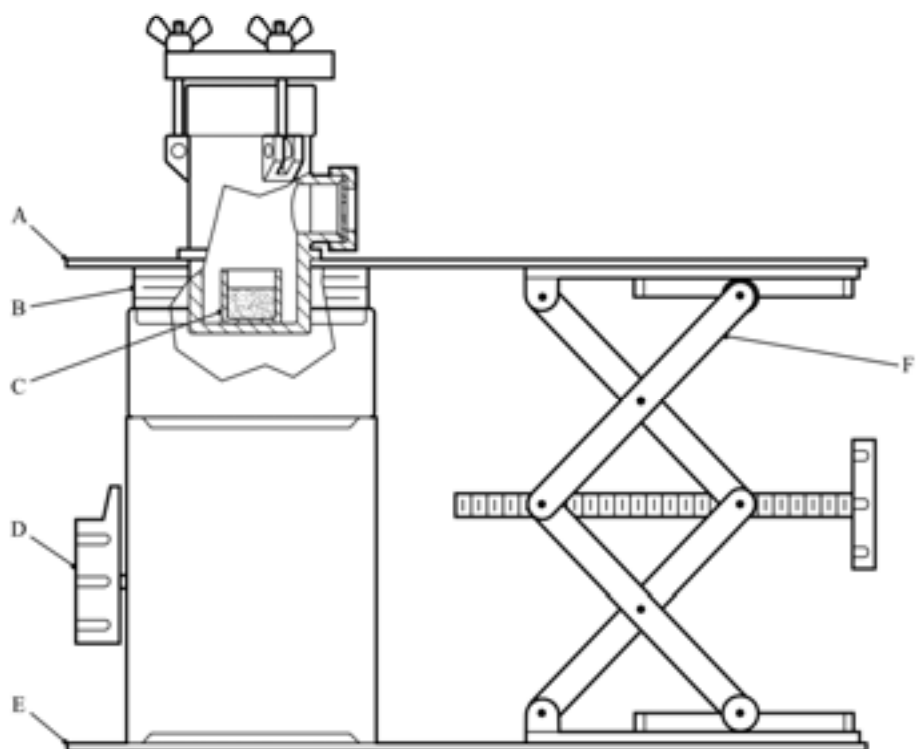
^a Diamètres intermédiaires, qui ne sont plus utilisés.

Figure 25.4.3.1 : Épreuve de la bombe des Etats-Unis



-
- (A) Vue en plan couvercle
 - (B) Vue en élévation latérale
 - (C) Corps de la pompe
 - (D) Disque avec orifice
 - (E) Écrou de retenue
 - (F) Disque de rupture
 - (G) Couvercle
-

Figure 25.4.3.2 : Appareil d'épreuve et son support (vue en élévation latérale)



-
- | | |
|-----|----------------------|
| (A) | Écran |
| (B) | Isolement thermique |
| (C) | Porte-échantillon |
| (D) | Chauffage électrique |
| (E) | Base |
| (F) | Cric de laboratoire |
-

SECTION 26

ÉPREUVES DE LA SÉRIE F

26.1 Introduction

26.1.1 La série d'épreuves F comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs à la puissance explosive des matières, permettant de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1. Elle s'applique aux matières dont on envisage l'entreposage en grands conteneurs pour vrac (GRV) ou en conteneurs-citernes, ou que l'on envisage d'exempter des dispositions relatives aux matières autoréactives ou aux peroxydes organiques (voir case 11 de la figure 20.1). Les matières pour lesquelles on n'envisage ni l'entreposage en vrac ni l'exemption peuvent être affectées au type E sans procéder à d'autres épreuves.

26.1.2 Toutes ces épreuves, exception faite de l'épreuve F.5, peuvent aussi être utilisées pour les matières que l'on présélectionne pour leur capacité de propager la détonation (voir 21.2.2).

26.2 Méthodes d'épreuve

Il est répondu à la question « Quelle est sa puissance explosive ? » (case 12 de la figure 20.1) d'après les résultats de l'une des épreuves du tableau 26.1.

Tableau 26.1 : Méthodes d'épreuve de la série F

Code	Nom de l'épreuve	Section
F.1	Épreuve de tir au mortier balistique Mk.IIIId	26.4.1
F.2	Épreuve du mortier balistique	26.4.2
F.3	Épreuve de Trauzl BAM	26.4.3
F.4	Épreuve de Trauzl modifiée ^a	26.4.4
F.5	Épreuve à l'autoclave haute pression	26.4.5

^a Épreuve recommandée.

26.3 Conditions d'épreuve

26.3.1 *Avant de procéder à ces épreuves, il faut effectuer des essais de sécurité à petite échelle (voir la section 20.3).*

26.3.2 Les résultats obtenus dans les épreuves F.1 à F.4 dépendent de la sensibilité de la matière au choc détonateur et de la puissance du détonateur utilisé. Si les résultats sont trop inférieurs à ceux que l'on obtient avec des substances comparables, on peut utiliser un dispositif d'amorçage plus puissant, avec une adaptation appropriée des conditions (par exemple, mise à feu avec des échantillons inertes) par rapport aux critères d'épreuve.

26.3.3 Les épreuves sont à exécuter à la température ambiante. Toutefois, si la température de régulation est inférieure à la température ambiante, la sécurité exige des précautions spéciales. Si la matière est transportée à l'état solide avec régulation de température mais est en fait liquide à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée à une température juste au-dessous du point de fusion.

26.4 Série F : Dispositions d'épreuve

26.4.1 Épreuve F.1 : Épreuve de tir au mortier balistique Mk.III d

26.4.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. La matière, confinée dans le tube d'un mortier, est soumise à l'action d'un détonateur. La mesure du recul du mortier permet, après déduction de l'effet du détonateur, de calculer la puissance en pourcentage de l'équivalent d'énergie en acide picrique, utilisé comme étalon de puissance explosive. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1.

26.4.1.2 Appareillage et matériels

26.4.1.2.1 Le mortier est un tube en acier long de 457 mm, fermé à l'une de ses extrémités et ayant un diamètre extérieur de 203 mm ; l'âme, qui mesure 229 mm de long et 25 mm de diamètre, s'évase à l'extrémité ouverte en forme de tromblon. Il est suspendu par quatre câbles en acier inoxydable fixés à chaque extrémité par des tendeurs à pivots, lui laissant liberté de recul. La masse de l'ensemble est d'environ 113,2 kg et la longueur de suspension de 2 080 mm. Une plume fixée à l'extrémité d'un bras articulé solidaire du mortier inscrit sur une table horizontale une ligne de longueur égale à la projection du mouvement de recul du mortier. Le mortier est fait de deux parties : une gaine extérieure en acier doux et un cylindre intérieur en acier Vibrac V30 amené par traitement thermique à une résistance nominale de 772 MPa. Ce dernier est retenu par une bride annulaire (figure 26.4.1.1).

26.4.1.2.2 Pour le bourrage on prend un sable quartzéux propre et sec, passé au tamis BS de 600 microns, avec refus total au tamis BS de 250 microns. L'acide picrique est un produit pur, sec et cristallisé, tamisé comme le sable. L'acide borique (Analar) passe entièrement au tamis BS de 500 microns. Les sacs à charge (gargousses), en papier mince, ont un diamètre de 25 mm. Le sac intérieur mesure 90 mm de long, le sac extérieur, 200 mm.

26.4.1.2.3 Le détonateur est du type en aluminium à base plate et contient 0,6 g de penthrite.

26.4.1.3 Mode opératoire

26.4.1.3.1 Avant de procéder à l'épreuve au mortier, on soumet normalement la matière à des essais de sensibilité au choc, au frottement et à l'étincelle électrique. Dans le sac à charge intérieur on tasse $10,00 \pm 0,01$ g de matière. Le détonateur est introduit dans une cavité de 6 mm produite dans la matière avec une tige de bronze au phosphore et le col du sac est serré autour du détonateur. La charge est ensuite glissée dans le sac extérieur et poussée au fond de celui-ci avec un outil spécial. On ajoute alors 57 g de sable tamisé que l'on compacte doucement par tapotement. Le col du sac extérieur est roulé autour des fils du détonateur et l'ensemble de la charge est placé dans le mortier et bourré avec un outil spécial. On tire le détonateur et l'on calcule le recul moyen de la matière (S_m). L'épreuve est exécutée trois fois.

26.4.1.3.2 Pour éprouver les matières liquides, on utilise au lieu du sac en papier un récipient cylindrique en verre¹ d'une contenance approximative de 16 ml. Le col du récipient est rétréci pour former un tube mesurant 8 mm de diamètre et de long. Le détonateur normalisé gainé d'une longueur suffisante de tube de polyéthylène fait un joint à frottement doux dans le col du récipient. Ce dernier est alors inséré dans le sac de charge extérieur, comme pour les matières solides.

26.4.1.3.3 Les valeurs types du recul, déterminées pour l'acide picrique et pour le détonateur avec des sacs à charge en papier, peuvent s'appliquer au calcul des équivalences énergétiques des matières liquides essayées dans les récipients en verre.

¹ Les récipients en verre employés avec des explosifs puissants peuvent endommager l'âme du mortier. Mais s'il est vrai que pour l'acide picrique les tirs avec un récipient en verre provoquent une forte usure du mortier, la même usure s'observe dans les tirs avec les sacs en papier.

26.4.1.3.4 Chaque fois qu'un nouveau cylindre intérieur est inséré dans la gaine extérieure du mortier, on détermine le recul moyen (moyenne de 10 tirs) correspondant à l'acide borique (B_m) et à l'acide picrique (P_m).

26.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

26.4.1.4.1 La puissance explosive (P) en pourcentage (arrondie au nombre entier le plus proche) de la valeur correspondant à l'acide picrique est donnée par la formule suivante :

$$P = 100 \times \left(\frac{S_m^2 - B_m^2}{P_m^2 - B_m^2} \right)$$

26.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats

La réponse est :

« Réaction significative » : 7 % ou plus du recul produit par l'acide picrique.

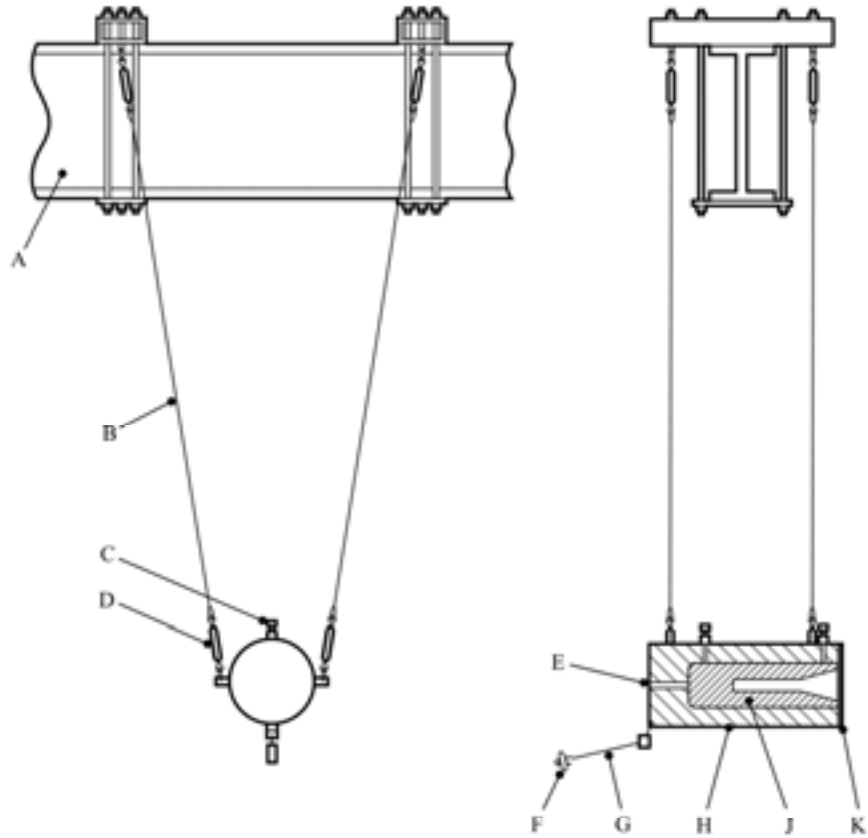
« Réaction faible » : Moins de 7 %, mais plus de 1 % du recul produit par l'acide picrique.

« Réaction nulle » : 1 % ou moins du recul produit par l'acide picrique.

26.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Pourcentage moyen de la valeur de référence (acide picrique)	Réaction
Hydroperoxyde de tert-butyle, à 70 % avec de l'eau	2	Faible
Peroxybenzoate de tert-butyle	13	Significative
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	8	Significative
Hydroperoxyde de cumyle, à 80 % dans le cumène	4	Faible
Peroxyde de dibenzoyl	8	Significative
Peroxyde de dibenzoyl, à 75 % dans l'eau	6	Faible
Peroxyde de di-tert-butyle	8	Significative
Peroxydicarbonate de dicétyl	1	Nulle
Peroxyde de dicumyle, avec 60 % de solide inerte	1	Nulle
Peroxyde de dilauroyl	1	Nulle
Diméthyl-2,5 bis (tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	17	Significative
Monoperoxyphthalate de magnésium hexahydraté à 85 % avec du sulfate de magnésium	1	Nulle

Figure 26.4.1.1 : Mortier balistique MK.IIID



(A)	Poutre de suspension	(B)	Câble suspenseur
(C)	Vis de blocage de la gaine	(D)	Tendeur à pivot
(E)	Trou facilitant l'extraction de (J)	(F)	Porte-plume
(G)	Bras articulé	(H)	Gaine du mortier
(J)	Tube du mortier	(K)	Bride annulaire

26.4.2 *Épreuve F.2 : Épreuve du mortier balistique*

26.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. Celle-ci, confinée dans l'âme d'un mortier par un boulet en acier, est soumise à l'action d'un détonateur. Le recul du mortier est mesuré et la puissance explosive est calculée en pourcentage de l'équivalent d'énergie en acide picrique, utilisé comme étalon de puissance explosive. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1.

26.4.2.2 *Appareillage et matériaux*

26.4.2.2.1 Mortier

Réalisé en acier « chrome-nickel », le mortier a une masse de $248,50 \pm 0,25$ kg. Il a une forme cylindrique et sa cavité axiale comprend, de l'avant à l'arrière, le logement du boulet, la chambre de tir et le passage pour les fils de détonateur. Au cours de son emploi, le mortier subit une certaine usure qui en change les dimensions (en particulier, élargissement de la chambre de tir) et entraîne une diminution du recul enregistré pour le tir d'une charge donnée. On utilise comme référence la charge de 10,00 g d'acide picrique (voir 26.4.2.2.7). On remplace le mortier usé par un mortier neuf lorsque l'énergie moyenne obtenue au cours des 10 derniers tirs de cette charge devient inférieure à 90 % de l'énergie moyenne obtenue lors des 10 premiers tirs (pour des températures voisines et avec un boulet en bon état).

26.4.2.2.2 Pendule balistique

Le mortier est suspendu, par des bras en acier, à un axe horizontal monté sur des paliers garnis de roulements à rouleaux. Le mortier-pendule ainsi obtenu est rendu balistique par adjonction d'une masse d'acier (surcharge) sous son corps. La figure 26.4.2.1 donne un schéma du mortier-pendule, dont les caractéristiques principales sont :

- a) Période d'oscillation : 3,47 s ;
- b) Masse oscillante : 479 kg ;
- c) Distance de l'axe de rotation à l'axe du mortier : 2,99 m.

Pour déterminer le recul, on utilise un cavalier mobile sur le secteur gradué et animé par un doigt latéral solidaire du mortier. La graduation portée sur le secteur est proportionnelle à $(1 - \cos A)$, A étant l'angle de recul du pendule ; autrement dit, elle est proportionnelle au travail.

26.4.2.2.3 Boulet

Le boulet est un cylindre d'acier. Les dimensions (diamètre 127 mm et longueur 162 mm) sont, en réalité, ajustées pour satisfaire aux conditions suivantes :

- a) Le jeu entre le boulet neuf et son logement dans le mortier doit être inférieur à 0,1 mm ;
- b) Le boulet neuf doit avoir une masse de $16,00 \pm 0,01$ kg.

Un boulet neuf doit être substitué au boulet usé lorsque le jeu entre ce dernier et son logement dans le mortier dépasse 0,25 mm. Lors du tir, le boulet est généralement projeté à une vitesse comprise entre 100 et 200 km/h. Un réceptacle garni d'un matériau absorbant permet de l'arrêter sans l'abîmer.

26.4.2.2.4 Étuis

Pour l'épreuve d'une matière liquide, on utilise des ampoules en verre, de masse 16 g, comportant un orifice de remplissage et un trou borgne pour le logement du détonateur (figure 26.4.2.3), dans lesquelles sont contenues les prises d'essai. Pour les charges d'autres matières (solides, granulaires, pâteuses, etc.) on utilise des étuis cylindriques, de diamètre 20 mm, formés à partir d'une feuille d'étain d'épaisseur 0,03 mm et de masse 2 g environ. C'est notamment le cas des charges d'acide picrique.

26.4.2.2.5 Étriers

Servant au centrage de la charge dans la chambre de tir du mortier (pour réduire l'usure du mortier), l'étrier réalisé en fil de fer est un anneau muni de trois pieds comme le montre schématiquement la figure 26.4.2.2.

26.4.2.2.6 Détonateurs

Il s'agit des détonateurs européens normalisés à charge de 0,6 g de penthrite, tels que les montre l'appendice 1.

26.4.2.2.7 Acide picrique (matière de référence)

Acide picrique pur, broyé, en grains de dimensions inférieures à 0,5 mm, séché en étuve à 100 °C et conservé dans un flacon bien bouché.

26.4.2.3 *Mode opératoire*

26.4.2.3.1 Préparation d'une charge

26.4.2.3.1.1 Les solides compacts doivent se présenter sous forme de blocs cylindriques de diamètre 20 ± 1 mm et comportant à une extrémité une cavité axiale (de diamètre $7,3 \pm 0,2$ mm et profondeur 12 mm) pour le logement du détonateur. La masse de ces blocs doit être de $10,0 \pm 0,1$ g. Pour préparer la charge, on enroule une feuille d'étain d'épaisseur 0,03 mm et de masse 2 g environ autour du bloc pour former un étui. Après la mise en place du détonateur dans son logement, on serre l'extrémité de l'étui autour de la tête du détonateur (figure 26.4.2.3).

26.4.2.3.1.2 Les autres matières, à l'exception des liquides, sont chargées à densité normale dans les étuis d'étain, la prise d'essai étant de $10,0 \pm 0,1$ g par charge. Le détonateur est enfoncé d'environ 12 mm dans la matière. L'extrémité de l'étui est serrée autour de la tête du détonateur (figure 26.4.2.3).

26.4.2.3.1.3 Pour les liquides, on prépare des charges de $10,0 \pm 0,1$ g de la substance à éprouver, en ampoule de verre. Le détonateur est mis en place dans le logement prévu à cet effet. Si besoin est, on peut utiliser du fil métallique pour le maintenir en place (mais en aucun cas un matériau combustible).

26.4.2.3.1.4 On prépare aussi des charges de $10,0 \pm 0,1$ g d'acide picrique, à densité normale, en étuis d'étain. Le détonateur est enfoncé d'environ 12 mm dans l'acide picrique. L'extrémité de l'étui est serrée autour de la tête du détonateur.

26.4.2.3.2 Réalisation d'un essai

26.4.2.3.2.1 La charge munie d'un étrier (voir 26.4.2.2.5) est enfoncée au maximum dans la chambre de tir du mortier, la tête du détonateur venant au contact de la face postérieure de la chambre de tir (figure 26.4.2.3).

26.4.2.3.2.2 Le boulet est graissé avec une graisse de qualité constante, puis il est introduit et poussé à fond dans son logement dans le mortier. Pour éviter une dispersion des résultats due à une réformation éventuelle du mortier ou du boulet, la position du boulet par rapport au mortier est repérée et notée.

26.4.2.3.2.3 Le cavalier (voir 26.4.2.2.2) est mis en place au contact du doigt pour la détermination du recul du pendule. Après tir, on note la déviation (D) du pendule, c'est-à-dire la graduation où se situe le cavalier immobilisé sur le secteur gradué en fin de course.

26.4.2.3.2.4 Le boulet et l'âme du mortier doivent être ensuite soigneusement nettoyés.

26.4.2.4 *Mode opératoire*

26.4.2.4.1 On effectue d'abord quatre tirs d'acide picrique. On calcule la moyenne des quatre déviations obtenues. Dans l'unité de travail arbitraire retenue pour graduer le secteur qui mesure le recul du pendule, cette

moyenne a une valeur voisine de 100. Les résultats des quatre tirs ne doivent pas s'en écarter de plus d'une unité. Si c'est bien le cas, on retient la valeur D_0 de la moyenne des quatre déviations obtenues. Si l'un des résultats s'écarte de plus d'une unité de la moyenne, on ne tient pas compte de ce résultat. On retient alors la valeur D_0 de la moyenne des trois autres résultats.

26.4.2.4.2 On note ensuite la température ambiante.

26.4.2.4.3 On reprend ensuite les opérations avec la matière à éprouver, en effectuant au minimum trois tirs, les déviations obtenues étant D_1 , D_2 , D_3 , etc. Les travaux correspondants, exprimés en pourcentage du travail de l'acide picrique, sont calculés par la relation :

$$T_k = 100 \times D_k/D_0, \text{ où } k = 1, 2, 3, \dots;$$

ou, pour les liquides tirés en étuis de verre :

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

26.4.2.4.4 On calcule ensuite la valeur moyenne de T_k . Le résultat de ce calcul, arrondi au nombre entier le plus proche, est dit « travail au mortier balistique » (TMB) de la matière.

NOTA : *Lorsque plusieurs matières sont éprouvées successivement, dans la même demi-journée, on ne fait qu'une série de quatre tirs d'acide picrique au début de la demi-journée.*

26.4.2.5 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

26.4.2.5.1 On présente le résultat de l'épreuve sous forme détaillée en donnant les travaux T_1 , T_2 , T_3 ... et la valeur du TMB avec mention de la température ambiante. Sous forme résumée, on indique seulement la valeur du TMB.

26.4.2.5.2 Critères d'évaluation des épreuves :

« Réaction significative » : Valeur du TMB supérieure ou égale à 7.

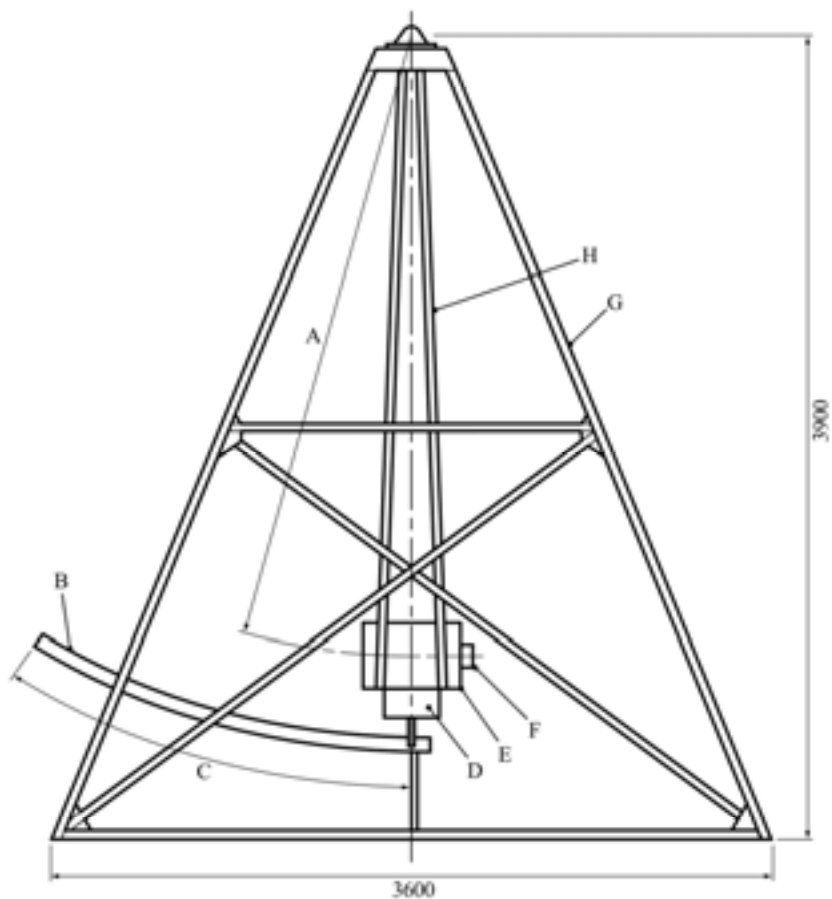
« Réaction faible » : Valeur du TMB inférieure à 7 mais supérieure à 1.

« Réaction nulle » : Valeur du TMB inférieure ou égale à 1.

26.4.2.6 *Exemples de résultats*

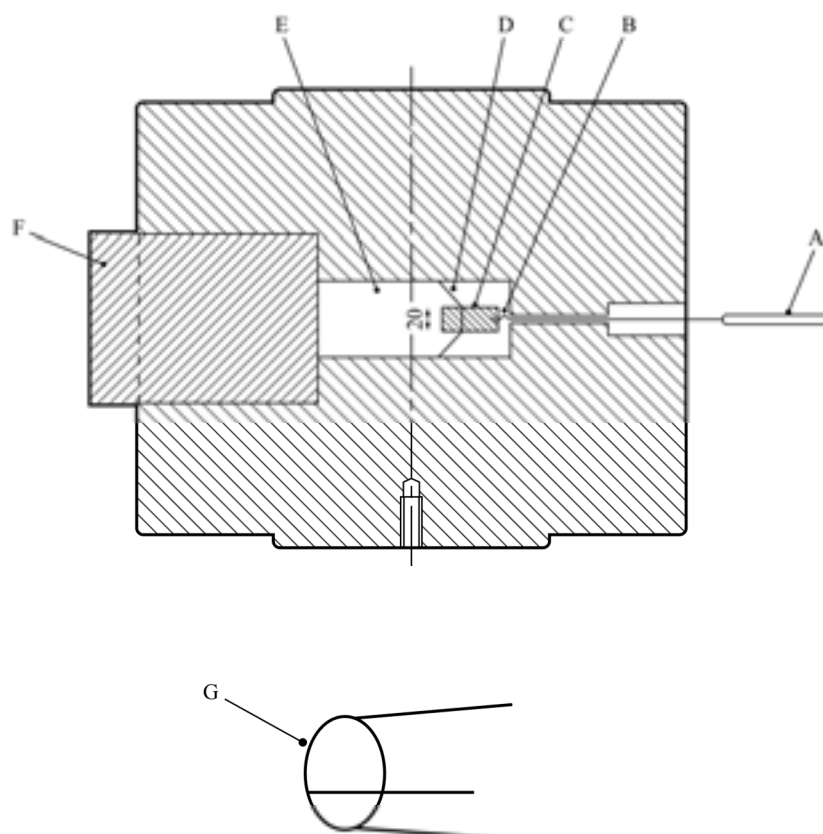
Substance	BMP value	Réaction
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	13	Significative
Peroxybenzoate de tert-butyle	16	Significative
Peroxy-2 éthylhexanoate de tert-butyle	7	Significative
Peroxyde de dibenzoyl	16	Significative
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	8	Significative
Peroxyde de di-tert-butyle	7	Significative
Peroxyde de dilauroyl	5	Faible
Hydroperoxyde de p-menthyle à 55 % dans le p-menthane	3	Faible
Acide peroxyacétique à 36 % avec 19 % d'eau, 36 % d'acide acétique et 6 % de peroxyde d'hydrogène	27	Significative
Hydroperoxyde de pinanyle à 54 % dans le pinane	2	Faible
Acide picrique	100	
Trinitrotoluène	95	
Sable	1	

Figure 26.4.2.1 : Épreuve du mortier balistique



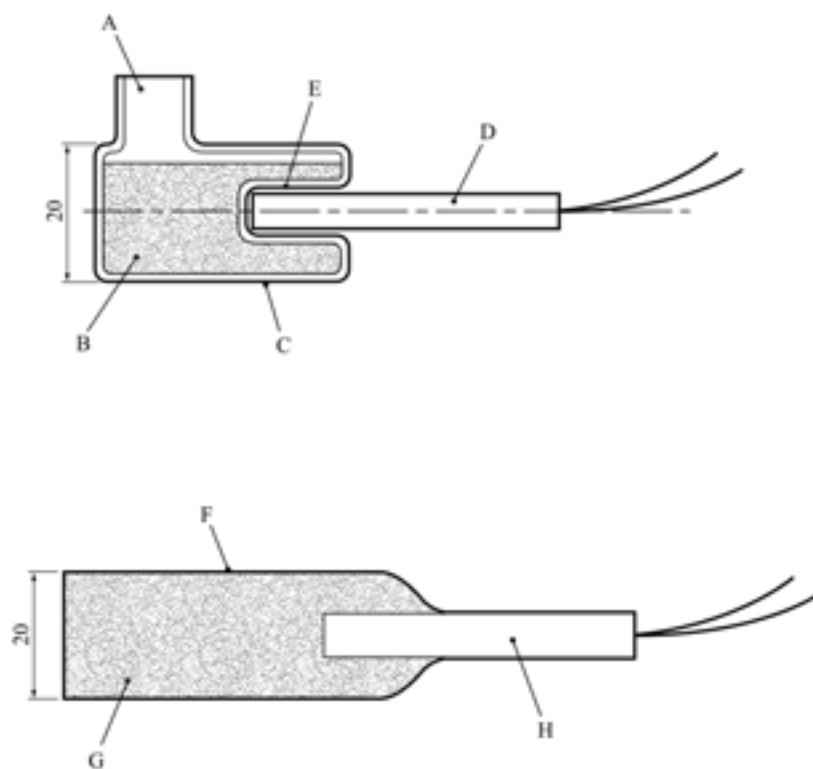
-
- | | |
|-----|-------------------------------|
| (A) | Distance entre axes, 2 905 mm |
| (B) | Secteur gradué |
| (C) | Course 30° |
| (D) | Surcharge |
| (E) | Mortier |
| (F) | Boulet |
| (G) | Charpente |
| (H) | Bras oscillant |
-

Figure 26.4.2.2 : Mortier balistique (en haut) et étrier (en bas)



-
- (A) Vers explodeur
 - (B) Détonateur
 - (C) Cartouche
 - (D) Étrier
 - (E) Chambre de tir
 - (F) Boulet
 - (G) Schéma de l'étrier
-

Figure 26.4.2.3: Charge pour les liquides (en haut) et pour les matières autres que les liquides (en bas)



-
- | | |
|-----|---------------------------------|
| (A) | Orifice de remplissage |
| (B) | Matière (10 g) |
| (C) | Ampoule de verre (16 g) |
| (D) | Détonateur (0,6 g de penthrite) |
| (E) | Logement du détonateur |
| (F) | Étui d'étain (2 g) |
| (G) | Matière (10 g) |
| (H) | Détonateur (0,6 g de penthrite) |
-

26.4.3 *Épreuve F3 : Épreuve de Trauzl (BAM)*

26.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. Celle-ci, confinée dans la cavité ménagée dans un bloc de plomb, est soumise à l'action d'un détonateur. La puissance explosive est exprimée en relation avec la dilatation de la cavité dans le bloc de plomb, exprimée en cm³ pour 10 g de matière. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1.

26.4.3.2 *Appareillage et matériels*

26.4.3.2.1 La matière est amorcée par un détonateur européen normalisé avec 0,6 g de penthrite (voir l'appendice 1).

26.4.3.2.2 Pour cette épreuve, on utilise des blocs de plomb Trauzl normalisés de forme cylindrique, d'une hauteur et d'un diamètre de 200 mm. Ils sont munis d'une cavité axiale de 25 mm de diamètre et de 125 mm de profondeur, soit un volume de 61 cm³ (figure 26.4.3.1). On fabrique ces blocs en coulant du plomb doux pur dans des moules à une température de coulée de 390 °C à 400 °C. On vérifie la qualité d'une série de moulages de blocs de plomb par trois explosions d'essai pour chacune desquelles on utilise 10 cm³ d'acide picrique cristallisé (densité de chargement 1,0 g/cm³). La moyenne des trois valeurs de dilatation nette obtenues doit se situer entre 287 cm³ et 300 cm³.

26.4.3.3 *Mode opératoire*

26.4.3.3.1 On donne aux matières solides la forme de charges d'essai cylindriques d'un volume de 10 cm³ en les enveloppant dans une feuille d'étain pesée et la masse de charge est déterminée. Les charges d'essai ont un diamètre extérieur de 24,5 mm, une hauteur de 22,2 mm et sont munies d'une cavité coaxiale de 7 mm de diamètre et de 12 mm de profondeur pour recevoir le détonateur. On prépare la charge d'essai dans un dispositif comprenant un piston, une matrice en deux parties, un cadre de fixation et une embase (figure 26.4.3.2). On enroule une feuille d'étain trapézoïdale (environ 0,01 mm d'épaisseur) de 55 mm de large, autour du piston. L'étampe et son étui d'étain sont ensuite introduits dans la matrice, jusqu'à la butée de l'embase. On fixe la matrice à l'aide du cadre et on retire lentement le piston du tube constitué par la feuille d'étain, après l'avoir pressé fermement contre l'embase. On perce soigneusement le fond du tube d'étain en son centre, à l'aide d'une fine baguette de bois. Le détonateur normalisé de 0,6 g de penthrite est introduit par le côté du cadre de fixation dans l'embase, de façon à tirer les fils du détonateur à travers l'orifice de la vis de réglage jusqu'à ce que le détonateur touche la vis. Celle-ci est ajustée de façon que le détonateur fasse saillie de 12,0 mm par rapport à la surface de l'embase. On remplit ensuite le tube d'étain avec la matière éprouvée en tassant celle-ci légèrement à l'aide d'une baguette de bois. Le bord de la feuille d'étain qui dépasse est replié vers l'intérieur, et le piston est enfoncé dans la matrice jusqu'à la bague d'arrêt. Après avoir retiré le piston, on enlève délicatement de la matrice la charge d'essai préparée dans le tube d'étain contenant le détonateur.

26.4.3.3.2 Les matières liquides sont éprouvées dans des cylindres de verre à paroi fine de forme analogue et pouvant contenir 10 cm³ d'échantillon ainsi que le détonateur quand il est introduit dans le liquide jusqu'à une profondeur de 12 mm. Le col du récipient doit être assez long pour maintenir le détonateur dans une position centrale. Après avoir déterminé la masse de l'échantillon, on introduit délicatement la charge d'essai dans la cavité du bloc de plomb en l'enfonçant à fond. Les blocs de plomb sont stockés dans une pièce à température dirigée, afin que la température mesurée au fond de la cavité immédiatement avant d'y introduire la charge soit comprise entre 10 et 20 °C. Lors de l'épreuve, le bloc de plomb doit reposer sur un support d'acier massif, plat, posé sur le sol. Pour bourrer la cavité, on remplit l'espace restant de sable quartzueux, sec, tamisé dans un crible à 144 mailles/cm² et d'une densité gravimétrique de 1,35 g/cm³. On frappe ensuite trois fois le côté du bloc à l'aide d'un marteau de 2 kg de masse, et l'on enlève l'excédent de sable du sommet.

26.4.3.3.3 On actionne le détonateur, et l'on vide le bloc de tous résidus. On détermine le volume de dilatation en remplissant le vide d'une quantité d'eau mesurée et on calcule ensuite la dilatation qui serait produite par un échantillon de 10 g, au moyen de la relation :

$$10 \times \frac{\text{volume de la cavité dilatée (cm}^3\text{)} - 61}{\text{masse de l'échantillon(g)}}$$

26.4.3.3.4 Normalement, cet essai est effectué deux fois ; pour caractériser la matière, on utilise la plus forte des deux valeurs de dilatation obtenue.

26.4.3.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

26.4.3.4.1 La puissance explosive est exprimée en fonction de la dilatation intérieure du bloc de plomb par 10 g de matière. Pour une puissance d'amorçage donnée, la puissance explosive est d'autant plus élevée que le bloc de plomb s'est dilaté.

26.4.3.4.2 Critères d'évaluation des résultats

La réponse sera :

« Réaction significative » : Si la dilatation du bloc de plomb est supérieure ou égale à 25 cm³ pour 10 g d'échantillon ;

« Réaction faible » : Si la dilatation du bloc de plomb est inférieure à 25 cm³ mais égale ou supérieure à 10 cm³ pour 10 g d'échantillon ;

« Réaction nulle » : Si la dilatation du bloc de plomb est inférieure à 10 cm³ pour 10 g d'échantillon.

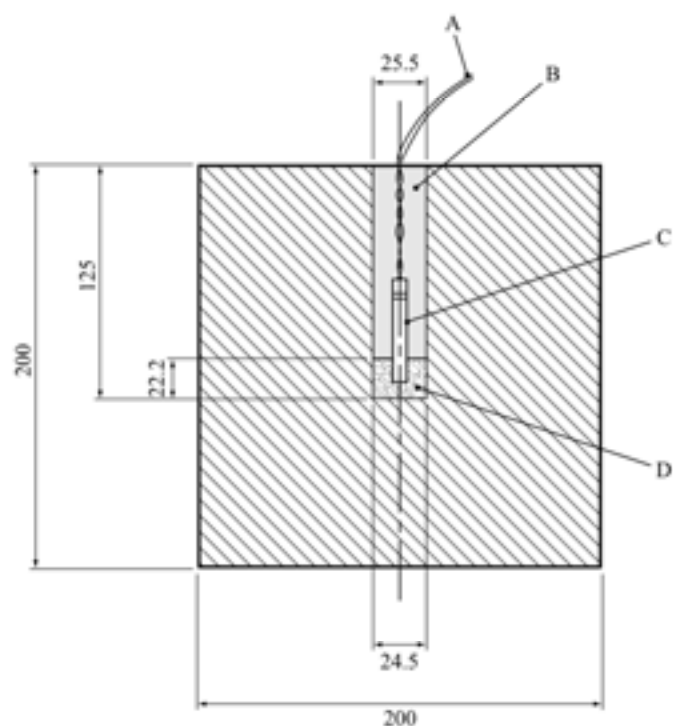
26.4.3.5 Exemples de résultats

Matériau	Masse de l'échantillon (g)	Dilatation (cm ³ /10 g)	Réponse
Azodicarbonamide		9	Nulle
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)		26 ^a	Significative
Benzènedisulfonhydrazide-1,3		50 ^a	Significative
Benzènedisulfonhydrazide-1,3, 70 % avec de l'huile minérale		11 ^a	Faible
Benzènesulfonhydrazide	8,4	8	Nulle
Peroxybenzoate de tert-butyle	9,1	32 ^a	Significative
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	7,2	28 ^a	Significative
Acide 3-chloroperoxybenzoïque, pas plus de 86 % avec de l'acide 3-chlorobenzoïque	7,1	42 ^a	Significative
Hydroperoxyde de cumyle, 84,1 % avec cumène	9,3	10	Faible
Peroxyde(s) de cyclohexanone	6,4	50 ^a	Significative
Peroxyde de dibenzoyl	8,0	31 ^a	Significative
Peroxyde de dibenzoyl, 75 % avec de l'eau	8,0	21 ^a	Faible
Peroxyde de di-tert-butyle	7,2	28 ^a	Significative
Peroxydicarbonate de dicétyl	7,3	5 ^a	Nulle
Peroxyde de dicumyle	6,9	12 ^a	Faible
Peroxydicarbonate de diisopropyle	7,8	78 ^a	Significative
Peroxyde de dilauroyle	8,0	11 ^a	Faible
Peroxydicarbonate de dimyristyle	7,4	11	Faible
Peroxydicarbonate de dimyristyle, 42 %, dispersion stable dans l'eau	7,8	5 ^a	Nulle
N,N'-Dinitrosopentaméthylènetétramine		147 ^a	Significative
N,N'-Dinitrosopentaméthylènetétramine 80 %, avec 17 % de solide inorganique et 3 % d'huile minérale	10,2	7 ^b	Nulle
Acide diperoxy isophthalique	8,7	144	Significative
4-Nitrosophénol	7,3	11	Faible
Acide borique		0	
Phtalate de diméthyle		5	
Eau		6	

^a Déterminé avec des échantillons de 11 cm³ et une capsule détonante un peu plus forte avec un tube en cuivre d'un diamètre externe de 6,85 mm et longueur de 45 mm, avec fond plat contenant 0,5 g de penthrite avec 10 % de cire, 0,2 g de tetryle et 0,5 g de fulminate de mercure comme charge explosive, le tout soumis à une pression de 400 bar.

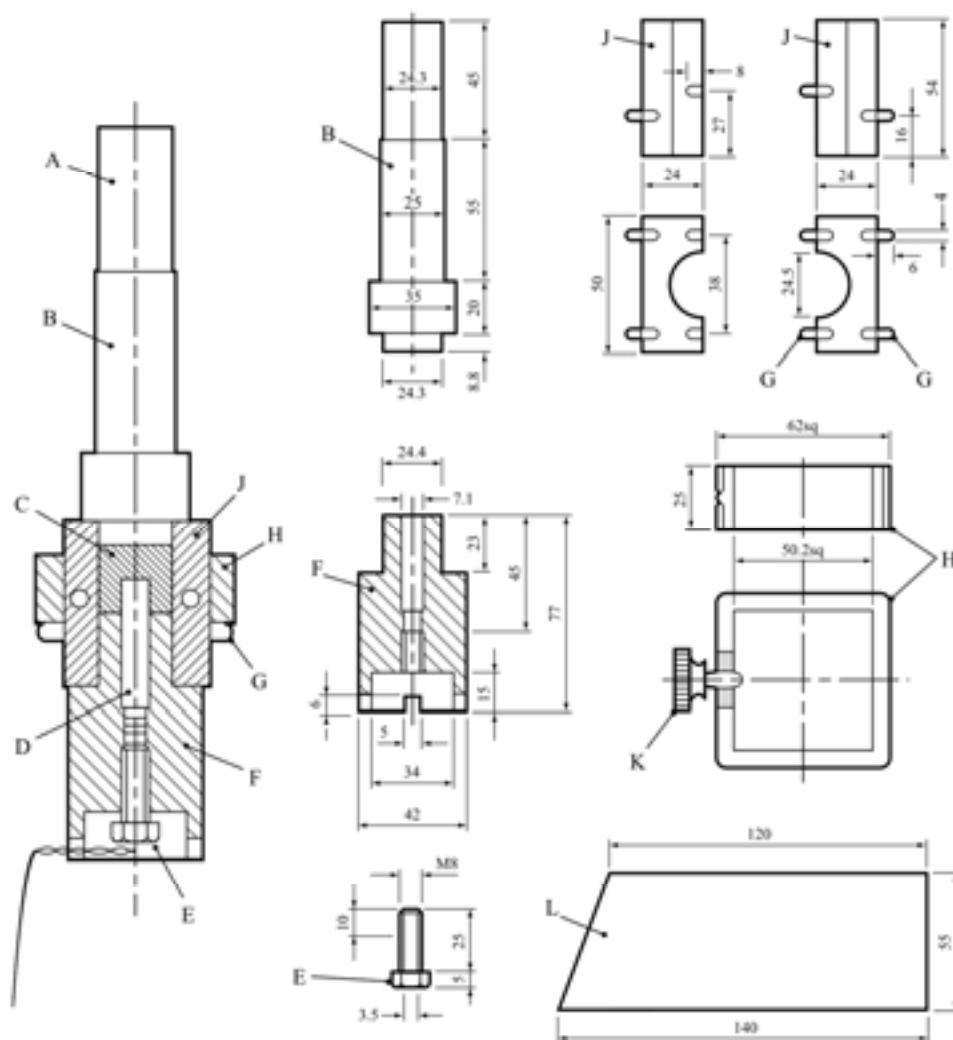
^b L'amorçage avec 3 détonateurs donne 123 cm³ pour 10 g, réponse : significative.

Figure 26.4.3.1 : Épreuve de Trauzl (BAM)



-
- (A) Fils du détonateur
 - (B) Bourrage de sable sec
 - (C) Détonateur européen normalisé
 - (D) Échantillon
-

Figure 26.4.3.2 : Dispositif pour la préparation des charges (de 10 cm³ de volume, de diamètre 24,55 mm et de hauteur 22,2 mm) pour l'épreuve de Trauzl (BAM)



(A)	Extrémité du piston pour préparer le tube de feuille d'étain	(B)	Piston
(C)	Échantillon	(D)	Détonateur
(E)	Vis de réglage (perçage axial 3,5 mm, largeur de la fente 1 mm, longueur 100 mm)	(F)	Embase
(G)	Broches	(H)	Cadre de fixation
(J)	Matrice	(K)	Vis moletée
(L)	Feuille d'étain		

26.4.4 *Épreuve F.4 : Épreuve de Trauzl modifiée*

26.4.4.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. Celle-ci, confinée dans un trou foré dans un bloc de plomb, est soumise à l'action d'un détonateur. La puissance explosive est exprimée en fonction de l'accroissement moyen du volume de la cavité dans le bloc de plomb. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1

26.4.4.2 *Appareillage et matériels*

Le bloc de plomb est usiné dans un barreau extrudé ou moulé de plomb de 50 ± 1 mm de diamètre, long de 70 mm, pourvu d'une cavité mesurant 25,4 mm de diamètre et 57,2 mm de long (figure 26.4.4.1). La cavité est faite avec un foret normalisé à pointe plate, pour éviter la perforation du bloc. On utilise un détonateur normalisé No 8 des États-Unis d'Amérique (voir appendice 1). Le montage A est utilisé pour les liquides, le montage B pour les matières solides (figure 26.4.4.2). Le récipient à échantillon utilisé pour le montage A est un flacon du commerce de 12 ml, mesurant 21 mm de diamètre extérieur. Le récipient à échantillon utilisé avec le montage B est un flacon du commerce de 16 ml, mesurant 24,9 mm de diamètre extérieur. Les bouchons en polyéthylène sont ceux qui sont fournis de série avec les flacons. Le tube en verre servant à positionner le détonateur dans les montages A et B est un tube de culture en pyrex. Il a un diamètre extérieur de 10 mm et mesure 75 mm de long. Un trou de 10 mm de diamètre percé au centre du bouchon de polyéthylène maintient le tube fermement. Deux joints toriques en caoutchouc (diamètre intérieur 16,5 mm, section 2,5 mm) servent à centrer le flacon dans la cavité du bloc, dans le montage A.

26.4.4.3 *Mode opératoire*

Un échantillon de 6,0 g de matière est placé dans le flacon à échantillon, qui est ensuite assemblé et introduit dans le bloc de plomb. Celui-ci est alors posé sur une surface bien ferme dans un local protégé, le détonateur est inséré dans le tube et mis à feu après qu'on a évacué le local. Le volume de la cavité du bloc de plomb est mesuré avec l'eau, à 0,2 ml près, avant et après l'essai. On procède à trois essais pour chaque matière et la matière inerte de référence, avec le même montage.

26.4.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

26.4.4.4.1 La puissance explosive de l'échantillon est exprimée en fonction de l'accroissement moyen de la cavité du bloc de plomb par rapport à la dilatation due à la matière témoin inerte.

26.4.4.4.2 Critères d'évaluation des résultats

La réponse est :

- « Réaction significative » : Si la dilatation moyenne du bloc est égale ou supérieure à 12 cm^3 .
- « Réaction faible » : Si la dilatation moyenne du bloc est inférieure à 12 cm^3 mais supérieure à 3 cm^3 .
- « Réaction nulle » : Si la dilatation moyenne du bloc est égale ou inférieure à 3 cm^3 .

26.4.4.5 Exemples de résultats

Matière	Dilatation moyenne (cm³)	Réponse
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	18	Significative
Azo-2,2' bis (méthyl-2 butyronitrile)	14	Significative
Hydroperoxyde de tert-butyle, à 72 % au plus avec de l'eau	7	Faible
Peroxyacétate de tert-butyle, à 75 % en solution	25	Significative
Peroxybenzoate de tert-butyle	19	Significative
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	10	Faible
Hydroperoxyde de cumyle, à 85 % avec du cumène	5	Faible
Peroxyde de dibenzoyl	16	Significative
Peroxyde de di-tert-butyle	12	Significative
Peroxydicarbonate de bis(sec-butyle)	23 ^a	Significative
Peroxydicarbonate de diisopropyle	45 ^a	Significative
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	31	Significative
Diméthyl-2,5 bis(benzoylperoxy)-2,5 hexane	9	Faible
Peroxydicarbonate de di-n-propyle	32 ^a	Significative
Dilatation mesurée avec des matières de référence inertes dans le montage A		
Air	6	
Phtalate de diméthyle	10	
Alcool dénaturé	10,5	
Pâte constituée de 60 % de CaCO ₃ et 40 % de phtalate de diméthyle	8	
Eau	10	
Dilatation mesurée avec des matières de référence inertes dans le montage B		
Air	5,5	
Acide benzoïque	7	
Carbonate de calcium (poudre)	5	
Argile kaolin	6	

^a Exécuté à la température ambiante.

Figure 26.4.4.1 : Bloc pour épreuve de Trauzl modifiée

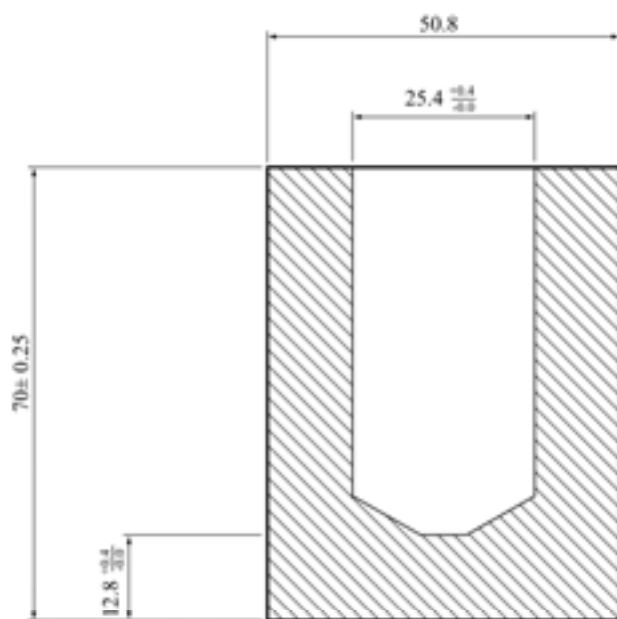
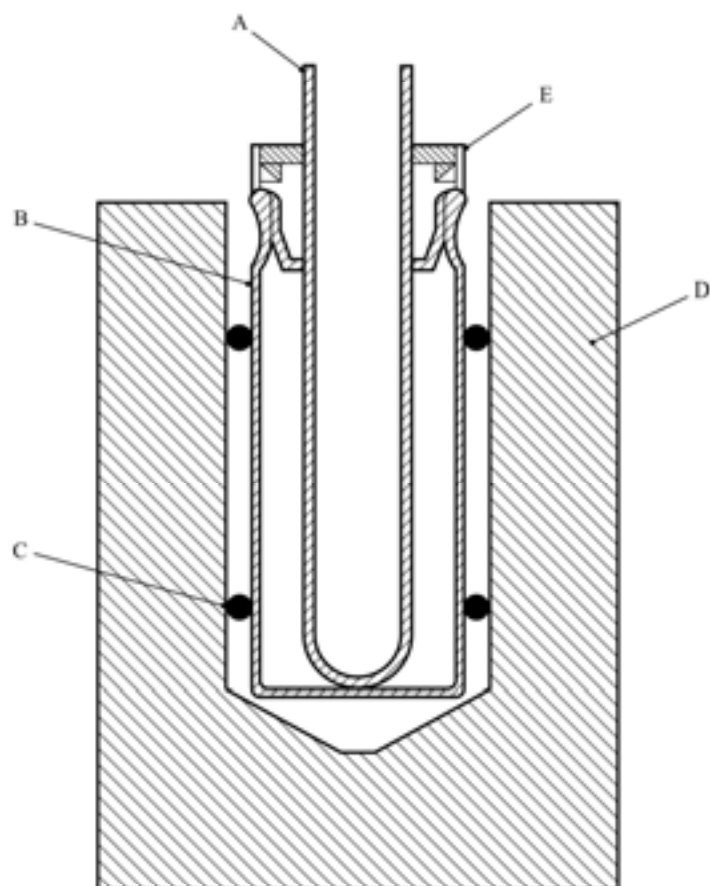


Figure 26.4.4.2 : Montages A et B



-
- (A) Tube en verre
 - (B) Flacon en verre (12 ml montage A, 16 ml montage B)
 - (C) Joint torique (seulement montage A)
 - (D) Bloc de plomb
 - (E) Bouchon
-

SECTION 27

ÉPREUVES DE LA SÉRIE G

27.1 Introduction

27.1.1 La série d'épreuves G comprend des essais et des critères relatifs à l'explosion sous l'effet de la chaleur d'une matière telle qu'elle est emballée ; elle permet de répondre à la question de la case 10 de la figure 20.1. L'épreuve n'est nécessaire que pour les matières qui ont présenté un effet violent pendant les essais de chauffage sous un confinement défini (série d'épreuves E).

27.2 Méthodes d'épreuve

27.2.1 À la question « Peut-il exploser tel qu'emballé ? » (case 10 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats des épreuves indiqués au tableau 27.1.

Tableau 27.1: Méthodes d'épreuve pour la série d'épreuves G

Code	Nom de l'épreuve	Section
G.1	Épreuve d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis ^a	27.4.1
G.2	Épreuve de décomposition accélérée dans un colis	27.4.2

^a *Épreuve recommandée.*

27.2.2 Ces deux épreuves sont considérées comme équivalentes pour toutes les matières à l'exception des matières solides humidifiées à l'eau. Pour ces dernières, les résultats de l'épreuve G.1 auront la priorité sur ceux de l'épreuve G.2.

27.3 Conditions d'épreuve

27.3.1 La série d'épreuves G s'applique aux matières en colis (ne dépassant pas 50 kg), dans l'état et la forme dans lesquels elles sont préparées pour la classification.

27.3.2 *La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).*

27.4 Série G : Dispositions d'épreuve

27.4.1 *Épreuve G.1 : Épreuve d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis*

27.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la possibilité d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis. Elle permet de répondre à la question de la case 10 de la figure 20.1.

27.4.1.2 *Appareillage et matériels*

27.4.1.2.1 Un emballage (ne dépassant pas le volume nécessaire pour 50 kg de matière), la matière, un dispositif de chauffage approprié (par exemple, 2 kW pour 25 kg de matière) et un appareil à mesurer la température.

27.4.1.3 *Mode opératoire*

Cette épreuve est exécutée sur des matières emballées dans l'état et la forme dans lesquels elles sont présentées pour la classification. La méthode pour obtenir l'explosion sous l'effet de la chaleur consiste à chauffer la matière de façon aussi homogène que possible à l'aide d'un serpentin de chauffage électrique placé

à l'intérieur du colis. La température superficielle du serpentin chauffant ne doit pas être élevée au point de provoquer une inflammation prématurée de la matière. Il sera parfois nécessaire d'utiliser plus d'un serpentin chauffant. Le colis doit être installé sur un support, le maintenant dressé. Le chauffage est branché et la température de la matière est enregistrée en continu, la vitesse de montée en température doit être d'environ 60 °C/h. La différence de température entre le haut et le bas du colis doit être aussi petite que possible. **Il est prudent de prévoir un système de destruction à distance du colis en cas d'avarie du chauffage.** L'épreuve est exécutée deux fois sauf si une explosion se produit au premier essai.

27.4.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

27.4.1.4.1 On observe les signes d'explosion par fragmentation du colis soumis à l'épreuve. Les résultats obtenus sont valables seulement pour le colis éprouvé.

27.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats

« Oui » : Une fragmentation de l'emballage intérieur et/ou extérieur en plus de trois morceaux (à l'exclusion des parties supérieures et inférieures de l'emballage) indique que la matière éprouvée peut provoquer l'explosion de ce colis ;

« Non » : L'absence de fragmentation ou une fragmentation en trois morceaux ou moins indique que la matière éprouvée n'explose pas dans le colis.

27.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Emballage	Nombre de fragments ^a	Résultat
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	4G, 30 kg	N.F.	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	1B1, 25 litres	> 30	Oui
Peroxybenzoate de tert-butyle	6HG2, 30 litres	N.F.	Non
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	1B1, 25 litres	> 5	Oui
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	6HG2, 30 litres	N.F.	Non
Carbonate d'isopropyle et de peroxy tert-butyle	1B1, 25 litres	> 80	Oui
Carbonate d'isopropyle et de peroxy tert-butyle	6HG2, 30 litres	> 20	Oui
Peroxy-pivalate de tert-butyle à 75 % en solution	6HG2, 30 litres	N.F.	Non
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	4G, 25 kg	N.F.	Non
Bis(tert-butylperoxy)-2,2 butane à 50 % en solution	3H1, 25 litres	N.F.	Non
Bis(tert-butylperoxy)-2,2 butane à 50 % en solution	6HG2, 30 litres	N.F.	Non

^a NF = non fragmenté.

27.4.2 *Épreuve G.2 : Épreuve de décomposition accélérée dans un colis*

27.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la possibilité d'une explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis. Elle permet de répondre à la question de la case 10 de la figure 20.1.

27.4.2.2 *Appareillage et matériels*

L'appareillage nécessaire pour cette épreuve (figure 27.4.2.1) est une chambre d'épreuve du type couramment utilisé pour déterminer la TDAA et correspond à la description de l'épreuve H.1 de la section 28.

27.4.2.3 *Mode opératoire*

L'épreuve est exécutée comme indiqué dans l'épreuve H.1 de la section 28. La température de la chambre d'épreuve peut être approximativement de 10 °C au-dessus de la TDAA, si cette dernière est connue. La chambre d'épreuve pour la TDAA est conçue de façon à éliminer rapidement toute surpression importante qui serait produite pendant la décomposition d'un échantillon. Les couvercles de la chambre d'essai sont simplement posés et ne tiennent en place que par la force de gravité.

27.4.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

27.4.2.4.1 L'état de l'échantillon, de l'emballage, de la chambre d'épreuve et de l'environnement immédiat offrent une excellente mesure de la réaction de décomposition du produit/colis dans la configuration soumise à l'épreuve.

27.4.2.4.2 Les critères d'épreuve sont donnés par l'état de la chambre d'épreuve, du colis et l'éventualité d'une explosion ; ils sont les suivants :

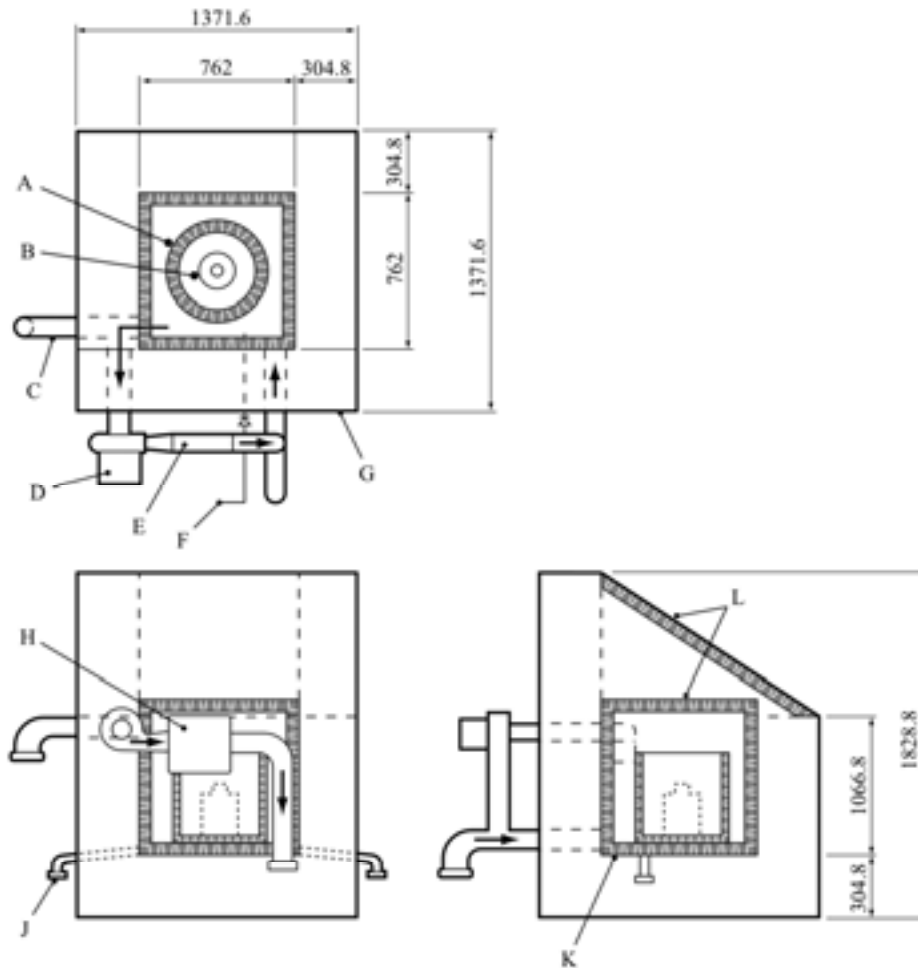
« Oui » : Dislocation importante de l'intérieur de la chambre d'épreuve. Le couvercle extérieur a parfois été expulsé et projeté à au moins deux mètres de distance - indice d'une pression interne appréciable. L'emballage a été gravement endommagé et s'est brisé en au moins trois fragments.

« Non » : Dislocation légère à nulle de la chambre d'épreuve. Son couvercle extérieur a éventuellement été soulevé mais non projeté à plus de deux mètres. Le colis est souvent disloqué et endommagé, par exemple : bouteille fendue ou carton déchiré.

27.4.2.5 *Exemples de résultats*

Matière	Colis	Résultat
Peroxyacétate de tert-butyle (75 % en solution)	6HG2, 20 litres	Oui
Peroxybenzoate de tert-butyle	6HG2, 20 litres	Non
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	6HG2, 20 litres	Non
Carbonate d'isopropyle et de peroxy tert-butyle (75 % en solution)	6HG2, 20 litres	Non
Peroxyphthalate de tert-butyle (75 % en solution)	6HG2, 20 litres	Non
Peroxyde de dibenzoyl	4G, 0.454 kg	Oui
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	6HG2, 20 litres	Oui

Figure 27.4.2.1 : Épreuve de décomposition accélérée dans un colis



(A)	Réceptif d'épreuve	(B)	Emballage d'épreuve
(C)	Conduit d'air	(D)	Ventilateur
(E)	Air à chaud	(F)	Dioxyde de carbone
(G)	Cadre	(H)	Chauffage
(J)	Tuyauteries avec capsules	(K)	Isolation
(L)	Couvercles isolés		

SECTION 28

ÉPREUVES DE LA SÉRIE H

28.1 Introduction

Cette série d'épreuves comprend des méthodes permettant de déterminer la TDAA (température de décomposition auto-accélérée ou point de décomposition exothermique) et la TPAA (température de polymérisation auto-accélérée). La TDAA est définie comme la température minimale à laquelle la décomposition auto-accélérée d'une matière peut se produire dans l'emballage utilisé. La TPAA est définie comme la température minimale à laquelle la polymérisation auto-accélérée d'une matière peut se produire dans l'emballage. La TDAA et la TPAA sont des mesures de l'effet combiné de la température ambiante, de la cinétique de la réaction, des dimensions du colis et des propriétés de transfert de la chaleur, de la matière et de son emballage. Pour faciliter l'interprétation des résultats, il est possible d'utiliser des modèles dans lesquels la principale résistance au transfert de chaleur est la suivante :

- À la périphérie, c'est-à-dire au niveau de l'emballage (modèle de Semenov) ;
- À l'intérieur de la matière (modèle de Frank-Kamenetskii) ; ou
- Effet combiné de ces deux modèles (modèle de Thomas).

Ce texte devrait être utilisé conjointement avec les prescriptions applicables à la régulation de la température qui figurent à la sous-section 2.5.3.4 du Règlement type.

Références : *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 Méthodes d'épreuve

28.2.1 La série H comprend des épreuves et des critères concernant la stabilité thermique des matières ou relatifs aux résultats permettant de déterminer si une matière répond à la définition d'une matière autoréactive ou d'une matière qui polymérise.

28.2.2 Chaque épreuve comporte soit le stockage à une température externe constante et l'observation de toute réaction se produisant, soit le stockage dans des conditions quasi-adiabatiques et la mesure du taux de dégagement de chaleur en fonction de la température. Le tableau 28.1 présente les méthodes d'épreuve de la série H. Chacune des méthodes énumérées est utilisable pour les matières solides, les liquides, les matières pâteuses et les dispersions.

Tableau 28.1: Méthodes d'épreuve de la série H

Code	Nom de l'épreuve	Section
H.1	Épreuve TDAA des États-Unis ^a	28.4.1
H.2	Épreuve de stockage adiabatique (ESA) ^b	28.4.2
H.3	Épreuve de stockage isotherme (ESI)	28.4.3
H.4	Épreuve de stockage avec accumulation de chaleur ^c	28.4.4

^a Épreuve recommandée pour les matières placées dans des emballages.

^b Épreuve recommandée pour les matières placées dans des emballages, en GRV ou en citernes.

^c Épreuve recommandée pour les matières placées dans des emballages, en GRV ou en petites citernes.

La liste d'épreuves n'est pas exhaustive ; on peut utiliser d'autres épreuves à condition que leurs résultats donnent la TDAA ou la TPAA correcte de la matière telle qu'emballée.

28.2.3 Lorsqu'une régulation de température est nécessaire (voir tableau 28.2), la température de régulation et la température critique doivent être déduites de la TDAA ou de la TPAA à l'aide du tableau 28.3.

Tableau 28.2 : Critères pour la régulation de température

Type de matière	Critères pour la régulation de température
Matières autoréactives	TDAA \leq 55 °C
Peroxyde organique de type B et C	TDAA \leq 50 °C
Peroxyde organique de type D ayant un effet modéré lors de chauffage sous confinement ^a	TDAA \leq 50 °C
Peroxydes organiques de type D ayant peu ou pas d'effet lors de chauffage sous confinement ^a	TDAA \leq 45 °C
Peroxydes organiques de types E et F	TDAA \leq 45 °C
Matière qui polymérise dans un emballage ou un GRV	TPAA \leq 50 °C
Matière qui polymérise dans une citerne mobile	TPAA \leq 45 °C

^a *Tel que déterminé par les épreuves de la série E prescrites dans la partie II du présent Manuel.*

Tableau 28.3: Détermination de la température de régulation et de la température critique

Type de récipient	TDAA/TPAA ^a	Température de régulation	Température critique
Emballages individuels et GRV	\leq 20 °C	20 °C au-dessous de la TDAA/TPAA	10 °C au-dessous de la TDAA/TPAA
	$>$ 20 °C \leq 35 °C	15 °C au-dessous de la TDAA/TPAA	10 °C au-dessous de la TDAA/TPAA
	$>$ 35 °C	10 °C au-dessous de la TDAA/TPAA	5 °C au-dessous de la TDAA/TPAA
Portable tanks	\leq 45 °C	10 °C au-dessous de la TDAA/TPAA	5 °C au-dessous de la TDAA/TPAA

^a *On entend par là, la température de décomposition exothermique ou de polymérisation dans l'emballage utilisé.*

28.2.4 Quand on soumet à épreuve une matière pour déterminer s'il s'agit d'une matière autoréactive, il faut exécuter une épreuve de la série H afin de déterminer si sa TDAA serait égale ou inférieure à 75 °C en cas d'emballage dans un colis de 50 kg.

28.2.5 Quand on soumet à épreuve une matière pour déterminer s'il s'agit d'une matière qui polymérise, il faut exécuter une épreuve de la série H, ou une autre méthode appropriée, afin de déterminer si sa TPAA serait égale ou inférieure à 75 °C dans son emballage, son GRV ou sa citerne mobile.

28.2.6 Normalement, les résultats obtenus pour les grands colis du commerce s'appliquent aux emballages plus petits de conception et de construction similaires à condition que le transfert de chaleur par unité de masse ne soit pas inférieur à celui correspondant au plus grand colis.

28.3 Conditions d'épreuve

28.3.1 Pour les peroxydes organiques et les matières autoréactives, la procédure préliminaire (voir section 20.3) doit être appliquée et l'effet du chauffage sous confinement (série d'épreuves E) est à déterminer avant d'exécuter les épreuves de TDAA. ***Des précautions de sécurité sont à prendre en prévision du risque d'une défaillance catastrophique du récipient d'épreuve et du danger découlant de l'inflammation des mélanges combustible secondaire-air ainsi que du dégagement de produits de combustion toxiques. Les matières susceptibles de détoner ne doivent être éprouvées qu'avec des précautions spéciales.***

28.3.2 L'épreuve choisie doit être exécutée d'une manière qui soit représentative du colis, aussi bien par la dimension que par le matériau qui le constitue. Pour des emballages métalliques, des GRV ou des citernes, il pourrait être nécessaire d'inclure une quantité représentative du métal de l'échantillon mis à l'épreuve, c'est-à-dire représentative du ou des métaux et de la surface de contact.

28.3.3 ***Un soin particulier devrait être pris dans le cas d'échantillons qui ont été mis à l'épreuve depuis que pourraient être intervenus des changements de nature à rendre la matière plus instable et plus vulnérable. Les échantillons mis à l'épreuve doivent être détruits aussi rapidement que possible après l'épreuve.***

28.3.4 Les échantillons qui ont été mis à l'épreuve à une température déterminée et sont en apparence intacts peuvent être utilisés à nouveau uniquement à des fins de sélection à condition qu'il en soit pris un soin particulier. De nouveaux échantillons doivent être utilisés pour déterminer la TDAA ou la TPAA avec précision.

28.3.5 Si l'épreuve ne porte pas sur le colis complet, les données relatives aux pertes de chaleur utilisées pour déterminer la TDAA ou la TPAA doivent être représentatives du colis, du GRV ou de la citerne. La perte de chaleur par unité de masse de colis, de GRV ou de citerne peut être déterminée par le calcul (en fonction de la quantité de matière, des dimensions du colis, du transfert de chaleur dans la matière et du transfert de chaleur à travers l'emballage vers l'environnement) ou en mesurant le temps de demi-refroidissement du colis rempli de la matière à éprouver ou d'une autre matière douée de propriétés physiques comparables. La perte de chaleur par unité de masse, L (W/kg.K), peut être calculée d'après le temps de demi-refroidissement, $t_{1/2}$ (s), et la chaleur spécifique, C_p (J/kg.K), de la matière, au moyen de la relation :

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

28.3.6 Le temps de demi-refroidissement peut être déterminé en mesurant le temps qui s'écoule pour que l'écart de température entre l'échantillon et son environnement diminue de moitié. Par exemple, pour les liquides, l'emballage peut être rempli au moyen d'huile silicone, de densité apparente égale à $0,96 \pm 0,02$ à 20°C et de capacité thermique égale à $1,46 \pm 0,02$ J/g à 25°C ou de phtalate de diméthyle chauffé à environ 80°C . Il ne faut pas utiliser de l'eau car des résultats irréguliers peuvent être obtenus par évaporation/condensation. La chute de température est mesurée au centre du colis pour toute la gamme de températures qui comprend la TDAA ou la TPAA escomptée. Pour établir une échelle, il pourrait être nécessaire de mesurer en continu la température de la matière et du voisinage avant d'utiliser une régression linéaire pour calculer les coefficients de l'équation ci-après :

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

dans laquelle : T = température de la matière ($^\circ\text{C}$) ;
 T_a = température ambiante ($^\circ\text{C}$) ;
 c_0 = $\ln \{\text{température initiale de la matière} - \text{température ambiante initiale}\}$; et
 c = L/C_p ;
 t = temps (s).

28.3.7 Le tableau 28.4 contient des exemples des caractéristiques de perte de chaleur pour certains colis types. La valeur réelle obtenue dépend de la forme, de l'épaisseur, du revêtement de surface, etc. de l'emballage.

Tableau 28.4 : Perte de chaleur par unité de masse des colis, grv et citernes

Type de récipient	Capacité nominale (en litres)	Remplissage	Perte de chaleur par unité de masse, L (mW/K.kg)
Pour les liquides :			
1A1	50	47,5 kg DMP ^a	63
1H1	50	47,5 kg DMP ^a	94
1H1	200	200 kg water	56
3H1 (noir)	60	47,5 kg DMP ^a	105
6HG2	30	35,0 kg DMP ^a	69
IBC 31 HA1	500	500 kg eau	51
Citerne	3 400	3 400 kg eau	18 ^b
Conteneur-citerne (calorifugé)	20 000	14 150 kg isododecane	1,7
Pour les matières solides :			
1G	38	28,0 kg DCHP ^c	35
1G	50	37,0 kg DCHP ^c	29
1G	110	85,0 kg DCHP ^c	22
4G	50	32,0 kg DCHP ^c	27

^a DMP = *Phtalate de diméthyle*.

^b Chiffre calculé en utilisant un coefficient de transfert de chaleur de 5 W/m².K.

^c *Phtalate de dicyclohexyle (solide)*.

28.4 Série H : Dispositions d'épreuve

28.4.1 Épreuve H.1 : Épreuve TDAA des États-Unis

28.4.1.1 Introduction

Cette méthode vise à déterminer la température constante minimale de l'air ambiant à laquelle la décomposition auto-accélérée d'une matière se produit dans un colis donné. La méthode est applicable aux colis d'une contenance jusqu'à 225 litres. Une indication du danger d'explosion par suite de la décomposition ou de la polymérisation peut aussi être obtenue.

28.4.1.2 Appareillage et matériels

28.4.1.2.1 La matière et l'emballage soumis à l'épreuve doivent être représentatifs de ceux destinés à un usage commercial. L'emballage constitue un élément essentiel de l'épreuve.

28.4.1.2.2 L'appareillage est constitué par une chambre d'épreuve pourvue de dispositifs permettant de maintenir une température uniforme de l'air ambiant autour du colis soumis à l'épreuve pendant une durée de 10 jours au moins.

28.4.1.2.3 La construction de la chambre d'épreuve doit être telle que :

- a) Son isolation soit efficace ;
- b) Une circulation d'air réglée par thermostat soit assurée afin de maintenir l'uniformité de la température de l'air à ± 2 °C de la température voulue ; et
- c) La distance minimale entre les côtés de l'emballage et la paroi soit de 100 mm.

On peut utiliser tout type d'étuve, à condition que celle-ci puisse répondre aux critères de régulation de la température et ne provoque pas l'inflammation des produits de décomposition éventuels. Les paragraphes 28.4.1.2.4 et 28.4.1.2.5 donnent des exemples d'étuve convenant, respectivement, aux petits colis et aux grands colis.

28.4.1.2.4 On peut construire une étuve pour petits colis à partir d'un fût en acier de 220 litres à dessus amovible. On peut y loger sans difficulté des colis d'un volume jusqu'à 25 litres. La figure 28.4.1.1 donne le schéma détaillé de ce modèle. Des emballages plus grands peuvent y être essayés, à condition qu'il subsiste un espace de 100 mm entre le colis et la paroi de l'étuve.

28.4.1.2.5 Pour les grands colis on peut construire une étuve consommable faite d'un bâti cubique de 1,2 m de côté en bois de 50 × 100 mm de section. On revêt ce bâti à l'intérieur et à l'extérieur de contreplaqué imperméable de 6 mm d'épaisseur et, sur toute la surface extérieure, d'un tapis de laine de verre de 100 mm d'épaisseur. La figure 28.4.1.2 en donne le schéma de construction. Une des parois est montée sur charnières pour permettre le chargement et le déchargement des fûts soumis à l'épreuve. Sur le fond, des bois de 50 × 100 mm sont posés sur tranche, à 200 mm d'entraxe, pour maintenir le récipient soumis à l'épreuve au-dessus du fond et permettre ainsi une circulation d'air entre les deux. Les tasseaux sont orientés perpendiculairement à la porte pour permettre la manutention des fûts par chariots à fourche. Le ventilateur de circulation de l'air doit être installé sur la paroi opposée à la porte. L'aspiration doit se faire dans un des angles supérieurs de l'étuve et le refoulement dans l'angle diagonalement opposé. Un dispositif de chauffage électrique de 2,5 kW suffit pour le chauffage de l'air. Des thermocouples doivent être installés dans la conduite d'aspiration et la conduite de retour d'air ainsi qu'en haut, au centre et en bas de l'étuve. Pour les matières dont la TDAA ou la TPAA est inférieure à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée dans une chambre de refroidissement ou de l'anhydride carbonique solide doit être utilisée pour refroidir l'étuve.

28.4.1.2.6 Le colis peut être pourvu d'un conduit thermique qui positionne le thermocouple en son point central. Le conduit thermique peut être fait en verre, en acier inoxydable ou en tout autre matériau, mais son introduction ne doit pas réduire la résistance du colis ou l'aptitude de ventilation.

28.4.1.2.7 Il est nécessaire de prévoir le matériel voulu pour mesurer et enregistrer en continu la température, en veillant à le protéger des dangers d'incendie et d'explosion.

28.4.1.2.8 *Les épreuves doivent être exécutées dans un endroit qui offre une protection suffisante contre les dangers d'incendie et d'explosion, ainsi que contre les fumées toxiques. Une distance de sécurité par rapport à la voie publique et aux bâtiments occupés, par exemple 90 m, est recommandée. En cas de fumées toxiques, de plus grandes distances de sécurité peuvent être exigées.*

28.4.1.3 *Mode opératoire*

28.4.1.3.1 Le colis est pesé. Un thermocouple est inséré dans le colis soumis à l'épreuve de manière telle qu'on puisse suivre la température au centre de l'échantillon. Si l'étuve doit être à une température inférieure à la température ambiante, mettre l'étuve en marche et refroidir l'intérieur de l'étuve jusqu'à la température voulue avant d'introduire le colis dans l'étuve. Si la température de l'étuve doit être égale ou supérieure à la température ambiante, l'étuve est mise en marche après y avoir introduit le colis, à la température ambiante. Il doit y avoir une distance minimale de 100 mm entre le colis et les côtés de l'étuve.

28.4.1.3.2 L'échantillon est chauffé et les températures de l'échantillon et de la chambre d'épreuve sont contrôlées en permanence. Le moment auquel la température de l'échantillon atteint une température de 2 °C en dessous de la température de la chambre d'épreuve est noté. L'épreuve est alors poursuivie pendant sept jours ou jusqu'à ce que la température de l'échantillon dépasse de 6 °C ou plus la température de la chambre d'épreuve si ce dépassement de température survient plus tôt. Noter le temps qu'il a fallu pour que l'échantillon passe de la température de 2 °C en dessous de la température de la chambre d'épreuve à sa température maximale.

28.4.1.3.3 À la fin de l'épreuve, refroidir l'échantillon et l'extraire de la chambre d'épreuve. Noter la variation de la température avec le temps. Si le colis est intact, noter la perte de masse en pourcentage et déterminer tout changement de composition. Éliminer l'échantillon le plus tôt possible.

28.4.1.3.4 Si la température de l'échantillon ne dépasse pas la température du four de 6 °C ou plus, répéter l'épreuve à une température plus élevée de 5 °C. La TDAA ou la TPAA est définie comme la température la plus basse de l'étuve à laquelle la température de l'échantillon dépasse la température de l'étuve de 6 °C ou plus. Quand l'épreuve vise à établir si la matière doit faire l'objet d'une régulation de température, exécuter un nombre suffisant d'épreuves pour déterminer la TDAA ou la TPAA au multiple de 5 °C le plus proche ou pour constater si la TDAA ou la TPAA est égale ou supérieure à 60 °C. Quand l'épreuve a pour but de vérifier si la matière répond au critère TDAA d'une matière autoréactive, exécuter suffisamment d'épreuves pour déterminer si la TDAA pour un colis de 50 kg est égale ou inférieure à 75 °C. Quand l'épreuve a pour but de vérifier si la matière répond au critère TPAA d'une matière qui polymérise, exécuter suffisamment d'épreuves pour déterminer si la TPAA dans l'emballage utilisé est égale ou inférieure à 75 °C.

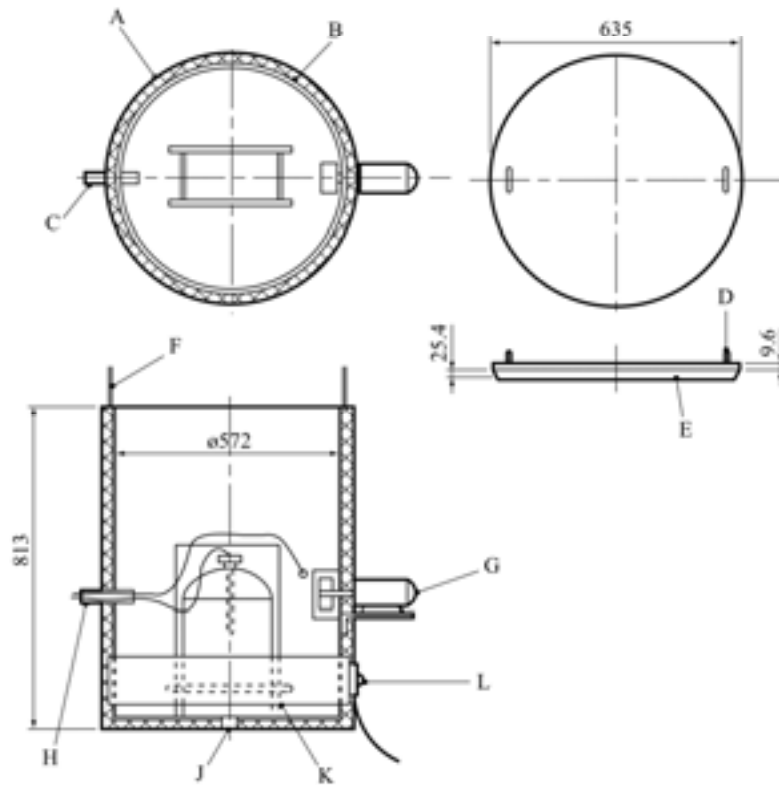
28.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

28.4.1.4.1 La TDAA ou la TPAA à retenir est la température la plus basse à laquelle l'échantillon dépasse la température de l'étuve de 6 °C ou plus. Si la température de l'échantillon ne dépasse dans aucun essai la température de l'étuve de 6 °C ou plus, on considère que la TDAA ou la TPAA est supérieure à la température la plus élevée utilisée dans l'étuve.

28.4.1.5 *Exemples de résultats*

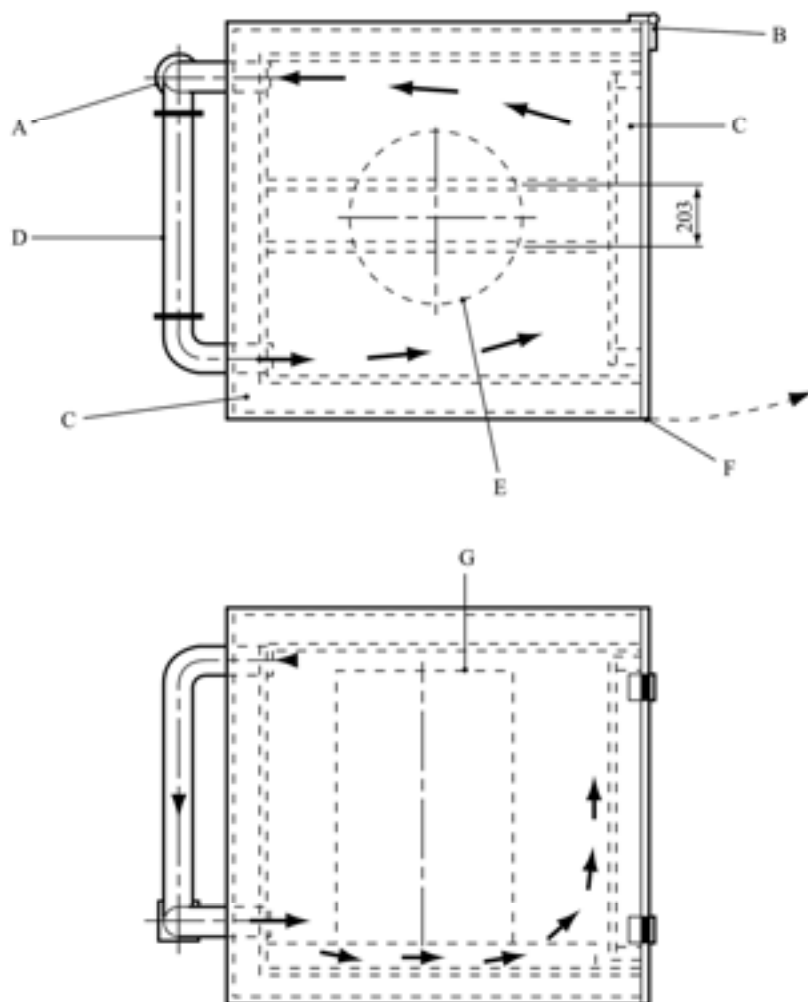
Matière	Masse de l'échantillon (kg)	Emballage	TDAA/TPAA (°C)
Peroxybenzoate de tert-amyle	18.2	6HG2, 22.8 litres	65
Peroxyacétate de tert-butyle (à 60 %)	7.2	6HG2, 22.8 litres	75
Peroxyde de dibenzoyle	0.45	1G	70
Peroxydicarbonate de bis (tert-butyl-4 cyclohexyle)	43	1G	40
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium (à 66 %)	30	1G, 50 litres	50
Chlorure double de zinc et de (N-éthoxycarbonyl-N-phénylamino)-2 méthoxy-3 (N-méthyl-N-cyclohexylamino)-4 benzènediazonium (à 62 %)	10	6HG1, 25 litres	50

Figure 28.4.1.1 : Étuve pour petit colis



(A)	Isolation de 25 mm	(B)	Fût de 220 litres à ouverture totale
(C)	Tuyau de 19 mm	(D)	Boulon de 9,6 mm à clavette, sur le couvercle en acier
(E)	Isolation du couvercle en acier	(F)	Câble de 3 mm
(G)	Ventilateur	(H)	Thermocouples et câbles de commande
(J)	Orifice d'écoulement	(K)	Embase de 25 mm
(L)	Chauffage du fût, 2 kW		

Figure 28.4.1.2 : Étuve pour grand colis (vue en plan et en élévation)



-
- | | | | |
|-----|-----------------------------------------------|-----|-------------------------|
| (A) | Ventilateur | (B) | Charnières (2) |
| (C) | Isolation | (D) | Dispositif de chauffage |
| (E) | Fût | (F) | Loquet |
| (G) | Fût (mesurant par exemple
0,58 m × 0,89 m) | | |
-

28.4.2 Épreuve H.2 : Épreuve de stockage adiabatique

28.4.2.1 Introduction

28.4.2.1.1 Cette méthode d'épreuve vise à déterminer le taux de production de chaleur par une matière sujette à réaction en fonction de la température. Les paramètres de la production de chaleur et les données sur le transfert de chaleur concernant le colis permettent de calculer la TDAA ou la TPAA d'une matière dans son emballage. Cette méthode convient pour n'importe quel type d'emballage, y compris les GRV et les citernes.

28.4.2.1.2 Des mesures peuvent être faites entre -20 °C et 220 °C . La plus faible augmentation de température détectable correspond à une production de chaleur de 15 mW/kg . La limite supérieure est déterminée par la capacité du serpentin refroidisseur de refroidir la matière en toute sécurité (jusqu'à 500 W/kg si l'on utilise l'eau comme agent de refroidissement). L'épreuve n'est pas parfaitement adiabatique, mais les pertes de chaleur représentent moins de 10 mW . L'erreur maximale est d'au moins 30% à 15 mW/kg et de 10% de 100 mW/kg à 10 W/kg .

28.4.2.1.3 Si le dispositif refroidisseur n'est mis en action qu'au stade où la production de chaleur dépasse sa capacité de refroidissement, il peut y avoir explosion. ***C'est pourquoi on doit choisir le lieu des épreuves avec soin pour réduire au minimum les dangers éventuels résultant d'une explosion, ainsi que ceux d'une explosion ultérieure de gaz des produits de décomposition (explosion secondaire).***

28.4.2.2 Appareillage et matériels

28.4.2.2.1 L'appareillage consiste en un vase de Dewar (1 ou 1,5 litre) pour contenir l'échantillon, une étuve avec système de réglage différentiel pour y maintenir la température à $0,1\text{ °C}$ près de celle de l'échantillon et un couvercle inerte pour le Dewar. Dans des cas spéciaux, on peut être amené à utiliser des porte-échantillons faits d'autres matériaux. Un serpentin chauffant et un tube de refroidissement inertes traversent le couvercle et plongent dans l'échantillon. Pour prévenir l'accroissement de pression dans le vase de Dewar, on munit celui-ci d'un tube capillaire en PTFE de 2 m de long, qui traverse le couvercle isolé. Un dispositif de chauffage à puissance constante est utilisé pour le chauffage interne de la matière jusqu'à une température préréglée, où à des fins d'étalonnage. Le chauffage et le refroidissement interne peuvent être arrêtés ou démarrés automatiquement, à des températures préréglées. Outre le système de refroidissement, on prévoit un dispositif de sécurité secondaire, qui coupe l'alimentation de l'étuve à une température préréglée. La figure 28.4.2.1 présente le schéma de l'appareil pour l'épreuve de stockage adiabatique.

28.4.2.2.2 La température de la matière est mesurée en son centre au moyen de thermocouples ou de capteurs à résistance en platine placés dans un tube en acier ou en verre. La température de l'air ambiant est mesurée à la même hauteur que la température de l'échantillon, également à l'aide de thermocouples ou de capteurs à résistance en platine. Un appareillage de mesure et d'enregistrement continu de la température est nécessaire pour l'observation des températures de la matière et de l'air dans l'étuve. Ce matériel doit être protégé du risque d'incendie et d'explosion. Pour les matières dont la TDAA ou la TPAA est inférieure à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée dans une chambre de refroidissement ou de l'anhydride carbonique solide doit être utilisé pour refroidir l'étuve.

28.4.2.3 Mode opératoire

28.4.2.3.1 Étalonnage

Procéder comme suit :

- a) Remplir le vase de Dewar de chlorure de sodium, d'huile silicone, de densité apparente égale à $0,96 \pm 0,02$ à 20 °C et de capacité thermique égale à $1,46 \pm 0,02\text{ J/g}$ à 25 °C ou d'une autre huile appropriée et le placer dans le porte-vase de l'étuve utilisée pour l'épreuve de stockage adiabatique ;
- b) Chauffer l'échantillon par paliers de 20 °C au moyen du chauffage interne à puissance connue et constante, par exemple $0,333\text{ W}$ ou $1,000\text{ W}$, et déterminer les pertes de chaleur à 40 °C , 60 °C , 80 °C et 100 °C ;

- c) Utiliser les données obtenues pour déterminer la capacité calorifique du vase de Dewar en suivant la méthode décrite au 28.4.2.4.

28.4.2.3.2 Épreuve

Procéder comme suit :

- a) Remplir le Dewar avec l'échantillon pesé, ajouter une quantité représentative de matériau d'emballage (s'il est métallique) et placer le vase dans le porte-vase de l'étuve utilisée pour l'épreuve ;
- b) Mettre en marche la mesure de la température et ensuite porter la température de l'échantillon, au moyen du chauffage interne, à une température préétablie à laquelle il peut y avoir un auto-échauffement détectable. L'élévation de la température, la durée de chauffage et la puissance de chauffage permettent de calculer la chaleur spécifique de la matière ;
- c) Arrêter le chauffage interne et observer la température. Si aucune augmentation de température par échauffement spontané n'est constatée dans un délai de 24 h, augmenter la température initiale de 5 °C. Répéter ces opérations jusqu'à ce qu'un auto-échauffement soit détecté ;
- d) Dès qu'un auto-échauffement est détecté, laisser l'échantillon s'échauffer dans des conditions adiabatiques jusqu'à une température préétablie où le taux de production de chaleur reste inférieur à la capacité de refroidissement, température à laquelle le refroidissement est enclenché ;
- e) Après refroidissement, déterminer la perte éventuelle de masse et, au besoin, le changement de composition.

28.4.2.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

28.4.2.4.1 Calculer le taux des pertes de chaleur A (en °C/h) du Dewar aux différentes températures utilisées lors de l'étalonnage. Établir un diagramme des valeurs obtenues afin de déterminer le taux des pertes de chaleur à une température quelconque.

28.4.2.4.2 Calculer la capacité calorifique H (en J/°C) du Dewar à l'aide de la relation ci-après :

$$H = \frac{3600 \times E_1}{A + B} - M_1 \times Cp_1$$

- où
- E_1 = puissance énergétique appliquée à l'appareil de chauffe interne (W)
 - A = taux des pertes de chaleur à la température de calcul (°C/h)
 - B = pente de la courbe de chauffage interne (matière d'étalonnage) à la température de calcul (°C/h)
 - M_1 = masse de la matière d'étalonnage (kg)
 - Cp_1 = chaleur spécifique de la matière d'étalonnage (J/kg.°C)

28.4.2.4.3 Déterminer la perte de chaleur K(W) à l'aide de la formule suivante :

$$K = A \times \frac{H + M_1 \times Cp_1}{3600}$$

à chaque température souhaitée et établir la courbe des valeurs ainsi obtenues.

28.4.2.4.4 Calculer la chaleur spécifique de la matière C_{p_2} (en J/kg.°C) au moyen de la formule suivante :

$$C_{p_2} = \frac{3600 \times (E_2 + K)}{C \times M_2} - \frac{H}{M_2}$$

où E_2 = puissance appliquée à l'appareil de chauffage interne (W)
 C = pente de la courbe de chauffage interne (échantillon) à la température de calcul (°C/h)
 M_2 = masse de l'échantillon (kg)

28.4.2.4.5 Calculer la production de chaleur Q_T (W/kg) de la matière à des intervalles de 5 °C au moyen de la formule suivante, pour chaque température :

$$Q_T = \frac{(M_2 \times C_{p_2} + H) \times \frac{D}{3600} - K}{M_2}$$

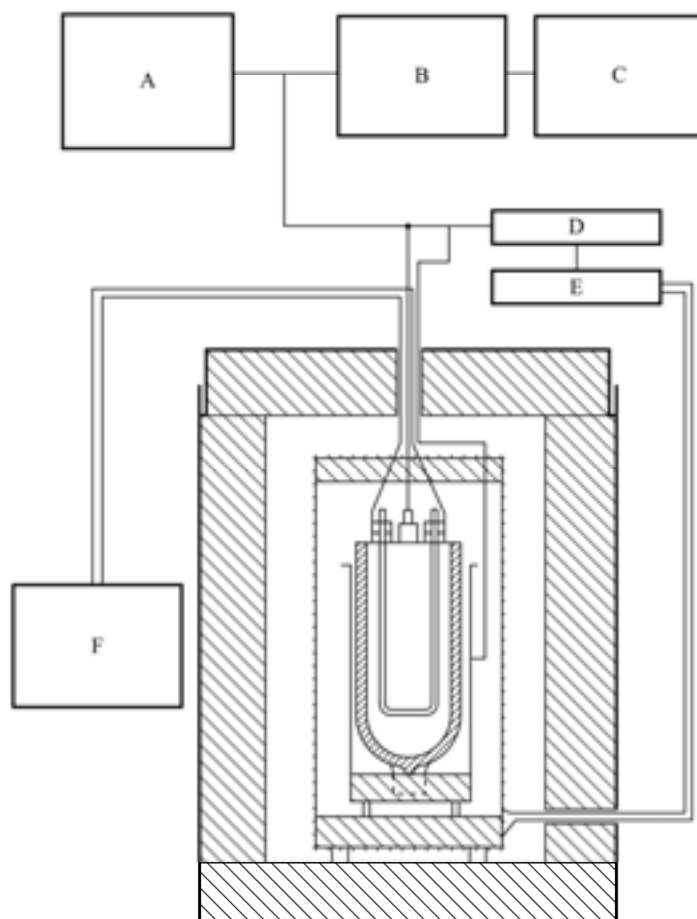
où D = pente de la courbe d'échauffement spontané à la température de calcul (°C/h)

28.4.2.4.6 Reporter les taux de production de chaleur calculés par unité de masse en fonction de la température sur un diagramme à échelles linéaires et tracer la courbe la mieux ajustée entre les points. Déterminer les pertes de chaleur par unité de masse L (W/kg.°C) de l'emballage, du GRV ou de la citerne soumis à l'épreuve (voir 28.3.5). Tracer sur le diagramme mentionné une ligne droite de pente L tangente à la courbe de production de chaleur. L'intersection de la ligne droite et de l'axe des abscisses représente la température ambiante critique, c'est-à-dire la température la plus élevée à laquelle le produit tel qu'il est emballé ne manifeste pas de décomposition auto-accélérée. La TDAA ou la TPAA est donnée par la température ambiante critique, en °C, arrondie au multiple de 5 °C le plus proche par valeur supérieure. Un exemple est donné à la figure 28.4.2.2.

28.4.2.5 *Exemples de résultats*

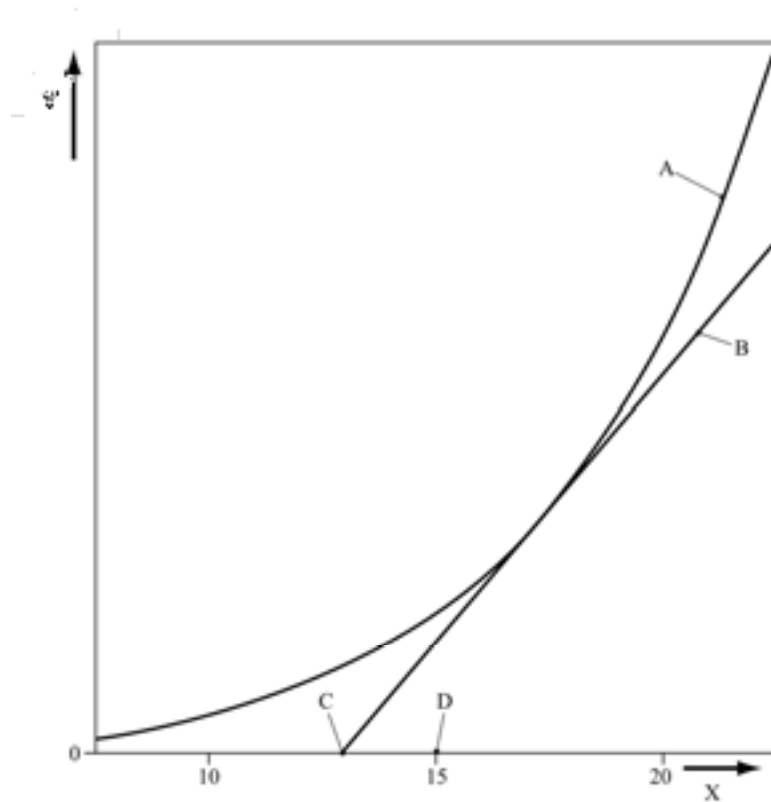
Matière	Masse (kg)	Emballage	Pertes de chaleur par unité de masse (mW/kg.K)	TDAA/TPAA (°C)
Azodicarbonamide	30	1G	100	> 75
Peroxybenzoate de tert-butyle	25	6HG2	70	55
Peroxy-2-éthylhexanoate de tert-butyle	25	6HG2	70	40
Peroxyphosphate de tert-butyle	25	6HG2	70	25

Figure 28.4.2.1 : Installation pour l'épreuve de stockage adiabatique



-
- (A) Enregistreur de données multipoints et régulateur de température (10 mV)
 - (B) Réglage de zéro extérieur
 - (C) Enregistreur (mesures précises)
 - (D) Régulation
 - (E) Relais
 - (F) Appareil de préchauffage interne
-

Figure 28.4.2.2 : Exemple de détermination de la TDAA ou de la TPAA



-
- (A) Courbe de production de chaleur
 - (B) Ligne droite dont l'inclinaison est égale au taux de perte de chaleur et qui est tangente à la courbe de production de chaleur
 - (C) Température ambiante critique (au point d'intersection de la ligne droite de perte de chaleur et de l'axe des abscisses)
 - (D) TDAA ou TPAA - température ambiante critique arrondie au multiple de 5 °C le plus proche par valeur supérieure.
 - (X) Température
 - (Y) Flux thermique (production ou perte de chaleur) par unité de masse
-

28.4.3 *Épreuve H.3 : Épreuve de stockage isotherme (ESI)*

28.4.3.1 *Introduction*

28.4.3.1.1 Cette méthode vise à déterminer le taux de production de chaleur en fonction du temps, à température constante, par des matières sujettes à réaction ou à décomposition. Les paramètres de la production de chaleur obtenus sont utilisés de pair avec les données sur les pertes de chaleur concernant le colis pour calculer la TDAA ou la TPAA d'une matière dans son emballage. La méthode convient à n'importe quel type d'emballage, y compris les GRV et les citernes. Quelques matières présentent un accroissement du taux de leur production de chaleur à mesure que progresse la décomposition (par exemple, par autocatalyse ou décomposition induite). Cette propriété est aussi prise en considération.

28.4.3.1.2 Les mesures peuvent être effectuées entre -20 °C à 200 °C. Les taux de production de chaleur mesurables vont de 5 mW/kg à 5 W/kg. La résistance thermique entre le porte-échantillon et le bloc en aluminium donnée par l'intermédiaire du flux thermique atteint 0,1 W/°C. L'appareillage permet de couvrir une gamme de taux de production de chaleur comprise entre 15 mW/kg et 1 500 mW/kg, avec une erreur maximale de 30 % à 15 mW/kg et de 5 % de 100 à 1 500 mW/kg.

28.4.3.1.3 Par sa construction robuste et la taille relativement petite de l'échantillon utilisé, ainsi que les conditions d'utilisation bien définies, l'appareil se prête à l'exécution d'épreuves dans un laboratoire ordinaire. Les effets d'une explosion par échauffement, par exemple la fragmentation du porte-échantillon et la production d'une pression, doivent pouvoir être confinés au sein de l'appareillage.

28.4.3.2 *Appareillage et matériels*

28.4.3.2.1 L'appareillage consiste en un puits thermique (bloc d'aluminium) isolé par l'air, qui est maintenu à température constante par chauffage réglé. Les températures inférieures à 40 °C sont obtenues par un cryostat. Le thermostat permet de maintenir la température voulue à 0,2 °C près. La température du puits thermique est mesurée au moyen d'un capteur à résistance en platine. Les deux trous forés dans le bloc contiennent des fluxmètres thermiques (par exemple, éléments Peltier). La figure 28.4.3.1 donne le schéma de l'installation pour l'épreuve de stockage isotherme. Pour les matières dont la TDAA ou la TPAA est inférieure à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée dans une chambre de refroidissement ou de l'anhydride carbonique solide doit être utilisé pour refroidir l'étuve.

28.4.3.2.2 Un récipient est placé sur chaque fluxmètre thermique ; l'un contient l'échantillon, l'autre une matière inerte. Les deux récipients sont identiques et ont un volume de 70 cm³. Chacun contient environ 20 g de matière. Les récipients sont en verre ou en acier inoxydable. L'acier doit être compatible avec la matière mise à l'épreuve. Lorsqu'un récipient en verre est utilisé, il est muni d'un long tube capillaire qui empêche toute surpression ainsi que l'évaporation de l'échantillon.

28.4.3.2.3 La différence de potentiel résultant de la différence de flux de chaleur du porte-échantillon au puits thermique et du récipient à matière inerte au puits thermique est enregistrée en continu en fonction du temps (mesure différentielle) par un enregistreur ou un ordinateur.

28.4.3.3 *Mode opératoire*

28.4.3.3.1 *Étalonnage*

Avant de pouvoir effectuer une mesure, il faut déterminer le signal résiduel et la sensibilité du fluxmètre thermique, en procédant comme suit :

- a) Régler l'appareillage à la température d'épreuve choisie ;
- b) Insérer un serpentin chauffant dans le porte-échantillon. Remplir les compartiments échantillon et témoin de matière inerte (par exemple chlorure de sodium ou perles de verre pilées) en vérifiant que le serpentin chauffant est complètement recouvert. Placer les deux récipients dans l'appareil ;

- c) Déterminer le signal résiduel (signal produit par l'enregistreur, le serpentin chauffant n'étant pas sous tension) ;
- d) Déterminer la sensibilité du fluxmètre thermique en utilisant deux ou trois valeurs différentes de puissance de chauffage situées dans la gamme escomptée de la production de chaleur de l'échantillon à soumettre à l'épreuve.

28.4.3.3.2 Épreuve

Procéder comme suit :

- a) Régler l'appareillage à la température d'épreuve voulue ;
- b) Introduire dans le porte-échantillon l'échantillon pesé et une quantité représentative de matériau d'emballage (s'il est métallique) et l'insérer dans l'appareil. La quantité d'échantillon doit suffire à donner un taux de production de chaleur de 5 mW à 1 500 mW par kg de matière ;
- c) Commencer la mesure du taux de production de chaleur. Les résultats des 12 premières heures de l'épreuve ne sont pas à utiliser, cette période étant nécessaire pour atteindre l'équilibre thermique. La durée de chaque épreuve dépend de la température d'essai et du taux de production de chaleur. L'épreuve doit se prolonger d'au moins 24 heures après la période initiale de 12 heures, mais elle peut être interrompue si le taux de production de chaleur commence à fléchir ou s'il dépasse 1,5 W/kg ;
- d) Au terme de chaque épreuve, il faut déterminer la variation de la masse de l'échantillon ;
- e) L'épreuve est répétée avec de nouveaux échantillons à des intervalles de température de 5 °C de façon à obtenir sept résultats avec un taux de production maximal de chaleur situé entre 15 et 1 500 mW/kg.

28.4.3.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

28.4.3.4.1 Calculer la sensibilité, S en (mW/mV), de l'appareil aux diverses puissances électriques utilisées dans l'opération d'étalonnage, au moyen de la formule suivante :

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

où:

- P = puissance électrique (mW)
- U_d = signal fictif (mV)
- U_b = signal résiduel (mV)

28.4.3.4.2 Ces valeurs et les données d'épreuve servent à calculer le taux maximal de production de chaleur, Q (mW/kg), aux différentes températures d'épreuve, selon la formule suivante :

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

où

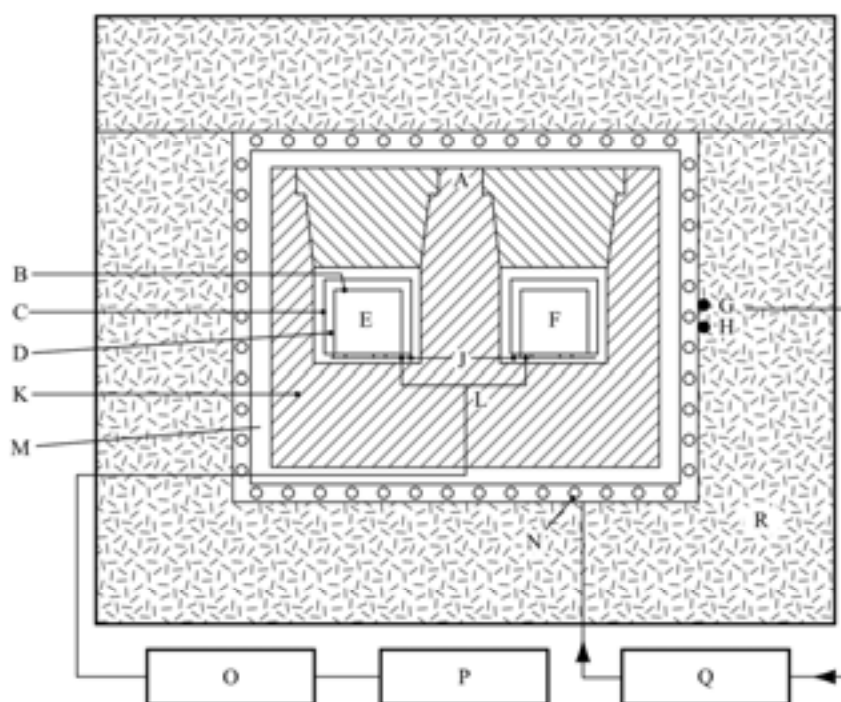
- U_s = signal de l'échantillon (mV)
- M = masse (kg)

28.4.3.4.3 Reporter le taux maximal calculé de production de chaleur par unité de masse en fonction de la température d'épreuve sur un diagramme à échelles linéaires et tracer la courbe la mieux ajustée entre les points. Déterminer les pertes de chaleur par unité de masse L (mW/kg.°C) de l'emballage, du GRV ou de la citerne éprouvés (voir 28.3.5). Tracer sur le diagramme une ligne droite de pente L tangente à la courbe de production de chaleur. L'intersection de la ligne droite et de l'axe des abscisses représente la température ambiante critique, soit la température la plus élevée à laquelle la matière telle qu'elle est emballée ne manifeste pas de décomposition auto-accélérée. La TDAA ou la TPAA est donnée par la température ambiante critique arrondie au multiple de 5 °C le plus proche. Un exemple est donné à la figure 28.4.3.2.

28.4.3.5 Exemples de résultats

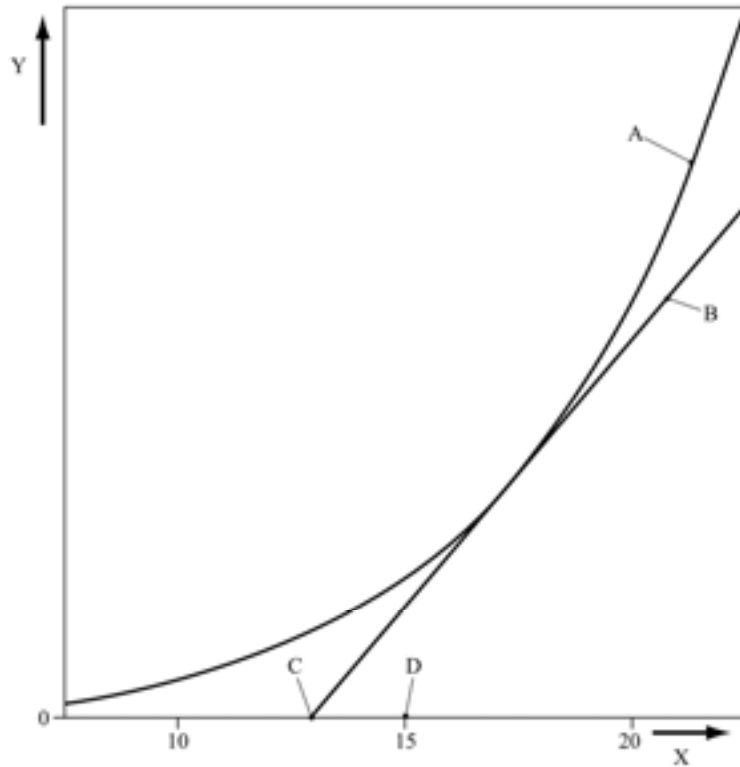
Matière	Masse (kg)	Emballage	Perte de chaleur par unité de masse (mW/kg.K)	TDAA/TPAA (°C)
Azodicarbonamide	30	1G	100	> 75
Peroxybenzoate de tert-butyle	25	6HG2	70	55
Peroxy-2-éthylhexanoate de tert-butyle	25	6HG2	70	40
Peroxyphthalate de tert-butyle	25	6HG2	70	25
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium (à 90 %)	25	1G	150	45
Tétrafluoroborate de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium (à 97 %)	25	1G	15	55
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 (phénylsulphonyl)-4 benzènediazonium, (à 67 %)	25	1G	15	50
Chlorure double de zinc et de (N,N-éthoxycarbonyl phénylamine)-2 méthoxy-3 (N-méthyl N-cyclohexylamine)-4 benzènediazonium (à 62 %)	25	1G	15	45
Tétrafluoroborate de méthyl-3 (pyrrolidinyl-1)-4 benzènediazonium (à 95 %)	25	1G	15	55

Figure 28.4.3.1 : Installation pour l'épreuve de stockage isotherme



-
- | | |
|-----------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (A) Thermomètre à résistance en platine | (B) Porte-échantillon |
| (C) Récipient cylindrique | (D) Couches d'air |
| (E) Échantillon | (F) Matière inerte |
| (G) Détecteur à résistance en platine | (H) Détecteur à résistance en platine pour le réglage de la température pour la commande de sécurité |
| (J) Éléments Peltier | (K) Bloc d'aluminium |
| (L) Circuit électrique | (M) Couche d'air |
| (N) Fils chauffants | (O) Amplificateur |
| (P) Enregistreur | (Q) Réglage de la température |
| (R) Laine de verre | |
-

Figure 28.4.3.2 : Exemple de détermination de la TDAA ou de la TPAA



-
- (A) Courbe de production de chaleur
 - (B) Ligne droite dont l'inclinaison est égale au taux de perte de chaleur et qui est tangente à la courbe de production de chaleur
 - (C) Température ambiante critique (au point d'intersection de la ligne droite de perte de chaleur et de l'axe des abscisses)
 - (D) TDAA ou TPAA - température ambiante critique arrondie au multiple de 5 °C le plus proche.
 - (X) Température
 - (Y) Flux thermique (production ou perte de chaleur) par unité de masse
-

28.4.4 *Épreuve H.4 : Épreuve de stockage avec accumulation de chaleur*

28.4.4.1 *Introduction*

28.4.4.1.1 Cette méthode vise à déterminer la température constante minimale de l'air ambiant à laquelle des matières instables subissent une décomposition isotherme dans des conditions d'épreuve représentatives de la matière telle qu'elle est emballée. La méthode repose sur la théorie de l'explosion sous l'effet de la chaleur de Semenov, c'est-à-dire que l'on considère que la résistance principale aux flux thermiques se trouve aux parois du récipient. La méthode peut être utilisée pour déterminer la TDAA ou la TPAA d'une matière dans son emballage, y compris les GRV et les petites citernes (jusqu'à 2 m³).

28.4.4.1.2 L'efficacité de cette méthode dépend du choix d'un vase de Dewar tel qu'il présente des caractéristiques de perte de chaleur par unité de masse semblables à celles du colis.

28.4.4.2 *Appareillage et matériels*

28.4.4.2.1 L'appareillage d'épreuve comporte une chambre d'épreuve appropriée, des vases de Dewar répondant aux critères énoncés avec des dispositifs de fermeture, des sondes thermiques et un matériel de mesure.

28.4.4.2.2 ***L'épreuve doit être exécutée dans une chambre d'épreuve capable de résister au feu et à la surpression et qui doit de préférence être équipée d'un mécanisme de décompression, par exemple sous forme d'évent d'explosion.*** Le système d'enregistrement doit être installé dans une zone d'observation distincte.

28.4.4.2.3 Pour les épreuves exécutées jusqu'à des températures de 75 °C, on utilise une enceinte métallique à doubles parois (ayant environ un diamètre intérieur de 250 mm, un diamètre extérieur de 320 mm et une hauteur de 480 mm et fabriquée en tôles d'acier inoxydable de 1,5 à 2,0 mm d'épaisseur), la température voulue étant obtenue par circulation de fluide, provenant d'un bain thermostaté entre les parois. L'enceinte d'épreuve est fermée au moyen d'un couvercle isolant non hermétique (fabriqué par exemple en polychlorure de vinyle de 10 mm d'épaisseur). La température de l'air dans l'étuve doit être réglée de manière telle que la température voulue d'un échantillon liquide inerte contenu dans le vase de Dewar puisse être maintenue à ± 1 °C pendant 10 jours au maximum.

28.4.4.2.4 Une autre solution peut consister, en particulier pour les épreuves exécutées à des températures supérieures à 75 °C, à utiliser une étuve à thermostat (qui peut être ventilée), suffisamment grande pour permettre à l'air de circuler tout autour du vase de Dewar. La température de l'air dans l'étuve doit être réglée de manière telle que la température voulue d'un échantillon liquide inerte contenu dans le vase de Dewar puisse être maintenue à ± 1 °C pendant 10 jours au maximum. La température de l'air dans l'étuve doit être mesurée et enregistrée. Il est recommandé de munir la porte de l'étuve d'une fermeture magnétique ou de la remplacer par un couvercle isolant non hermétique. L'étuve peut être protégée par un revêtement en acier et le vase de Dewar placé dans une cage en toile métallique.

28.4.4.2.5 Pour les épreuves réalisées à des températures inférieures à la température ambiante, on peut utiliser une chambre à parois doubles (par exemple un congélateur) d'une taille convenable, munie d'une porte ou d'un couvercle non hermétiques (par exemple, avec fermeture magnétique). La température de l'air dans la chambre doit être maintenue à ± 1 °C de la température voulue.

28.4.4.2.6 Les vases de Dewar utilisés, y compris leur système de fermeture, doivent avoir des caractéristiques de perte de chaleur représentatives de la taille maximale de l'emballage. La fermeture du vase de Dewar doit être inerte. Pour les matières solides en particulier, des bondes en liège ou en caoutchouc peuvent être utilisées. Un système de fermeture pouvant être utilisé avec des liquides faiblement ou moyennement volatils est illustré à la figure 28.4.4.1. Les échantillons qui sont hautement volatils à la température d'épreuve doivent être mis à l'essai dans un récipient métallique résistant à la pression et muni d'une soupape de décompression. Le récipient sous pression est placé dans le vase de Dewar et on tient compte de sa capacité calorifique lors des calculs.

28.4.4.2.7 Les caractéristiques de perte de chaleur du système utilisé, à savoir le vase de Dewar et son système de fermeture, doivent être établies (voir 28.3.6) avant l'exécution de l'épreuve. Étant donné que le

dispositif de fermeture a un effet décisif sur les caractéristiques de perte de chaleur, celles-ci peuvent être ajustées dans une certaine mesure en modifiant le dispositif de fermeture. Afin d'atteindre le niveau requis de sensibilité, les vases de Dewar dont la capacité d'échantillonnage est inférieure à 0,5 litre ne doivent pas être utilisés.

28.4.4.2.8 Les vases de Dewar, contenant 400 ml de matière, et avec une perte de chaleur de 80 à 100 mW/kg.K conviennent normalement pour représenter un colis de 50 kg. Pour les colis de plus grande taille, les GRV ou les petites citernes, des vases de Dewar de plus grandes dimensions avec une plus faible perte de chaleur par unité de masse doivent être utilisés. Par exemple, les vases de Dewar sphériques d'une contenance d'un litre dont les caractéristiques de perte de chaleur sont de l'ordre de 16 à 34 mW/kg.K peuvent convenir pour les GRV et les petites citernes.

28.4.4.3 *Mode opératoire*

28.4.4.3.1 Porter la chambre d'épreuve à la température de stockage voulue. Remplir à 80 % le vase de Dewar de la matière à éprouver et noter la masse de l'échantillon. Les matières solides doivent être modérément comprimées. Insérer la sonde à température au centre de l'échantillon. Sceller le couvercle du vase de Dewar et insérer ce dernier dans la chambre d'épreuve, brancher le dispositif d'enregistrement de la température et fermer la chambre d'épreuve.

28.4.4.3.2 L'échantillon est chauffé et les températures de l'échantillon et de la chambre d'épreuve sont régulées en continu. Noter l'heure à laquelle la température de l'échantillon est de 2 °C inférieure à celle de la chambre d'épreuve. Continuer l'épreuve pendant sept jours ou jusqu'à ce que la température de l'échantillon dépasse de 6 °C ou plus la température de la chambre d'épreuve si cela arrive plus tôt. Noter le temps écoulé entre le moment où la température de l'échantillon atteint une température de 2 °C inférieure à celle de la chambre d'épreuve et celui où il atteint sa température maximale.

28.4.4.3.3 Si l'échantillon n'est pas détruit lors de l'épreuve, le refroidir, le retirer de la chambre d'épreuve et l'éliminer dans les meilleurs délais. On peut déterminer la perte de masse en pourcentage et les changements de la composition.

28.4.4.3.4 Répéter l'épreuve de stockage avec un nouvel échantillon, en faisant varier la température de stockage par intervalles de 5 °C. Si la matière est soumise à l'épreuve pour savoir si elle nécessite une température de régulation, exécuter suffisamment d'essais pour connaître la TDAA ou la TPAA au multiple de 5 °C le plus proche ou pour montrer si la TDAA ou la TPAA est égale ou supérieure à 60 °C. Quand l'épreuve vise à établir si la matière répond au critère TDAA de matière autoréactive, effectuer suffisamment d'essais pour déterminer si la TDAA pour un colis de 50 kg est égale ou inférieure à 75 °C. Quand l'épreuve vise à établir si la matière répond au critère TPAA d'une matière qui polymérise, effectuer suffisamment d'essais pour déterminer si la TPAA dans l'emballage utilisé est égale ou inférieure à 75 °C.

28.4.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

28.4.4.4.1 La TDAA ou la TPAA est considérée comme température la moins élevée à laquelle l'échantillon subit une décomposition auto-accélérée et dépasse la température de la chambre d'épreuve d'au moins 6 °C. Si la température de l'échantillon ne dépasse dans aucune épreuve la température de la chambre d'épreuve d'au moins 6 °C, la TDAA ou la TPAA est considérée comme supérieure à la température de stockage la plus élevée utilisée.

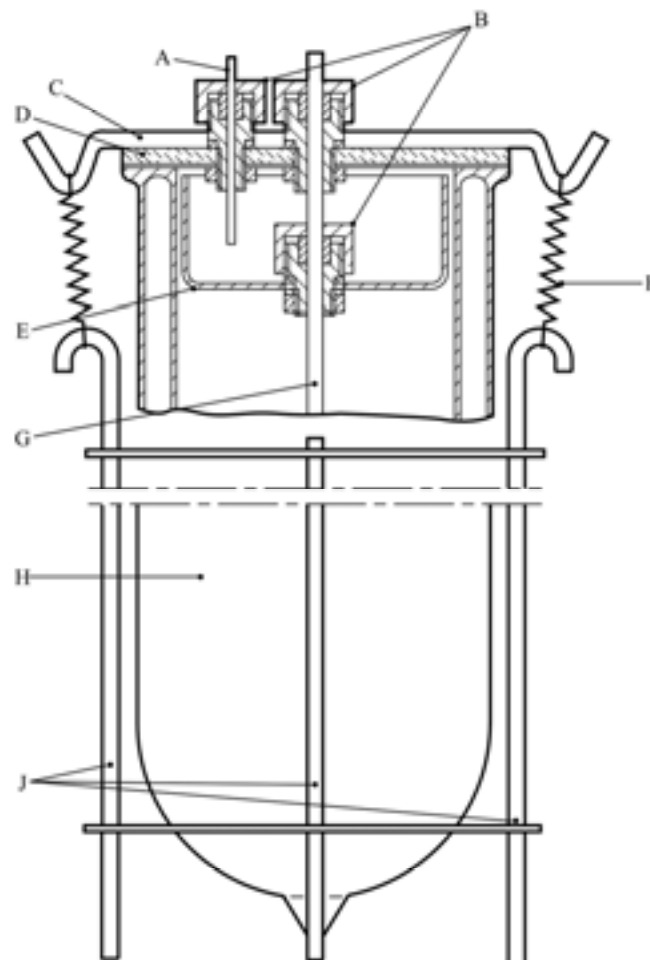
28.4.4.5 Exemples de résultats

Matière	Masse de l'échantillon (kg)	Perte de chaleur du Dewar (mW/kg.K)	TDAA/TPAA (°C)
Azodicarbonamide	0,28	74	> 75
Azodicarbonamide à 90 %, avec 10 % d'activateur	0,21	70	55
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	0,18	62	50
Benzènedisulfonyldiazide-1,3, à 50 %	0,52	81	70
Hydroperoxyde de tert-butyle, à 80 % avec 12 % de peroxyde de di-tert-butyle	0,30	72	100 ^a
Peroxyneodécanoate de tert-butyle, à 40 %	0,42	65	25
Triméthyl-3,5,5 peroxyhexanoate de tert-butyle	0,38	79	60
Peroxyde de dibenzoyl, à 50 %	0,25	91	60
Peroxydicarbonate de bis (tert-butyl-4 cyclohexyle)	0,19	79	45
Bis (tert-butylperoxy)-2,2 butane à 50 %	0,31	88	80
Peroxydicarbonate de bis (éthyl-2 hexyle)	0,39	64	0
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4-benzènediazonium (66 %)	0,25	58	45
Peroxydicarbonate de diisotridécyle	0,38	80	10
Acide peroxyacétique, à 15 % avec 14 % de peroxyde d'hydrogène (type F)	1,00	33	> 50 ^b

^a Dans un récipient sous pression placé dans un vase de Dewar de 2 litres.

^b Dans un vase de Dewar de un litre de forme sphérique.

Figure 28.4.4.1 : Vase de Dewar à fermeture pour les épreuves sur les liquides et les matières solides mouillées à l'eau



(A)	Tube capillaire en PTFE	(B)	Raccord vissant (en PTFE ou aluminium) avec joint torique d'étanchéité
(C)	Étrier en métal	(D)	Couvercle en verre
(E)	Base récipient (en verre)	(F)	Ressort
(G)	Tube protecteur en verre	(H)	Vase de Dewar
(J)	Dispositif de retenue (en acier)		

TROISIÈME PARTIE

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À DIVERSES CLASSES DE DANGER

TABLE DES MATIÈRES DE LA TROISIÈME PARTIE

NOTA 1: Dans la liste qui suit, le pays ou l'organisme d'origine de chaque méthode d'épreuves est indiqué entre parenthèse après le nom de celle-ci.

2: À moins qu'il n'en soit spécifié autrement, toutes les méthodes d'épreuves de la troisième partie du Manuel sont des épreuves recommandées étant donné qu'une seule méthode d'épreuve a été retenue pour chaque propriété dangereuse.

<u>Section</u>	Page
30. INTRODUCTION À LA TROISIÈME PARTIE	355
30.1 OBJET	355
30.2 DOMAINE D'APPLICATION	355
31. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À L'INFLAMMABILITÉ DES AÉROSOLS	357
31.1 OBJET.....	357
31.2 DOMAINE D'APPLICATION	357
31.3 PROCÉDURES DE CLASSEMENT DES AÉROSOLS INFLAMMABLES.....	357
31.4 ÉPREUVE D'INFLAMMATION A DISTANCE POUR LES AÉROSOLS VAPORISÉS	362
31.5 ÉPREUVE D'INFLAMMATION DANS UN ESPACE CLOS	367
31.6 ÉPREUVE D'INFLAMMATION DES MOUSSES AÉROSOLS	370
32. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES LIQUIDES ET AUX LIQUIDES INFLAMMABLES	373
32.1 OBJET.....	373
32.2 DOMAINE D'APPLICATION	373
32.3 PROCÉDURES DE CLASSEMENT	373
32.3.1 Liquides inflammables.....	373
32.3.2 Matières explosibles désensibilisées liquides	374
32.4 MÉTHODES D'ÉPREUVE UTILISÉES POUR DÉTERMINER LE POINT D'ÉCLAIR ET LA VISCOSITÉ	374
32.4.1 Épreuves pour liquides inflammables non visqueux.....	374
32.4.2 Épreuves pour matières visqueuses inflammables ayant un point d'éclair de moins de 23 °C	375
32.4.3 Épreuve de viscosité.....	376
32.5 MÉTHODES D'ÉPREUVE POUR DÉTERMINER LA SÉPARATION DU SOLVANT ET LA COMBUSTION ENTRETENUE	376
32.5.1 Épreuve L.1: Épreuve de séparation du solvant (ONU)	376
32.5.2 Épreuve L.2: Épreuve de combustion entretenue (ONU)	376
32.6 MÉTHODES D'ÉPREUVE UTILISÉES POUR DÉTERMINER LE POINT INITIAL D'ÉBULLITION.....	381

TABLE DES MATIÈRES DE LA TROISIÈME PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
33. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES SOLIDES INFLAMMABLES, AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES, AUX MATIÈRES SPONTANÉMENT INFLAMMABLES ET AUX MATIÈRES QUI, AU CONTACT DE L'EAU, DÉGAGENT DES GAZ INFLAMMABLES.....	383
33.1 INTRODUCTION	383
33.2 MATIÈRES SOLIDES INFLAMMABLES.....	383
33.2.1 Objet.....	383
33.2.2 Domaine d'application	383
33.2.3 Procédure de classement pour les matières solides inflammables	383
33.2.4 Épreuve N.1: Méthode d'épreuve pour les matières solides inflammables (ONU).....	385
33.3 MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES SOLIDES.....	388
33.4 MATIÈRES SPONTANÉMENT INFLAMMABLES (MATIÈRES PYROPHORIQUES ET AUTO-ECHAUFFANTES).....	388
33.4.1 Objet.....	388
33.4.2 Domaine d'application	388
33.4.3 Procédure de classement pour les matières solides inflammables	388
33.4.4 Épreuve N.2 : Méthode d'épreuve pour les matières solides pyrophoriques	391
33.4.5 Épreuve N.3 : Méthode d'épreuve pour les liquides pyrophoriques	392
33.4.6 Épreuve N.4 : Méthode d'épreuve pour les matières auto-échauffantes	393
33.5 MATIÈRES QUI, AU CONTACT DE L'EAU, DÉGAGENT DES GAZ INFLAMMABLES	396
33.5.1 Objet.....	396
33.5.2 Domaine d'application	396
33.5.3 Procédure de classement pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables	396
33.5.4 Épreuve N.5: Méthode d'épreuve pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables (ONU)	396

TABLE DES MATIÈRES DE LA TROISIÈME PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
34. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES SOLIDES ET LIQUIDES COMBURANTES	399
34.1 OBJET.....	399
34.2 DOMAINE D'APPLICATION	399
34.3 PROCÉDURE DE CLASSEMENT	399
34.3.1 Matières comburantes solides	399
34.3.2 Liquides comburants	399
34.4 Méthodes d'épreuve pour les matières comburantes liquides et solides	400
34.4.1 Épreuve O.1: Épreuve pour les matières comburantes solides (ONU)	400
34.4.2 Épreuve O.2: Épreuve pour les liquides comburants (ONU)	405
34.4.3 Épreuve O.3: Méthode d'épreuve gravimétrique pour les matières solides comburantes (ONU).....	412
35. DÉTERMINATION DE L'INSTABILITÉ CHIMIQUE DES GAZ ET DES MÉLANGES DE GAZ.....	421
35.0 INTRODUCTION	421
35.1 OBJET.....	421
35.2 DOMAINE D'APPLICATION	421
35.3 CONCENTRATIONS LIMITES.....	422
35.3.1 Concentrations limites génériques	422
35.3.2 Concentrations limites spécifiques.....	422
35.4 MÉTHODE D'ÉPREUVE	422
36. <i>Réservée</i>	
37. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES CORROSIVES POUR LES MÉTAUX	431
37.1 OBJET.....	431
37.2 DOMAINE D'APPLICATION	431
37.3 PROCÉDURE DE CLASSEMENT	431
37.4 MÉTHODE D'ÉPREUVE DE CORROSIVITÉ DES MÉTAUX	431
37.4.1.1 Épreuve C.1: Épreuve de détermination des propriétés corrosives des liquides et des solides qui peuvent se liquéfier, en tant que matières corrosives pour les métaux	431

TABLE DES MATIÈRES DE LA TROISIÈME PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
38. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES ET OBJETS DE LA CLASSE 9 POUR LE TRANSPORT	435
38.1 INTRODUCTION	435
38.2 ENGRAIS AU NITRATE D'AMMONIUM SUJETS À UNE DÉCOMPOSITION AUTONOME.....	435
38.2.1 Objet.....	435
38.2.2 Domaine d'application	435
38.2.3 Procédure de classement	435
38.2.4 Épreuve S.1 : Épreuve de décomposition en gouttière visant à déterminer la tendance à la décomposition autonome exothermique d'engrais contenant des nitrates (ONU).....	436
38.3 PILES AU LITHIUM MÉTAL ET PILES AU LITHIUM IONIQUE.....	440
38.3.1 Objet.....	440
38.3.2 Domaine d'application	440
38.3.4 Mode opératoire	448
38.3.4.1 Épreuve T.1 : Simulation d'altitude	448
38.3.4.2 Épreuve T.2 : Épreuve thermique	448
38.3.4.3 Épreuve T.3 : Vibrations.....	448
38.3.4.4 Épreuve T.4 : Choc	449
38.3.4.5 Épreuve T.5: Court-circuit externe	452
38.3.4.6 Épreuve T.6: Impact/Écrasement.....	452
38.3.4.7 Épreuve T.7: Surcharge	453
38.3.4.8 Épreuve T.8: Décharge forcée	454
38.3.5 Résumé du procès-verbal d'épreuve concernant les piles et batteries au lithium	454
38.4 MATIÈRES DÉGAGEANT DES VAPEURS INFLAMMABLES	455
38.4.1 Objet.....	455
38.4.2 Domaine d'application	455
38.4.3 Procédure de classement des matières susceptibles de dégager des vapeurs inflammables	455
38.4.4 Épreuve U 1 : Méthode d'épreuve pour les matières susceptibles de dégager des vapeurs inflammables.....	455
39. PROCÉDURE DE CLASSEMENT ET CRITÈRES DE CLASSIFICATION APPLICABLES AUX ENGRAIS AU NITRATE D'AMMONIUM	457
39.1 Objet.....	457
39.2 Champ d'application.....	457
39.3 Définitions.....	457
39.4 Procédure de classement	457
39.5 Critères de classification	458

SECTION 30

INTRODUCTION À LA TROISIÈME PARTIE

30.1 **Objet**

30.1.1 La troisième partie du Manuel d'épreuves et de critères présente le système ONU de classement des types de matières et d'objets suivants :

- a) aérosols inflammables (voir section 31 du présent Manuel, disposition spéciale 63 du chapitre 3.3 du Règlement type et chapitre 2.3 du SGH) ;
- b) liquides inflammables et matières explosibles désensibilisées liquides (voir la section 32 du présent Manuel, le chapitre 2.3 du Règlement type et les chapitres 2.6 et 2.17 du SGH) ;
- c) matières solides facilement inflammables et matières explosibles désensibilisées solides (voir la sous-section 33.2 du présent Manuel, le chapitre 2.4 du Règlement type et les chapitres 2.7 et 2.17 du SGH) ;
- d) matières pyrophoriques et matières auto-échauffantes (voir la sous-section 33.3 du présent Manuel, le chapitre 2.4 du Règlement type et les chapitres 2.9, 2.10 et 2.11 du SGH) ;
- e) matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables (voir la sous-section 33.4 du présent Manuel, le chapitre 2.4 du Règlement type et le chapitre 2.12 du SGH) ;
- f) matières comburantes (voir la section 34 du présent Manuel, le chapitre 2.5 du Règlement type et les chapitres 2.13 et 2.14 du SGH) ;
- g) matières corrosives (voir la section 37 du présent Manuel, le chapitre 2.8 du Règlement type et le chapitre 2.16 du SGH) ;
- h) engrais au nitrate d'ammonium sujets à une décomposition autonome (voir la sous-section 38.2 et la section 39 du présent Manuel) ;
- i) piles et batteries au lithium de la classe 9 pour le transport (voir la sous-section 38.3 du présent Manuel).

30.1.2 La section 36 est réservée, en vue d'une expansion future éventuelle.

30.2 **Domaine d'application**

La procédure de classement appropriée doit être entreprise sur toute nouvelle matière ou tout nouvel objet. Le fabricant ou tout autre demandeur de classement d'un nouveau produit doit fournir ce qui suit :

- a) Des renseignements appropriés concernant les noms et les caractéristiques de la matière ou de l'objet ;
- b) Les résultats de toutes les épreuves pertinentes qui ont été effectuées ;
- c) Le classement proposé assorti des dispositions éventuelles de danger subsidiaire.

SECTION 31

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À L'INFLAMMABILITÉ DES AÉROSOLS

31.1 Objet

31.1.1 La présente section présente le système ONU de classement des aérosols soit en aérosols inflammables (division 2.1/catégorie 1 ou 2) soit en aérosols ininflammables (division 2.2/catégorie 3). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés aux chapitres 2.2 et 3.3 (disposition spéciale 63) du Règlement type et au chapitre 2.3 du SGH, les diagrammes de décision reproduits dans les figures 31.1, 31.2 et 31.3 et les méthodes d'épreuve décrites aux sous-sections 31.4, 31.5 et 31.6 du présent Manuel.

31.1.2 Les procédures d'épreuve décrites dans le présent document permettent d'évaluer de façon satisfaisante les dangers d'inflammabilité des aérosols, ce qui permet de procéder à un classement approprié.

31.1.3 Aux fins de la présente section, on entend par :

Aérosols ou générateurs d'aérosols, des récipients non rechargeables, faits de métal, de verre ou de matière plastique, contenant un gaz comprimé, liquéfié ou dissous sous pression, avec ou non un liquide, une pâte ou une poudre, et munis d'un dispositif de prélèvement permettant d'expulser le contenu en particules solides ou liquides en suspension dans un gaz, ou sous la forme de mousse, de pâte ou de poudre, ou encore à l'état liquide ou gazeux (aux fins de transport les récipients doivent satisfaire aux prescriptions de la section 6.2.4 du Règlement type) ;

Composants inflammables, des liquides inflammables, solides inflammables, ou gaz ou mélanges de gaz inflammables. Cette désignation ne comprend pas les matières pyrophoriques, les matières auto-échauffantes et les matières qui réagissent au contact de l'eau.

NOTA 1 : *Par liquide inflammable, on entend un liquide ayant un point d'éclair d'au plus 93 °C. Les méthodes d'épreuve pour déterminer le point d'éclair sont énoncées à la sous-section 32.4 du présent Manuel.*

2 : *Pour la définition de solides inflammables voir le paragraphe 2.4.2.2 du Règlement type et la section 2.7.1 du SGH. Les procédures de classement, méthodes d'épreuve et critères relatifs aux solides inflammables sont énoncés à la sous-section 33.2 du présent Manuel.*

3 : *Par gaz inflammable on entend un gaz ayant un domaine d'inflammabilité en mélange avec l'air à 20 °C et à la pression normale (101,3 kPa).*

31.2 Domaine d'application

31.2.1 Les aérosols doivent être soumis aux épreuves de classement énoncées au chapitre 3.3 (disposition spéciale 63) du Règlement type. Les aérosols destinés à la distribution et à l'utilisation sont soumis aux critères de classification définis à la section 2.3.1 du SGH. En ce qui concerne l'inflammabilité, les aérosols devraient être soumis à la procédure de classement de la présente section.

NOTA : *Les aérosols qui ne sont pas soumis aux procédures de classement de la présente sous-section doivent être classés comme extrêmement inflammables (catégorie 1).*

31.3 Procédure de classement des aérosols inflammables

31.3.1 Les aérosols doivent être classés comme non-inflammables, inflammables ou extrêmement inflammables sur la base de la valeur de la chaleur chimique de combustion et de leur contenu en composants inflammables, comme suit :

- a) Un aérosol est classé comme extrêmement inflammable (division 2.1/catégorie 1) :
 - i) s'il contient au moins 85 % de composants inflammables et si la chaleur chimique de combustion est égale ou supérieure à 30 kJ/g ; ou
 - ii) s'il satisfait aux critères d'inflammabilité extrême du 31.3.2 pour les aérosols vaporisés ou du 31.3.4 pour les mousses d'aérosols ; et
- b) Un aérosol est classé comme inflammable (division 2.1/catégorie 2) s'il répond aux critères d'inflammabilité du 31.3.2 pour les aérosols vaporisés ou du 31.3.4 pour les mousses d'aérosols ; et
- c) Un aérosol est classé comme ininflammable (division 2.1/catégorie 3) s'il contient au plus 1 % de composants inflammables et si la chaleur chimique de combustion est inférieure à 20 kJ/g.

31.3.2 Dans le cas des aérosols vaporisés la classification doit tenir compte de la valeur de la chaleur chimique de combustion et des résultats de l'épreuve d'inflammation à distance (voir section 31.4 du présent Manuel).

31.3.3 La chaleur chimique de combustion doit être déterminée conformément à une des méthodes décrites dans les normes suivantes : ASTM D 240, ISO/FDIS 13943:1999 (E/F) 86.1 à 86.3 et NFPA 30B.

31.3.4 Dans le cas des mousses d'aérosols, la classification doit être faite sur la base des résultats de l'épreuve d'inflammation des mousses d'aérosol (voir sous-section 31.6 du présent Manuel).

31.3.5 Les procédures de classement pour les aérosols, les aérosols vaporisés et les mousses d'aérosols sont résumées dans les diagrammes de décision reproduits dans les figures 31.1, 31.2 et 31.3 respectivement.

Figure 31.1 : Procédure générale de classement des aérosols inflammables

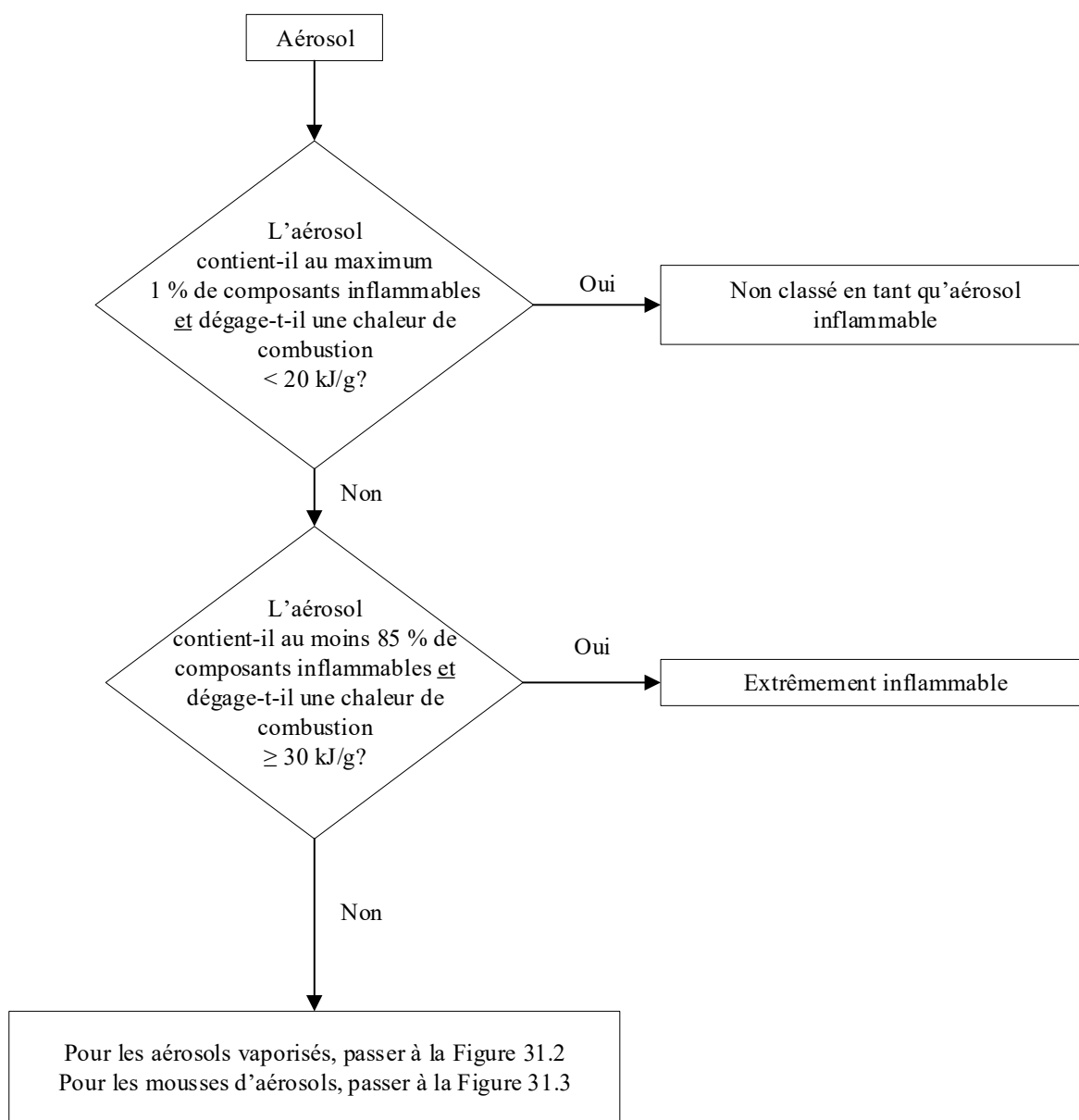


Figure 31.2 : Procédure pour le classement des aérosols vaporisés

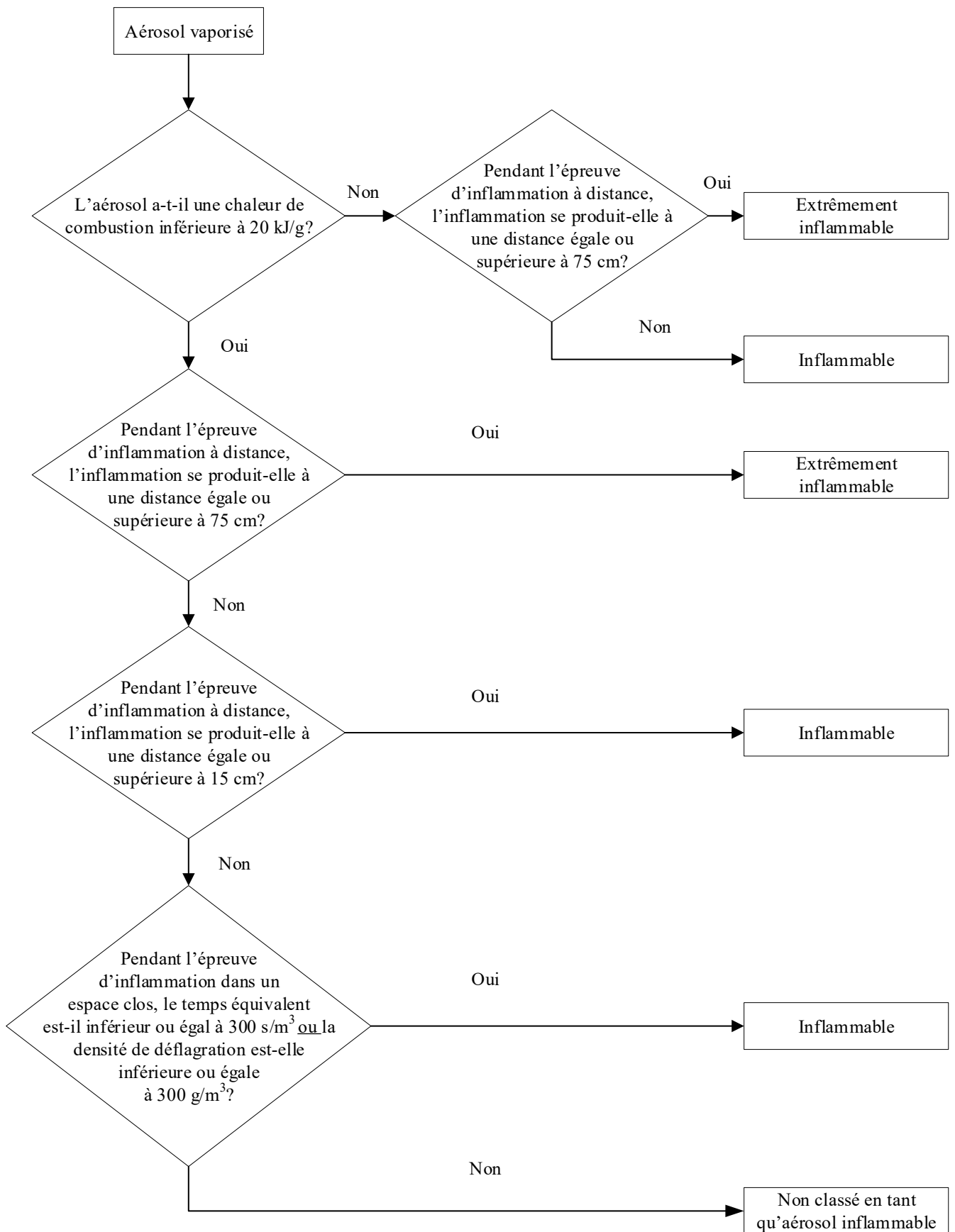
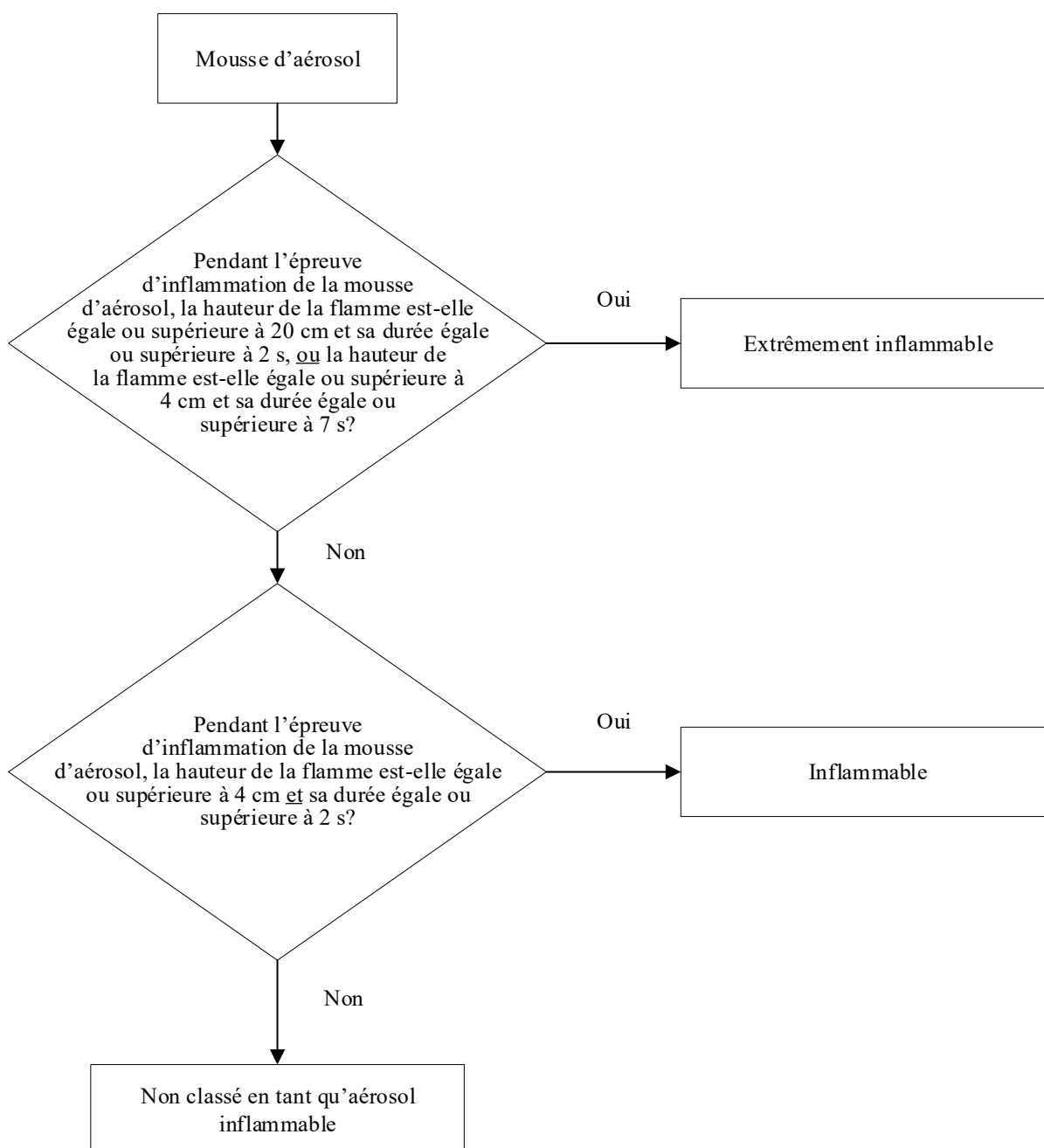


Figure 31.3 : Procédure pour le classement des mousses d'aérosols



31.4 Épreuve d'inflammation à distance pour les aérosols vaporisés

31.4.1 Introduction

31.4.1.1 Cette épreuve sert à déterminer la distance d'inflammation d'un aérosol vaporisé afin de définir son inflammabilité. L'aérosol est vaporisé en direction d'une source d'inflammation, de 15 cm en 15 cm, pour voir s'il fait l'objet d'une inflammation et d'une combustion entretenue. Par « inflammation et combustion entretenue », on entend le maintien d'une flamme stable pendant au moins 5 s. Par « source d'inflammation » on entend un bec Bunsen produisant une flamme bleue, non lumineuse, de 4 à 5 cm de haut.

31.4.1.2 La présente épreuve vise les générateurs d'aérosol ayant une portée égale ou supérieure à 15 cm. Les générateurs d'aérosol ayant une portée inférieure à 15 cm, c'est-à-dire ceux contenant une mousse, un gel ou une pâte, ou encore ceux munis d'un doseur ne sont pas visés par la présente épreuve. Les générateurs d'aérosol contenant une mousse, un gel ou une pâte doivent être soumis à l'épreuve d'inflammation des mousses d'aérosol.

31.4.2 Appareillage et matériel

31.4.2.1 L'appareillage suivant est nécessaire :

Bain d'eau maintenu à 20 °C	(précision : ± 1 °C)
Balance de laboratoire étalonnée	(précision : ± 0,1 g)
Chronomètre	(précision : ± 0,2 s)
Échelle graduée, avec support et pince	(graduée en cm)
Bec Bunsen avec support et pince	
Thermomètre	(précision : ± 1 °C)
Hygromètre	(précision : ± 5 %)
Baromètre	(précision : ± 0,1 bar)

31.4.3 Procédure

31.4.3.1 Prescriptions générales

31.4.3.1.1 Avant l'épreuve, chaque générateur d'aérosol doit être conditionné puis amorcé par pulvérisation pendant environ une seconde afin de chasser toute matière non homogène contenue dans le tube plongeur.

31.4.3.1.2 Les consignes doivent être strictement appliquées y compris quand le générateur d'aérosol est prévu pour être utilisé debout ou la tête en bas. Si le générateur d'aérosol doit être secoué, ceci doit se faire immédiatement avant l'épreuve.

31.4.3.1.3 L'épreuve doit être effectuée dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré, à une température de 20 ± 5 °C et une humidité relative comprise entre 30 et 80 %.

31.4.3.1.4 Chaque générateur d'aérosol doit subir :

- Lorsqu'il est plein, la totalité des épreuves, le bec Bunsen étant placé à une distance comprise entre 15 et 90 cm de la valve du générateur d'aérosol ;
- Lorsqu'il contient 10 à 12 % de sa masse nominale, une seule épreuve, le bec Bunsen étant placé soit à 15 cm de la valve si le générateur d'aérosol plein ne s'était pas enflammé, soit à la distance d'inflammation d'un générateur plein, augmentée de 15 cm.

31.4.3.1.5 Pendant l'épreuve, le générateur d'aérosol doit être placé dans la position indiquée dans les consignes. La source d'inflammation doit être positionnée en conséquence.

31.4.3.1.6 La procédure ci-dessous prévoit la vaporisation, de 15 cm en 15 cm, entre la flamme du bec Bunsen et la valve du générateur d'aérosol, dans une fourchette comprise entre 15 et 90 cm. Il est conseillé de commencer à une distance de 60 cm entre la flamme et la valve du générateur d'aérosol. Cette distance doit

ensuite être augmentée de 15 cm en cas d'inflammation à 60 cm. En revanche, elle doit être diminuée de 15 cm en cas de non-inflammation à 60 cm. La procédure vise à déterminer la distance maximale séparant la valve du générateur d'aérosol de la flamme du bec Bunsen, qui entraîne une combustion soutenue de l'aérosol ou à déterminer que l'inflammation ne serait pas possible si la flamme et la valve n'étaient séparées que de 15 cm.

31.4.3.2 Procédure d'épreuve

- a) Au moins trois générateurs d'aérosol pleins par produit doivent être conditionnés à une température de $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, et plongés à 95 % dans de l'eau, au moins pendant 30 min avant chaque épreuve (en cas d'immersion totale, 30 min suffisent) ;
- b) Suivre les prescriptions générales. Enregistrer la température et l'humidité relatives de la pièce ;
- c) Peser un générateur d'aérosol et noter sa masse ;
- d) Calculer la pression interne et le débit initial à une température de $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ (afin d'éliminer les générateurs d'aérosol mal ou partiellement remplis) ;
- e) Placer le bec Bunsen sur une surface horizontale et plane ou le fixer à un support au moyen d'une pince ;
- f) Allumer le bec Bunsen de façon à obtenir une flamme non lumineuse d'environ 4 à 5 cm de haut ;
- g) Placer l'orifice de la valve du générateur d'aérosol à la distance requise de la flamme. Le générateur d'aérosol doit être placé dans la position dans laquelle il est censé être utilisé, par exemple debout ou la tête en bas ;
- h) Mettre au même niveau l'orifice de la valve et la flamme du bec Bunsen, en s'assurant que l'orifice est bien dirigé vers la flamme (voir figure 31.4.1). L'aérosol doit être expulsé dans la moitié supérieure de la flamme ;
- i) Respecter les prescriptions générales en ce qui concerne la façon dont le générateur d'aérosol doit être secoué ;
- j) Actionner la valve du générateur d'aérosol de façon à obtenir une pulvérisation pendant 5 s, sauf si l'aérosol s'enflamme. Si tel est le cas, continuer à pulvériser l'aérosol et maintenir la flamme pendant 5 s, à compter du moment de l'inflammation ;
- k) Noter si l'inflammation s'est produite aux différentes distances entre le bec Bunsen et le générateur d'aérosol dans le tableau prévu à cet effet ;
- l) Si aucune inflammation ne se produit pendant l'étape j), l'aérosol doit être essayé dans d'autres positions, par exemple la tête en bas pour des générateurs censés être utilisés debout, pour voir si l'inflammation se produit ;
- m) Recommencer les étapes g) à l) deux fois (soit trois fois au total) pour le même générateur d'aérosol, et à la même distance entre le bec Bunsen et la valve du générateur ;
- n) Recommencer la procédure d'épreuve pour deux autres générateurs d'aérosol contenant le même produit, à la même distance entre le bec Bunsen et la valve du générateur ;
- o) Recommencer les étapes g) à n) de la procédure d'essai à une distance comprise entre 15 et 90 cm entre la valve du générateur d'aérosol et la flamme du bec Bunsen, en fonction du résultat de chaque épreuve (voir aussi 31.4.3.1.4 et 31.4.3.1.5) ;
- p) Si l'aérosol ne s'enflamme pas à une distance de 15 cm, la procédure est close pour les générateurs initialement pleins. La procédure est aussi close si l'aérosol fait l'objet d'une inflammation et d'une combustion soutenue à une distance de 90 cm. Si l'aérosol ne s'enflamme pas à une distance de 15 cm, il faut indiquer dans le procès-verbal que l'inflammation n'a pas eu lieu. Dans tous les autres cas, c'est la distance maximale entre le bec Bunsen et la valve du générateur d'aérosol, à laquelle l'aérosol a fait l'objet d'une

inflammation et d'une combustion soutenue, qui est considérée comme la distance d'inflammation ;

- q) Il faut aussi faire subir une épreuve à trois générateurs d'aérosol remplis de 10 à 12 % de leur contenance nominale. La distance entre la valve de ces générateurs et la flamme du bec Bunsen doit être la même que pour les générateurs pleins, augmentée de 15 cm ;
- r) Pulvériser le contenu d'un générateur d'aérosol rempli de 10 à 12 % de sa masse nominale par pulvérisations d'une durée de 30 s maximum. Attendre au moins 300 s entre chaque pulvérisation. Pendant ce laps de temps, le générateur doit être remis dans le bain d'eau aux fins de conditionnement ;
- s) Recommencer les étapes g) à n) sur des générateurs d'aérosol remplis de 10 à 12 % de leur contenance nominale, en sautant les étapes l) et m). Cette étape doit être réalisée alors que le générateur d'aérosol est placé dans une seule position, par exemple debout ou la tête en bas, qui doit être la même que celle dans laquelle l'inflammation s'est produite, si l'inflammation s'est effectivement produite ;
- t) Noter tous les résultats dans le tableau 31.4, comme indiqué ci-dessous.

31.4.3.2.1 Toutes les épreuves doivent être exécutées sous une hotte aspirante, dans un local pouvant être aéré. La hotte et la pièce peuvent être aérées pendant au moins 3 min après chaque épreuve. Prendre toutes les précautions nécessaires pour éviter d'inhaler les produits de combustion.

31.4.3.2.2 Les générateurs d'aérosol remplis de 10 à 12 % de leur contenance nominale ne doivent subir l'épreuve qu'une seule fois. Dans les tableaux, un seul résultat par générateur d'aérosol suffit.

31.4.3.2.3 Dans les cas où les résultats de l'épreuve sont négatifs lorsque le générateur d'aérosol a été essayé dans la position d'utilisation normale, l'épreuve doit être répétée dans la position du générateur d'aérosol dans laquelle les résultats ont le plus de chance d'être positifs.

31.4.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

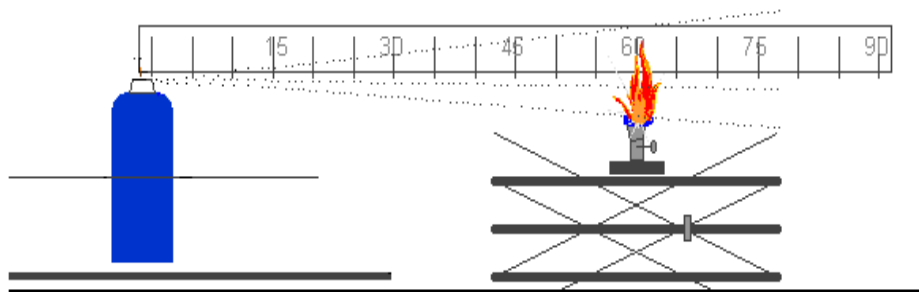
31.4.4.1 Tous les résultats doivent être enregistrés. Le tableau 31.4 ci-dessous est un exemple de « tableau de résultats » pouvant être utilisé.

Tableau 31.4 : Exemple de « tableau de résultats »

Date		Température Humidité relative								
					°C			%		
Nom du produit										
Volume net		Générateur 1			Générateur 2			Générateur 3		
Niveau initial de remplissage		%			%			%		
Distance entre le générateur et la flamme	Épreuve	1	2	3	1	2	3	1	2	3
15 cm	Inflammation ? oui/non									
30 cm	Inflammation ? oui/non									
45 cm	Inflammation ? oui/non									
60 cm	Inflammation ? oui/non									
75 cm	Inflammation ? oui/non									
90 cm	Inflammation ? oui/non									
Remarques (notamment la position du générateur)										

31.4.4.2 Les aérosols vaporisés doivent être classés conformément aux critères suivants :

Critères	Division selon le Règlement type	Catégorie selon le SGH
L'inflammation se produit à une distance de 75 cm au minimum, quelle que soit la chaleur de combustion	2.1	1
L'inflammation se produit à une distance inférieure à 75 cm avec une chaleur chimique de combustion égale ou supérieure à 20 kJ/g	2.1	2
L'inflammation se produit à une distance égale ou supérieure à 15 cm mais inférieure à 75 cm, avec une chaleur chimique de combustion inférieure à 20 kJ/g	2.1	2
Aucune inflammation ne se produit pendant l'épreuve d'inflammation à distance et la chaleur chimique de combustion est inférieure à 20 kJ/g	Effectuer l'épreuve d'inflammation dans un espace clos défini à la section 31.5	

Figure 31.4.1 : Installation pour l'épreuve d'inflammation à distance

31.5 Épreuve d'inflammation dans un espace clos

31.5.1 Introduction

31.5.1.1 La présente épreuve sert à déterminer l'inflammabilité, dans un espace clos, des produits vaporisés par les générateurs d'aérosol. Le contenu d'un générateur d'aérosol est vaporisé dans un récipient d'essai cylindrique contenant une bougie allumée. S'il se produit une inflammation visible, on note le temps écoulé et la quantité d'aérosol vaporisée.

31.5.2 Appareillage et matériel

31.5.2.1 L'appareillage suivant est nécessaire :

Chronomètre	(précision : $\pm 0,2$ s)
Bain d'eau maintenu à 20 °C	(précision : ± 1 °C)
Balance de laboratoire étalonnée	(précision : $\pm 0,1$ g)
Thermomètre	(précision : ± 1 °C)
Hygromètre	(précision : ± 5 %)
Baromètre	(précision : $\pm 0,1$ bar)
Récipient d'essai cylindrique	(voir ci-dessous).

31.5.2.2 Préparation de l'appareillage pour l'épreuve

31.5.2.2.1 Un récipient cylindrique d'une contenance d'environ 200 dm³ (55 gallons) et d'environ 600 mm de diamètre par 720 mm de long, ouvert à une extrémité, doit être modifié comme suit :

- Un couvercle articulé doit être adapté à l'extrémité ouverte du récipient ; ou
- Un film plastique de 0,01 à 0,02 mm d'épaisseur peut aussi être utilisé comme système de fermeture. Si tel est le cas, le film plastique doit être utilisé comme suit :
Étirer le film sur l'extrémité ouverte du fût et le maintenir en place au moyen d'une bande élastique. L'élasticité de la bande doit être telle que lorsqu'elle est placée autour du fût posé sur le côté, elle ne s'étire que de 25 mm sous une masse de 0,45 kg placée en son point le plus bas. Inciser le film sur 25 mm, en commençant à 50 mm du bord du fût. S'assurer que le film est tendu ;
- À l'autre extrémité du fût, percer un trou de 50 mm de diamètre, à 100 mm du bord, de telle sorte que cet orifice soit le point le plus haut lorsque le récipient est posé à plat et prêt pour l'épreuve (figure 31.5.1) ;
- Sur un support métallique de 200 mm × 200 mm, placer une bougie à la cire de paraffine mesurant entre 20 et 40 mm de diamètre et 100 mm de haut. Remplacer la bougie quand sa hauteur descend en dessous de 80 mm. La flamme de la bougie est protégée de l'aérosol par un déflecteur de 150 mm de large sur 200 mm de haut, incliné à 45° à partir d'une hauteur de 150 mm au-dessus de l'embase du déflecteur (figure 31.5.2) ;
- La bougie placée sur le support métallique doit être située à mi-distance entre les deux extrémités du fût (Figure 31.5.3) ;
- Le fût est posé à même le sol ou sur un support, dans un endroit où la température est comprise entre 15 °C et 25 °C. L'aérosol soumis à l'épreuve est vaporisé à l'intérieur du fût, d'une contenance approximative de 200 dm³, dans lequel sera placée la source d'inflammation.

31.5.2.2.2 Normalement, le produit quitte le générateur d'aérosol selon un angle de 90° par rapport à l'axe vertical du générateur. Les aménagements et la procédure décrits ici valent pour ce modèle. Pour les modèles de générateur d'aérosol inhabituels (par exemple à vaporisation verticale), il faut noter les modifications apportées au matériel et à la procédure conformément aux bonnes pratiques de travail en laboratoire, par exemple celles de la norme ISO/CEI 17025:1999 Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

Figure 31.5.1 : Fût pour l'épreuve d'inflammation dans un espace clos

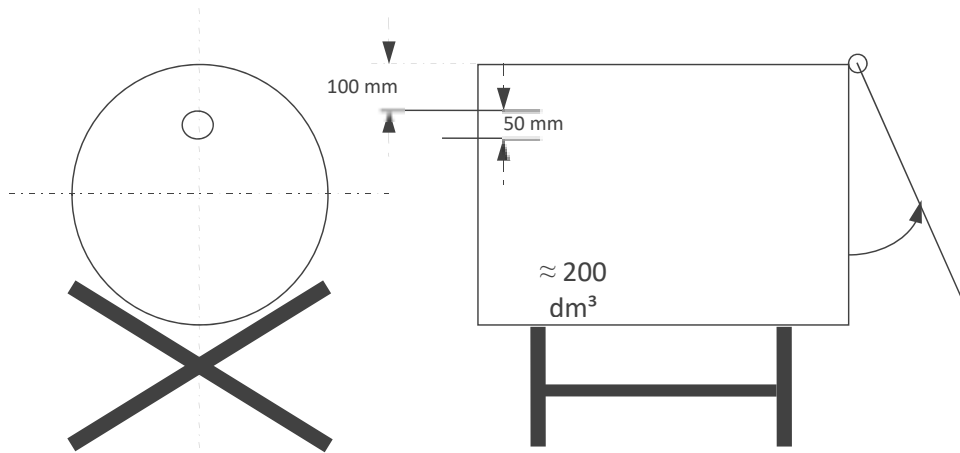


Figure 31.5.2 : Bougie pour l'épreuve d'inflammation dans un espace clos

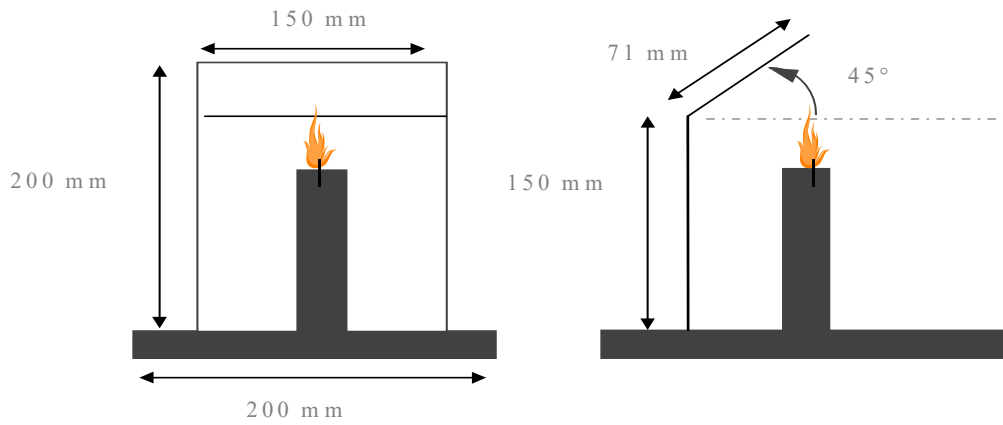
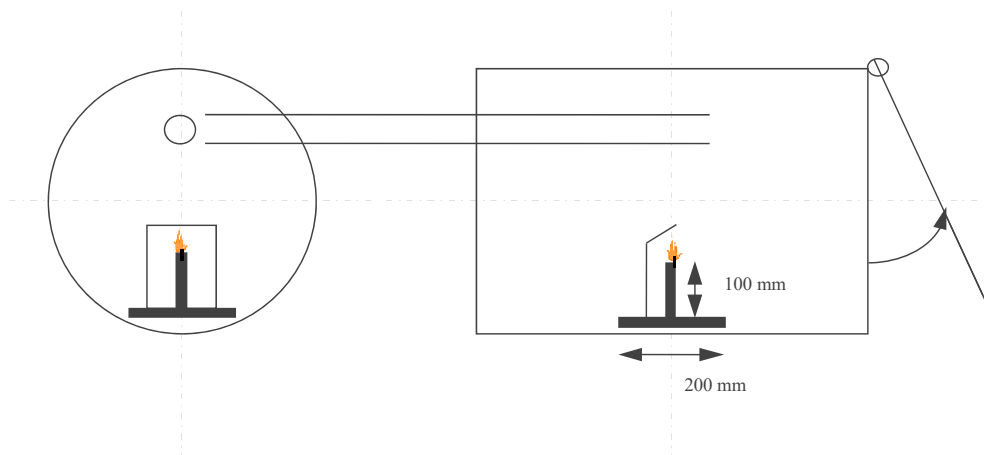


Figure 31.5.3 : Bougie sur son support métallique



31.5.3 Procédure

31.5.3.1 Prescriptions générales

31.5.3.1.1 Avant l'épreuve, chaque générateur d'aérosol doit être conditionné puis amorcé par pulvérisation pendant environ une seconde, afin de chasser toute matière non homogène contenue dans le tube plongeur.

31.5.3.1.2 Les consignes doivent être strictement appliquées y compris quand le générateur d'aérosol est prévu pour être utilisé debout ou la tête en bas. Si le générateur d'aérosol doit être secoué, ceci doit se faire immédiatement avant l'épreuve.

31.5.3.1.3 L'épreuve doit être effectuée dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré, à une température de 20 ± 5 °C et une humidité relative comprise entre 30 et 80 %.

31.5.3.2 Procédure d'épreuve

- a) Au moins trois générateurs d'aérosol pleins par produit doivent être conditionnés à une température de $20^{\circ} \pm 1$ °C dans un bain d'eau, dans lequel ils sont immergés à au moins 95 %, pendant au moins 30 min (en cas d'immersion totale, 30 min suffisent) ;
- b) Mesurer ou calculer le volume réel du fût, en dm³ ;
- c) Respecter les prescriptions générales. Enregistrer la température et l'humidité relative de la pièce ;
- d) Déterminer la pression intérieure et le débit initial à une température de 20 ± 1 °C (afin d'éliminer les générateurs d'aérosol mal ou partiellement remplis) ;
- e) Peser l'un des générateurs d'aérosol et noter sa masse ;
- f) Allumer la bougie et mettre en place le système de fermeture (couvercle ou film de plastique) ;
- g) Placer l'orifice de la valve du générateur d'aérosol à 35 mm – ou plus près encore s'il s'agit d'un générateur d'aérosol à champ de vaporisation large – du centre de l'orifice percé dans le fût. Déclencher le chronomètre et, conformément aux consignes, diriger le jet vers le centre de l'extrémité opposée (couvercle ou film de plastique). Le générateur d'aérosol doit être placé dans la position dans lequel il est censé être utilisé, par exemple debout ou la tête en bas ;
- h) Vaporiser jusqu'à inflammation de l'aérosol. Arrêter le chronomètre et noter le temps écoulé. Peser à nouveau le générateur d'aérosol et noter sa masse ;
- i) Aérer et nettoyer le fût afin d'en ôter tout résidu susceptible de fausser les résultats des essais suivants. Si nécessaire, laisser refroidir le fût ;
- j) Recommencer les étapes d) à i) de la procédure sur deux autres générateurs d'aérosol contenant le même produit (soit trois au total. Note : chaque générateur ne subit l'épreuve qu'une fois).

31.5.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

31.5.4.1 Un procès-verbal d'épreuve comportant au moins les indications suivantes doit être établi :

- a) Nature du produit soumis à l'épreuve et références de ce produit ;
- b) Pression intérieure et débit du générateur d'aérosol ;
- c) Température et hygrométrie relative de l'air dans la pièce ;
- d) Pour chaque épreuve, temps de vaporisation (en s) nécessaire pour l'inflammation de l'aérosol (si l'aérosol ne s'enflamme pas, le préciser) ;

- e) Masse du produit vaporisé lors de chaque épreuve (en g) ;
 f) Volume réel du fût (en dm³) ;

31.5.4.2 Le temps équivalent (t_{eq}) nécessaire à l'inflammation d'un mètre cube peut se calculer comme suit :

$$t_{eq} = \frac{1000 \times \text{temps de vaporisation (s)}}{\text{volume réel du fût (dm}^3\text{)}}$$

31.5.4.3 La densité de déflagration (D_{def}) nécessaire à l'inflammation pendant l'épreuve peut aussi se calculer comme suit :

$$D_{def} = \frac{1000 \times \text{masse de produit vaporisé (g)}}{\text{volume réel du fût (dm}^3\text{)}}$$

31.5.4.4 Les aérosols vaporisés, avec une chaleur chimique de combustion inférieure à 20 kJ/g pour lesquels aucune inflammation ne se produit lors de l'épreuve d'inflammation à distance (voir sous-section 31.4 du présent Manuel) sont classés conformément aux critères suivants :

Critères	Division selon le Règlement type	Catégorie selon le SGH
Le temps équivalent est inférieur ou égal à 300 s/m ³ ou la densité de déflagration est inférieure ou égale à 300 g/m ³	2.1	2
Le temps équivalent est supérieur à 300 s/m ³ et la densité de déflagration est supérieure à 300 g/m ³	2.2	3

31.6 Épreuve d'inflammation des mousses d'aérosol

31.6.1 Introduction

31.6.1.1 La présente épreuve sert à déterminer l'inflammabilité d'un aérosol vaporisé sous forme de mousse, de gel ou de pâte. Un aérosol se présentant sous forme de mousse, de gel ou de pâte est pulvérisé (environ 5 g) sur un verre de montre sous lequel est placée une source d'inflammation (bougie, allumette ou briquet, par exemple) pour surveiller l'inflammation et la combustion soutenue éventuelle de la mousse, du gel ou de la pâte. On entend par « inflammation » la présence d'une flamme stable durant au moins 2 s et mesurant au moins 4 cm de hauteur.

31.6.2 Appareillage et matériel

31.6.2.1 L'appareillage suivant est nécessaire :

Échelle graduée (support et pince)	(graduations en cm)
Verre de montre résistant au feu, d'environ 150 mm de diamètre	
Chronomètre	(précision : ± 0,2 s)
Bougie, allumette ou briquet, par exemple	
Balance de laboratoire étalonnée	(précision : ± 0,1 g)
Bain d'eau maintenu à 20 °C	(précision : ± 1 °C)
Thermomètre	(précision : ± 1 °C)
Hygromètre	(précision : ± 5 %)
Baromètre	(précision : ± 0,1 bar)

31.6.2.2 Le verre de montre est posé sur un support résistant au feu, dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré après chaque épreuve. L'échelle graduée est positionnée exactement derrière le verre de montre et maintenue verticale au moyen d'un support et d'une pince.

31.6.2.3 L'échelle graduée est positionnée de telle sorte que son point zéro coïncide avec la base du verre de montre sur un plan horizontal.

31.6.3 *Procédure*

31.6.3.1 *Prescriptions générales*

31.6.3.1.1 Avant l'épreuve, chaque générateur d'aérosol doit être conditionné puis amorcé par pulvérisation pendant environ 1 s afin de chasser toute matière non homogène du tube plongeur.

31.6.3.1.2 Les consignes doivent être strictement appliquées y compris quand le générateur d'aérosol est prévu pour être utilisé debout ou la tête en bas. Si le générateur d'aérosol doit être secoué, ceci doit se faire immédiatement avant l'épreuve.

31.6.3.1.3 Les épreuves doivent être effectuées dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré, à une température de $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et une humidité relative comprise entre 30 et 80 %.

31.6.3.2 *Procédure d'épreuve*

- a) Au moins quatre générateurs d'aérosol pleins par produit sont conditionnés à une température de $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, et immergés à au moins 95 % dans l'eau pendant au moins 30 min avant chaque épreuve (en cas d'immersion totale, 30 min suffisent) ;
- b) Suivre les prescriptions générales. Relever la température et l'humidité relative du local ;
- c) Déterminer la pression interne à une température de $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, afin d'éliminer les générateurs d'aérosol mal ou partiellement remplis ;
- d) Déterminer le débit du générateur d'aérosol de façon à mieux évaluer la quantité d'aérosol pulvérisée ;
- e) Peser un générateur d'aérosol et noter sa masse ;
- f) Compte tenu de la quantité d'aérosol pulvérisée ou du débit, et conformément aux consignes du fabricant, vaporiser environ 5 g d'aérosol au centre d'un verre de montre propre, de façon à constituer un monticule d'une hauteur maximum de 25 mm ;
- g) Dans les cinq secondes suivant la fin de la vaporisation, placer la source d'inflammation au bord de l'échantillon et simultanément déclencher le chronomètre. Si nécessaire, éloigner la source d'inflammation du bord de l'échantillon au bout de deux secondes environ pour s'assurer que l'inflammation a bien eu lieu. Si l'échantillon n'est manifestement pas enflammé, remettre la source d'inflammation au bord de l'échantillon ;
- h) En cas d'inflammation, noter les renseignements suivants :
 - i) Hauteur maximum de la flamme, en cm, au-dessus de la base du verre de montre ;
 - ii) Durée de la flamme en secondes ;
 - iii) Sécher et repeser le générateur d'aérosol et calculer la masse d'aérosol vaporisée ;
- i) Aérer le local d'épreuve immédiatement après chaque épreuve ;
- j) Si l'inflammation ne se produit pas et que l'aérosol vaporisé reste sous forme de mousse ou de pâte pendant toute l'épreuve, recommencer les étapes e) à i) au bout de 30 secondes, d'une minute, de deux minutes ou de quatre minutes, replacer la source d'inflammation à proximité de l'échantillon ;
- k) Recommencer les étapes e) à j) deux fois (soit un total de trois) sur le même générateur d'aérosol ;

- l) Recommencer les étapes e) à k) sur deux autres générateurs d'aérosol (soit trois générateurs) contenant le même produit.

31.6.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

31.6.4.1 Un procès-verbal d'épreuve comportant au moins les indications suivantes doit être établi :

- a) Inflammabilité du produit ;
- b) Hauteur maximum de la flamme en cm ;
- c) Durée de la flamme en secondes ;
- d) Masse du produit soumis à l'épreuve.

31.6.4.2 Les mousses d'aérosols doivent être classées conformément aux critères ci-dessous :

Critères	Division selon le Règlement type	Catégorie selon le SGH
La hauteur de flamme est égale ou supérieure à 20 cm et la durée de flamme est égale à 2 s ou plus	2.1	1
La hauteur de la flamme est égale ou supérieure à 4 cm et la durée de flamme est égale ou supérieure à 7 s	2.1	1
La hauteur de la flamme est égale ou supérieure à 4 cm et la durée de flamme est égale ou supérieure à 2 s	2.1	2
La hauteur de la flamme est inférieure ou égale à 4 cm et la durée de flamme est inférieure ou égale à 2 s (le cas échéant)	2.2	3

SECTION 32

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES LIQUIDES ET AUX LIQUIDES INFLAMMABLES

32.1 **Objet**

Cette section présente le système ONU de classement des matières explosibles désensibilisées liquides et des liquides inflammables (classe 3/catégories 1 à 4). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés au chapitre 2.3 du Règlement type et au chapitre 2.6 du SGH et les méthodes d'épreuve décrites aux sections 32.4 et 32.5 du présent Manuel. Le NOTA 2 du paragraphe 2.1.2.2 du SGH devrait aussi être pris en considération.

32.2 **Domaine d'application**

32.2.1 Les matières explosibles désensibilisées liquides sont des matières explosibles qui sont mises en solution ou en suspension dans l'eau ou dans d'autres liquides de manière à former un mélange liquide homogène n'ayant plus de propriétés explosives (voir 2.3.1.4 du Règlement type).

32.2.2 Ne sont classées comme liquides inflammables que les matières dont le point d'éclair ne dépasse pas 60 °C en creuset fermé ou 65,6 °C en creuset ouvert ou encore, dans le cas des matières transportées ou présentées au transport à température élevée, celles d'entre elles qui dégagent des vapeurs inflammables à une température égale ou inférieure à la température maximale de transport. Toutefois, les liquides ayant un point d'éclair supérieur à 35 °C sans dépasser 60 °C peuvent être considérés comme ininflammables à certaines fins (par exemple aux fins de transport) s'ils n'entretiennent pas la combustion (c'est-à-dire s'ils ont obtenu un résultat négatif à l'épreuve de combustion entretenue L.2 définie à la sous-section 32.5.2 du présent Manuel).

32.2.3 Les liquides inflammables inscrits par leur nom dans la liste de marchandises dangereuses du chapitre 3.2 du Règlement type sont à considérer comme chimiquement purs. Dans la pratique, les marchandises transportées sous l'appellation de telles matières sont souvent des produits commerciaux pouvant contenir des matières ajoutées ou des impuretés. Il est donc possible que des liquides qui ne figurent pas dans la liste parce que leur point d'éclair à l'état pur est de plus de 60 °C en creuset fermé ou plus de 65,6 °C en creuset ouvert soient classés comme matières liquides inflammables « génériques » ou « non spécifiées par ailleurs » ayant un point d'éclair égal ou inférieur à cette limite. Il peut arriver aussi que des liquides qui, à l'état pur, seraient à classer dans le groupe d'emballage III/la catégorie 3 relèvent en fait du groupe d'emballage II/de la catégorie 2 en tant que produits commerciaux, à cause de la présence de matières ajoutées ou d'impuretés.

32.2.4 Pour ces raisons, il faut user de prudence en consultant les listes, qui n'ont qu'une valeur indicative. En cas de doute, il convient de vérifier par des essais le point d'éclair en question.

32.2.5 Les liquides sont tenus pour non combustibles (c'est-à-dire qu'ils n'entretiennent pas la combustion dans des conditions d'épreuve définies) s'ils donnent un résultat négatif lorsqu'ils sont soumis à l'épreuve de combustibilité appropriée (voir 32.5.2) ou si leur point de feu, selon la norme ISO 2592, est supérieur à 100 °C ou encore s'il s'agit de solutions miscibles contenant plus de 90 % d'eau, en masse.

32.3 **Procédures de classement**

32.3.1 *Liquides inflammables*

32.3.1.1 On utilisera le tableau 32.1 pour classer les liquides inflammables selon leur degré de danger.

32.3.1.2 Pour les liquides dont le seul danger est l'inflammabilité, le groupe d'emballage est celui qu'indique le tableau 32.1.

32.3.1.3 Pour un liquide présentant un ou plusieurs autres dangers, il faudra prendre en considération le groupe d'emballage déterminé conformément au tableau 32.1 et celui lié à la gravité du ou des dangers supplémentaires. Dans de tels cas, on se reportera au tableau de l'ordre de prépondérance des caractéristiques de danger indiqué à la section 2.0.3 du chapitre 2.0 du Règlement type. C'est le groupe d'emballage correspondant au danger le plus grave qui sera retenu.

Tableau 32.1 : Classement par groupe en fonction de l'inflammabilité

Critères	Règlement type Groupe d'emballage	Catégorie selon le SGH
Point d'éclair <23 °C et point initial d'ébullition ≤35° C	I	1
Point d'éclair <23 °C et point initial d'ébullition >35° C	II	2
Point d'éclair ≥ 23 °C et ≤60 °C et point initial d'ébullition >35 °C	III	3
Point d'éclair >60 °C et ≤93 °C	<i>Sans objet</i>	4

NOTA : *Le critère du point initial d'ébullition >35 °C pour le groupe d'emballage III/la catégorie 3 n'est pas utilisé actuellement dans le SGH.*

32.3.2 *Matières explosibles désensibilisées liquides*

32.3.2.1 Cette sous-section présente le système du Règlement type de classification des matières désensibilisées liquides en tant que liquides inflammables (voir le paragraphe 2.3.1.4 du Règlement type et le NOTA 2 au paragraphe 2.1.1 du SGH). Les matières explosibles désensibilisées sont des matières qui sont mises en solution ou en suspension dans l'eau ou dans d'autres liquides de manière à former un mélange liquide homogène n'ayant plus de propriétés explosives.

32.3.2.2 Lorsqu'une matière satisfait aux critères de classification en tant que matière explosible mais subit une dilution pour être exemptée de cette classe par les épreuves de la série 6 (voir la section 16), cette matière diluée, si elle répond aux critères de classification ou à la définition d'une autre classe de danger, doit être classée dans cette classe à la concentration la plus élevée qui l'exempte de la classe des matières et objets explosibles. Suffisamment diluées, ces matières peuvent être réputées non dangereuses à certaines fins réglementaires (par exemple aux fins de transport) (voir aussi le paragraphe 2.1.3.6.3 du Règlement type).

32.3.2.3 La procédure de classement des matières explosibles désensibilisées liquides aux fins de la distribution et de l'utilisation (y compris le stockage) selon le SGH est présentée dans la section 51.

32.4 **Méthodes d'épreuve utilisées pour déterminer le point d'éclair et la viscosité**

32.4.1 *Épreuves pour liquides inflammables non visqueux*

Les méthodes ci-après peuvent être utilisées pour déterminer le point d'éclair des liquides inflammables :

Normes internationales :

ISO 1516
 ISO 1523
 ISO 2719
 ISO 13736
 ISO 3679
 ISO 3680

Normes nationales :

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:

Norme française NF M07-019
Norme française NF M07-011 / NF T30-050 / NF T66-009
Norme française NF M07-036

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

Norme DIN 51755 (points d'éclair inférieurs à 65 °C)

Comité d'État pour la normalisation, Conseil des ministres, 113813, GSP, Moscou M-49, Leninsky Prospect 9:

GOST 12.1.044-84.

32.4.2 *Épreuves pour matières visqueuses inflammables ayant un point d'éclair de moins de 23 °C*

32.4.2.1 Le groupe de danger des peintures, émaux, laques, vernis, adhésifs, produits de polissage et autres matières liquides visqueuses inflammables ayant un point d'éclair de moins de 23 °C est établi comme indiqué à la sous-section 2.3.2.2 du Règlement type compte tenu :

- a) de la viscosité, déterminée pour le temps d'écoulement en secondes (voir 32.4.3) ;
- b) du point d'éclair en creuset fermé (voir 32.4.2.2) ; et
- c) d'une épreuve de séparation du solvant (voir 32.5.1).

32.4.2.2 Le point d'éclair en creuset fermé est déterminé conformément à la norme ISO 1523:1983 pour les peintures et vernis. Lorsque la température du point d'éclair est trop basse pour que l'on puisse utiliser l'eau dans le récipient du bain liquide, les modifications suivantes sont apportées :

- a) Utiliser de l'éthylène glycol dans le récipient du bain liquide ou prendre un autre récipient approprié ;
- b) Au besoin, l'échantillon et l'appareillage peuvent être amenés, dans un réfrigérateur, à une température plus basse que celle que requiert la méthode de détermination du point d'éclair présumé. Pour les températures plus basses, on devra refroidir l'échantillon et l'appareillage à une température appropriée en ajoutant, lentement, à l'éthylène glycol du dioxyde de carbone solide, l'échantillon étant refroidi de la même façon dans un autre récipient contenant de l'éthylène glycol ;
- c) Pour obtenir des points d'éclair fiables, il importe de ne pas dépasser la vitesse recommandée d'élévation de température de l'échantillon. Selon le volume du bain liquide et la quantité d'éthylène glycol qu'il contient, il peut devenir nécessaire d'isoler partiellement le bain pour ralentir suffisamment l'élévation de la température.

32.4.3 *Épreuve de viscosité*

Le temps d'écoulement en secondes est déterminé à 23 °C en utilisant le creuset normalisé ISO avec un ajutage de 4 mm (ISO 2431:1984). Lorsque le temps d'écoulement dépasse 100 s, on effectue un deuxième essai en utilisant le creuset normalisé ISO avec un ajutage de 6 mm.

32.5 **Méthodes d'épreuve pour la séparation du solvant et la combustion entretenue**

32.5.1 *Épreuve L.1 : Épreuve de séparation du solvant*

32.5.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer le degré de séparation du solvant dans les liquides visqueux tels que les peintures, les émaux, les vernis, les adhésifs et les produits de polissage.

32.5.1.2 *Appareillage et matériels*

Une éprouvette graduée de 100 ml munie d'un bouchon, d'une hauteur totale d'environ 25 cm et d'un diamètre intérieur uniforme d'environ 3 cm dans la section graduée.

32.5.1.3 *Mode opératoire*

Agiter la peinture pour obtenir une consistance uniforme et la verser dans l'éprouvette jusqu'à la marque de 100 ml. Boucher, puis laisser reposer pendant 24 heures. Ensuite, mesurer la hauteur de la couche supérieure séparée.

32.5.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

La hauteur de la couche supérieure séparée est exprimée en pourcentage de la hauteur totale de l'échantillon. Si moins de 3 % de solvant limpide se sépare, la matière peut être affectée au groupe d'emballage III (voir 2.3.2.2 du Règlement type) ou ne pas être visée par le Règlement type (voir 2.3.2.5 du Règlement type).

32.5.2 *Épreuve L.2 : Épreuve de combustion entretenue*

32.5.2.1 *Introduction*

La présente épreuve sert à déterminer si une matière entretient la combustion lorsqu'elle est chauffée dans les conditions définies pour l'épreuve et exposée à une flamme. À cette fin, on utilise un bloc métallique comportant une concavité (cavité à échantillon), chauffé à une température donnée. Un volume connu de matière à éprouver est posé dans la cavité et l'on note son aptitude à entretenir la combustion après application momentanée d'une flamme normalisée dans des conditions bien définies.

32.5.2.2 *Appareillage et matériels*

32.5.2.2.1 On utilise un bloc en alliage d'aluminium ou d'autre métal résistant à la corrosion et doué d'une bonne conductivité thermique. Le bloc comporte une cavité à échantillon et un trou pour le logement d'un thermomètre. Un petit bec à gaz monté sur bras articulé est fixé au bloc. Le levier du bras et l'arrivée de gaz sont montés à l'angle qui convient par rapport au bec. Les figures 32.5.2.1 et 32.5.2.2 donnent un schéma succinct de l'appareil correspondant à cette description. Le matériel suivant est aussi indispensable :

- a) *Jauge*, permettant de vérifier que la hauteur du centre du bec de gaz à la verticale de la cavité à échantillon est de 2,2 mm (figure 32.5.2.1) ;
- b) *Thermomètre* à mercure, en verre, pouvant fonctionner horizontalement, avec une sensibilité d'au moins 1 mm/°C ou tout autre dispositif de thermométrie de sensibilité équivalente donnant des indications à des intervalles de 0,5 °C. Une fois inséré dans le

bloc, le réservoir du thermomètre doit être entouré d'un corps thermoplastique conducteur de la chaleur ;

- c) *Plaque chauffante* thermostatée (d'autres dispositifs pourvus d'un réglage approprié de la température peuvent aussi servir à chauffer le bloc métallique) ;
- d) *Chronomètre* ou autre dispositif approprié de chronométrage ;
- e) *Seringue* permettant de mesurer 2 ml avec une précision de $\pm 0,1$ ml ;
- f) *Combustible* : butane.

32.5.2.2.2 L'échantillon, qui sera représentatif de la matière à éprouver, est à fournir et à garder dans un récipient étanche avant l'épreuve. Considérant le risque de perte de constituants volatils, l'échantillon ne doit subir que le traitement minimum nécessaire pour en assurer l'homogénéité. Après prélèvement de chaque portion d'essai, le récipient contenant l'échantillon doit être bien refermé pour éviter la fuite des fractions volatiles éventuelles ; si le bouchage est incomplet, il faut prendre un échantillon entièrement neuf.

32.5.2.3 *Mode opératoire*

32.5.2.3.1 Il est impératif que l'appareil soit installé dans un endroit complètement à l'abri des courants d'air et pas trop violemment éclairé, afin de faciliter l'observation d'un éclair, d'une flamme, etc.¹

32.5.2.3.2 Poser le bloc métallique sur la plaque chauffante ou le chauffer par tout autre moyen approprié jusqu'à ce qu'il atteigne la température voulue (indiquée par le thermomètre incorporé) à 1 °C près. La température d'épreuve est 60,5 °C ou 75 °C (voir 32.5.2.3.8). Ajuster cette température en fonction de la différence entre la pression barométrique et la pression atmosphérique normale (101,3 kPa), en la relevant ou en l'abaissant selon que la pression est plus élevée ou moindre, à raison de 1,0 °C par multiple de 4 kPa d'écart. La partie supérieure du bloc métallique doit être bien horizontale. Vérifier avec la jauge que le bec de gaz se trouve à 2,2 mm au-dessus de la cavité à échantillon, en position d'épreuve.

32.5.2.3.3 Allumer le bec écarté de la position d'épreuve (c'est-à-dire dans la position « repos », à distance de la cavité). Régler la flamme de sorte qu'elle mesure 8 à 9 mm de haut et environ 5 mm de large.

32.5.2.3.4 Avec la seringue, prélever dans le récipient contenant l'échantillon au moins 2,0 ml de liquide, injecter rapidement la portion d'essai de 2,0 ml $\pm 0,1$ ml dans la cavité du bloc et mettre immédiatement en marche le chronomètre.

32.5.2.3.5 Après un intervalle de chauffe de 60 s, suffisant pour que l'échantillon atteigne sa température d'équilibre, on observe si celui-ci n'a pas pris feu ; si tel n'est pas le cas, pousser le bec allumé en position d'épreuve au-dessus du bord de la cavité garnie de liquide. Le maintenir dans cette position pendant 15 s puis le repousser dans sa position « repos » tout en observant le comportement de l'échantillon. Le bec doit rester allumé pendant toute la durée de l'épreuve.

32.5.2.3.6 L'épreuve est à exécuter trois fois. Lors de chaque essai, observer et enregistrer :

- a) La présence ou l'absence d'inflammation et de combustion entretenue ou de flamboiement de l'échantillon avant que le bec allumé ne soit placé dans la position d'épreuve ;
- b) L'inflammation éventuelle de l'échantillon lorsque le bec allumé est mis en position d'épreuve et, si tel est le cas, pendant combien de temps la combustion est entretenue après que le bec est repoussé dans sa position « repos ».

32.5.2.3.7 Si une combustion entretenue, aux termes du paragraphe 32.5.2.4, n'est pas observée, répéter l'opération complète avec de nouvelles portions d'échantillon, mais avec un temps de chauffage de 30 s.

¹ **Attention : ne pas exécuter l'épreuve dans une petite enceinte confinée (par exemple, boîte à gants) en raison du danger d'explosion.**

32.5.2.3.8 Si une combustion entretenue, aux termes du paragraphe 32.5.2.4, n'est pas observée à la température d'épreuve de 60,5 °C, répéter l'ensemble des opérations avec de nouvelles portions d'échantillon, mais à une température d'épreuve de 75 °C.

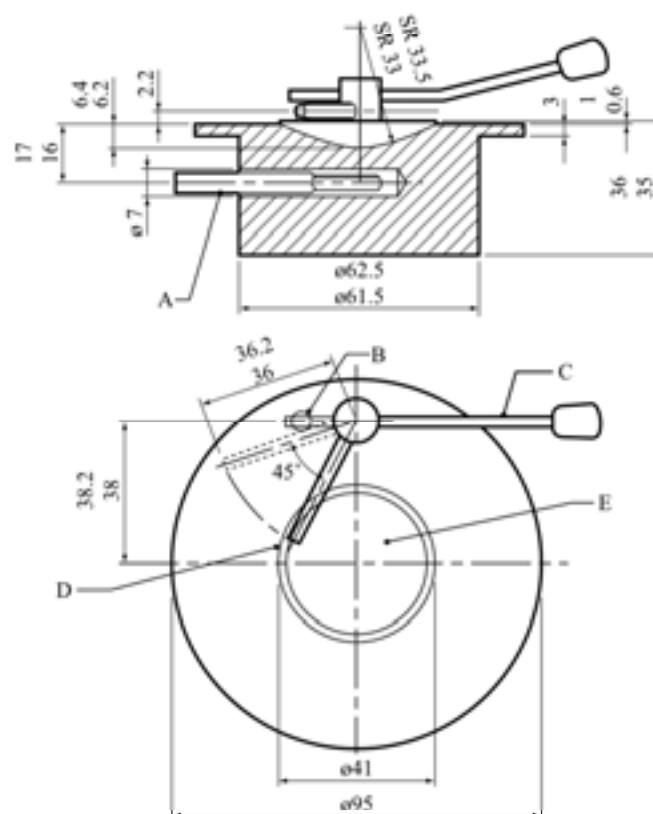
32.5.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Selon les résultats, la matière sera considérée comme entretenant ou n'entretenant pas la combustion. On considérera qu'il y a combustion entretenue selon la durée de chauffage ou la température d'épreuve si l'on observe ce qui suit pour l'une quelconque des portions d'essai :

- a) Le bec allumé étant dans la position « repos », l'échantillon s'enflamme et entretient sa combustion ;
- b) Le bec allumé étant placé pendant 15 s en position d'épreuve, l'échantillon s'enflamme et sa combustion continue pendant plus de 15 s après retour du bec en position « repos ».

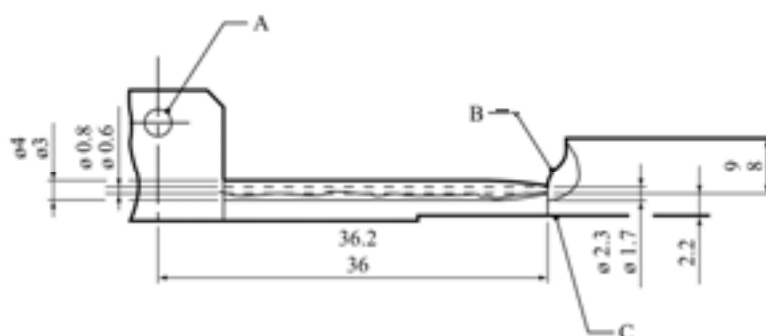
Un flamboiement intermittent ne doit pas être interprété comme signe d'une combustion entretenue. Normalement, au bout de la période de 15 s, on peut déterminer avec certitude si la combustion s'est arrêtée ou si elle se poursuit. En cas de doute, la matière doit être réputée entretenir la combustion.

Figure 32.5.2.1 : Dispositif pour l'épreuve de combustion entretenue



-
- (A) Thermomètre
 - (B) Taquet
 - (C) Levier
 - (D) Bec à gaz
 - (E) Cavité à échantillon
-

Figure 32.5.2.2 : Bec à gaz et flamme



-
- (A) Arrivée de gaz (butane)
 - (B) Flamme d'épreuve
 - (C) Cavité à échantillon
-

32.6 Méthodes d'épreuve utilisées pour déterminer le point initial d'ébullition

Les méthodes ci-après peuvent être utilisées pour déterminer le point initial d'ébullition des liquides inflammables :

Normes internationales :

ISO 3924

ISO 4626

ISO 3405

Normes nationales :

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

Autres méthodes acceptables :

Méthode A2, telle que décrite en Partie A de l'Annexe du Règlement (CE) No 440/2008 de la Commission².

² Règlement (CE) No 440/2008 de la Commission du 30 mai 2008 établissant des méthodes d'essai conformément au règlement (CE) No 1907/2006 du Parlement européen et du Conseil concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH) (Journal officiel de l'Union européenne, No L 142 du 31.05.2008, p.1-739).

SECTION 33

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES SOLIDES INFLAMMABLES, AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES, AUX MATIÈRES SPONTANÉMENT INFLAMMABLES ET AUX MATIÈRES QUI, AU CONTACT DE L'EAU, DÉGAGENT DES GAZ INFLAMMABLES

33.1 Introduction

La section 33 du Manuel comprend les procédures de classement, les méthodes d'épreuve et les critères pour les matières solides inflammables, les matières explosibles désensibilisées, les matières spontanément inflammables et les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables.

33.2 Matières solides inflammables

33.2.1 *Objet*

33.2.1.1 La section 33.2.3 présente le système ONU de classement des matières solides facilement inflammables (voir la sous-section 2.4.2.2 du Règlement type et le chapitre 2.7 du SGH). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés aux paragraphes 2.4.2.2.2 et 2.4.2.2.3 du Règlement type, au paragraphe 2.7.2 du SGH, et suivant le diagramme de décision reproduit dans la figure 33.2.1.3 et les méthodes d'épreuve décrites à la section 33.2.4.

33.2.1.2 Pour pouvoir distinguer les matières qui sont simplement inflammables des matières qui brûlent rapidement ou qui ont des caractéristiques de combustion particulièrement dangereuses, seules les matières dont la vitesse de combustion dépasse un certain seuil sont classées dans la classe des matières solides inflammables.

33.2.1.3 Les procédures d'épreuve décrites dans le présent Manuel permettent d'évaluer de façon satisfaisante le danger relatif que représentent les matières solides facilement inflammables, ce qui permet de procéder à un classement approprié de ces matières.

33.2.2 *Domaine d'application*

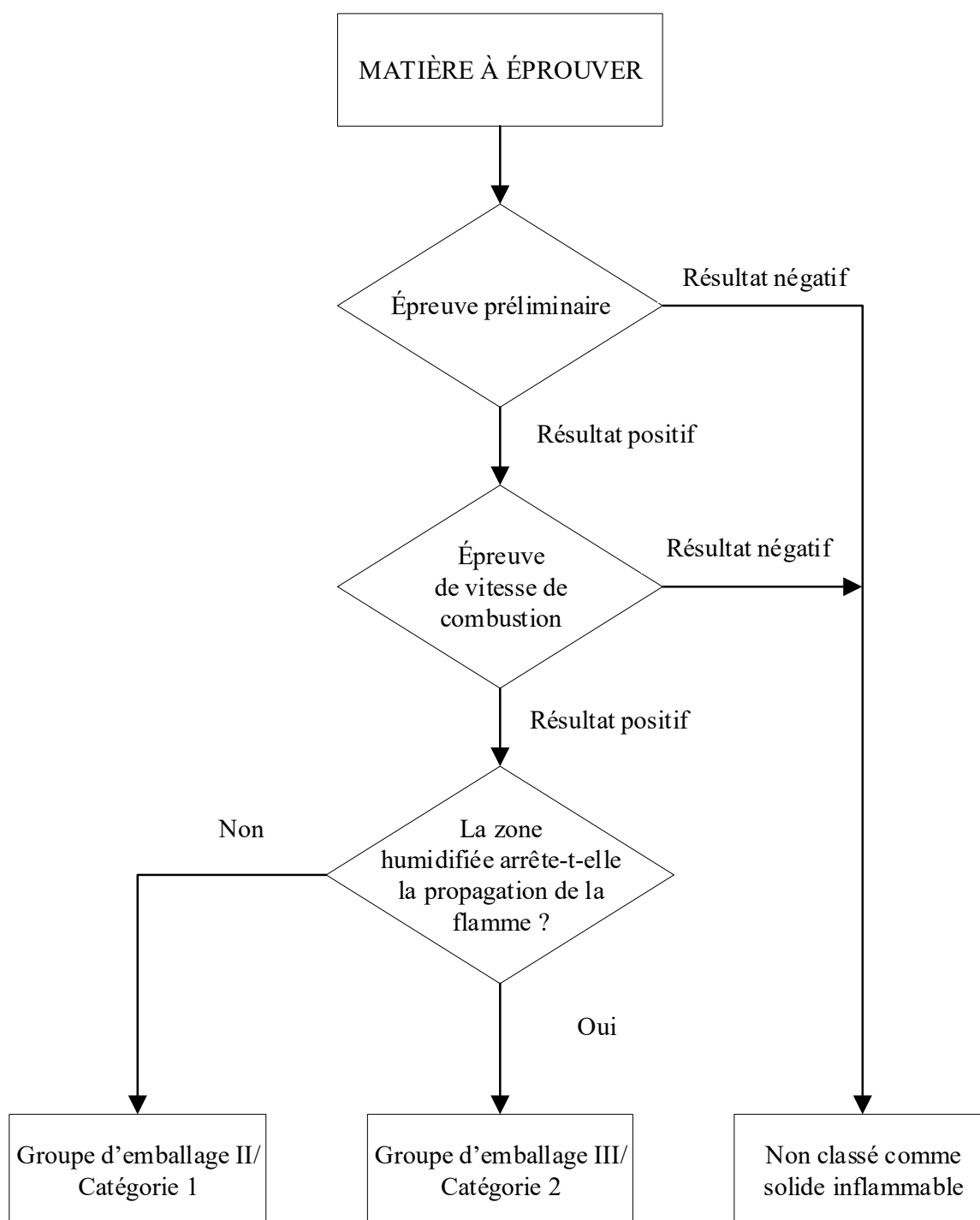
33.2.2.1 Les produits doivent être classés conformément aux critères énoncés aux paragraphes 2.4.2.2.2 et 2.4.2.2.3 du Règlement type et au paragraphe 2.7.2 du SGH, sauf si cela est impossible (par exemple pour des raisons liées à l'état physique). Les matières qui ne peuvent pas être éprouvées sont à classer par analogie avec les rubriques existantes (voir le paragraphe 2.4.2.2.2.2 du Règlement type).

33.2.3 *Procédure de classement pour les matières solides inflammables*

33.2.3.1 Une épreuve de présélection est effectuée pour déterminer s'il y a propagation de la combustion avec ou sans flamme en cas d'inflammation par une flamme de gaz. En cas de propagation avant l'écoulement d'un laps de temps donné, il faut procéder à l'ensemble des épreuves pour déterminer la vitesse et l'intensité de la combustion.

33.2.3.2 Les épreuves ne sont à effectuer que sur des matières granulées, pulvérulentes ou pâteuses. Si dans l'épreuve de présélection, une matière donnée ne s'enflamme pas et que l'on n'observe aucune propagation de la combustion avec ou sans flamme, il n'est pas nécessaire de mener à terme l'épreuve de vitesse de combustion, la matière en question n'étant pas un solide inflammable. S'il y a propagation et si la durée de combustion est inférieure au temps critique, il faut effectuer l'ensemble de l'épreuve de vitesse de combustion. Les résultats de l'épreuve montrent si la matière est un solide inflammable et, dans l'affirmative, dictent son affectation au groupe d'emballage II/à la catégorie 1 ou au groupe d'emballage III/à la catégorie 2.

Figure 33.2.3 : Diagramme de décision pour la classification des matières solides inflammables



33.2.4 *Épreuve N. 1 : Méthode d'épreuve pour les matières solides inflammables*

33.2.4.1 *Introduction*

L'aptitude d'une matière à propager la combustion est mise à l'épreuve en enflammant la matière et en calculant la durée de combustion.

33.2.4.2 *Appareillage et matériels*

Un moule de section triangulaire ayant 250 mm de longueur, 10 mm de profondeur et 20 mm de largeur sert à étaler l'échantillon pour l'épreuve de vitesse de combustion. Le moule est bordé longitudinalement par deux plaques métalliques latérales qui dépassent de 2 mm le bord supérieur de la section triangulaire (figure 33.2.4.1). Une plaque étanche, non combustible et de faible conductivité thermique est utilisée pour soutenir l'échantillon sur toute sa longueur.

33.2.4.3 *Mode opératoire*

33.2.4.3.1 *Épreuve de présélection*

Sur une plaque non imprégnable, de faible conductivité thermique et maintenue à la température ambiante, on dépose un échantillon de la matière sous sa forme commerciale, en un cordon ou une traînée de poudre continue d'environ 250 mm de long sur 20 mm de large et 10 mm de haut. Une flamme chaude (température minimale 1 000 °C) produite par un brûleur à gaz (diamètre minimal 5 mm) est appliquée à une extrémité de l'échantillon jusqu'à ce que la matière s'enflamme, mais pendant une durée maximale de 2 min (ou de 5 min pour les poudres de métaux ou d'alliages de métaux). On note si la combustion s'est propagée sur une longueur de 200 mm pendant la durée d'épreuve de 2 min (ou de 20 min pour les poudres métalliques). S'il n'y a pas inflammation de la matière, ni propagation de la combustion avec ou sans flamme sur les 200 mm de mesure pendant la durée d'épreuve de 2 min (ou de 20 min selon le cas), la matière n'est pas à classer dans la catégorie des matières solides inflammables et n'a pas à être soumise à d'autres épreuves. S'il y a propagation de la combustion sur les 200 mm de mesure en moins de 2 min, ou respectivement en moins de 20 min pour les poudres métalliques, la matière doit être soumise au programme d'épreuve complet décrit en 33.2.4.3.2.

33.2.4.3.2 *Épreuve de vitesse de combustion*

33.2.4.3.2.1 On verse dans le moule la matière en poudre ou en granules, sous sa forme commerciale, sans la comprimer. On laisse tomber le moule trois fois d'une hauteur de 20 mm sur une surface dure. Les plaques latérales sont ensuite enlevées et la plaque de base d'un matériau non imprégnable, non combustible et de faible conductivité thermique est posée sur le moule ; l'ensemble est alors retourné et le moule enlevé. S'il s'agit de matière pâteuse, on dépose sur une surface en matériau non combustible un cordon de 250 mm de long et d'une section de 100 mm² environ. Pour les matières sensibles à l'humidité, on doit exécuter l'épreuve dès que la matière est sortie de son emballage. On place l'échantillon dans le courant d'air d'une hotte d'aspiration. La vitesse de l'air dans cette dernière, qui doit être suffisante pour empêcher les fumées de s'en échapper, doit rester constante au cours de l'épreuve. Un paravent peut être installé autour du dispositif.

33.2.4.3.2.2 Pour les matières autres que les poudres métalliques, on verse goutte à goutte 1 ml d'une solution humidifiante sur l'échantillon, à 30-40 mm au-delà de la zone de mesure de 100 mm. La solution doit imprégner toute la section de l'échantillon sans couler sur les côtés. On doit s'efforcer de mouiller une longueur la plus courte possible sans déperdition latérale. Pour de nombreuses matières, l'eau pure tend à ruisseler sur les flancs du tas sans pénétrer ; il peut alors être nécessaire d'y ajouter des agents mouillants. Ces agents mouillants ne doivent pas contenir de diluants combustibles, et la proportion de matière active totale dans la solution humidifiante ne doit pas dépasser 1 %. Le liquide peut être versé dans un creux de 3 mm de profondeur et de 5 mm de diamètre ménagé au sommet du tas.

33.2.4.3.2.3 Par un moyen approprié, tel qu'une flamme de petite dimension ou un fil chauffé à 1 000 °C, on enflamme l'échantillon à une extrémité. Lorsque celui-ci a brûlé sur 80 mm, on mesure la vitesse de combustion sur les 100 mm suivants. Pour les matières autres que les poudres métalliques, on note si la zone

humidifiée a arrêté ou non la propagation de la flamme pendant au moins 4 minutes. L'essai est répété six fois, sur une plaque refroidie et nettoyée, à moins qu'un résultat positif ne soit obtenu avant la fin de la série.

33.2.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

33.2.4.4.1 Une matière en poudre, en granulés ou en pâte est classée comme matière solide inflammable si la durée de combustion, lors d'un ou plusieurs essais exécutés conformément à la méthode d'épreuve décrite sous 33.2.4.3.2, est inférieure à 45 s, ou en d'autres termes si la vitesse de combustion est supérieure à 2,2 mm/s. Les poudres de métaux ou d'alliages métalliques sont classées dans la division 4.1 s'il y a inflammation et si la réaction se propage sur toute la longueur de l'échantillon (100 mm) en 10 min ou moins.

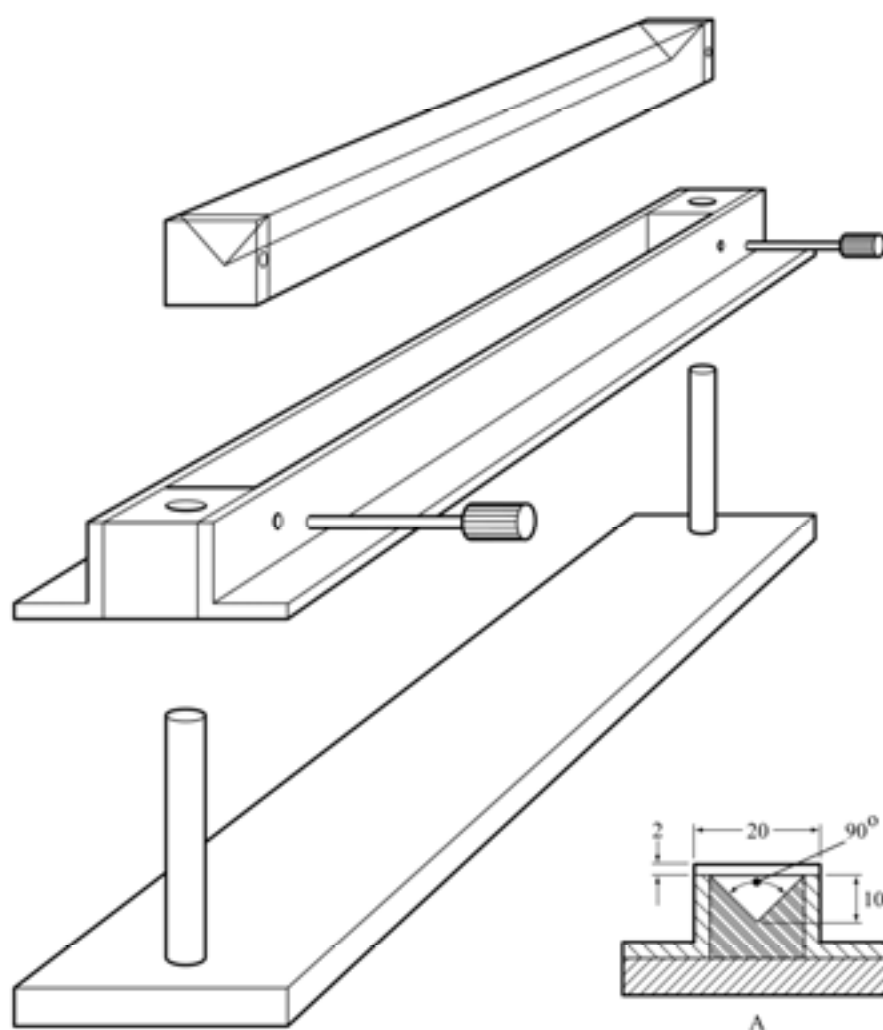
33.2.4.4.2 Les matières solides inflammables (autres que les poudres métalliques) doivent être affectées au groupe d'emballage II/à la catégorie 1 si la durée de combustion est inférieure à 45 s et si la flamme dépasse la zone humidifiée. Les poudres de métaux ou d'alliages de métaux doivent être affectées au groupe d'emballage II/à la catégorie 1 si la zone de réaction se propage sur toute la largeur de l'échantillon (100 mm) en 5 min ou moins.

33.2.4.4.3 Les matières solides inflammables (autres que les poudres métalliques) doivent être affectées au groupe d'emballage III/à la catégorie 2 si la durée de combustion est inférieure à 45 s et si la zone humidifiée arrête la propagation de la flamme pendant 4 min au moins. Les poudres métalliques doivent être affectées au groupe d'emballage III/à la catégorie 2 si la réaction se propage sur toute la longueur de l'échantillon (100 mm) en plus de 5 min mais moins de 10 minutes.

33.2.4.5 *Exemples de résultats*

Matière	Durée de combustion préliminaire (s)	Durée de combustion (s)	Délai dû à la barrière (zone humidifiée) (s)	Résultat
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 88 % de sel de zinc (Mancozèbe)	-	102	-	Pas une matière solide inflammable
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 80 % de sel de zinc (Mancozèbe)	-	145	-	Pas une matière solide inflammable
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 75 % de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation	-	-	Pas une matière solide inflammable

Figure 33.2.4.1 : Moule et accessoires servant à préparer le tas pour l'épreuve de vitesse de combustion



(A) Longueur du moule : 250 mm

33.3 Matières explosibles désensibilisées solides

33.3.1 Cette sous-section présente le système du Règlement type pour la classification des matières explosibles désensibilisées en tant que matières solides inflammables de la division 4.1 (voir la sous-section 2.4.2.4 du Règlement type et le NOTA 2 au 2.1.2.2 du SGH). Les matières explosibles désensibilisées solides sont des matières qui ont été mouillées avec de l'eau ou des alcools ou encore ont été diluées avec d'autres matières de façon à former un mélange solide homogène n'ayant plus de propriétés explosives.

33.3.2 Lorsqu'une matière remplit les critères de classification dans la classe des matières et objets explosibles mais subit une dilution pour être exemptée de cette classe par les épreuves de la série 6 (voir la section 16), cette matière diluée, si elle répond aux critères de classification ou à la définition d'une autre classe de danger, doit être classée dans cette à la concentration la plus élevée qui l'exempte de classe des matières et objets explosibles. Suffisamment diluées, ces matières peuvent être réputées non dangereuses à certaines fins réglementaires (par exemple aux fins de transport) (voir aussi le paragraphe 2.1.3.6.3 du Règlement type).

33.3.3 La procédure de classement des matières explosibles désensibilisées solides aux fins de la distribution et de l'utilisation (y compris le stockage) selon le SGH est présentée dans la section 51.

33.4 Matières spontanément inflammables (matières pyrophoriques et auto-échauffantes)

33.4.1 *Objet*

33.4.1.1 La présente sous-section présente le système de classification des matières spontanément inflammables (c'est à dire, les matières liquides et solides pyrophoriques et les matières auto-échauffantes) (voir la section 2.4.3 du Règlement type et les chapitres 2.9, 2.10 et 2.11 du SGH). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés aux références indiquées ci-dessus et les méthodes d'épreuve décrites dans les sous-sections 33.4.4 à 33.4.6.

33.4.1.2 Les épreuves doivent servir à distinguer deux types de matières ayant des propriétés d'inflammation spontanée :

- a) Les matières liquides ou solides, qui, même en petites quantités, s'enflamment en moins de 5 min lorsqu'elles entrent en contact avec l'air. Ces matières, appelées pyrophoriques, sont celles qui présentent le plus fort risque d'inflammation spontanée ;
- b) D'autres matières sujettes à l'auto-échauffement au contact de l'air, sans apport d'énergie. Elles peuvent seulement s'enflammer lorsqu'elles sont réunies en grandes quantités (c'est-à-dire plusieurs kilogrammes) et après un certain délai (de plusieurs heures, voire de plusieurs jours) : elles sont appelées matières auto-échauffantes.

33.4.1.3 Les méthodes d'épreuve décrites dans le présent document permettent d'évaluer de façon satisfaisante le danger relatif que représentent les matières sujettes à l'inflammation spontanée, ce qui permet de procéder à un classement approprié de ces matières.

33.4.2 *Domaine d'application*

33.4.2.1 Les matières présentées au transport doivent être soumises aux épreuves de classification énoncées aux sous-sections 2.4.3.2 et 2.4.3.3 du Règlement type et aux chapitres 2.9, 2.10 et 2.11 du SGH, sauf si cela est impossible (par exemple à cause de propriétés physiques).

33.4.3 *Procédure de classement*

33.4.3.1 *Matières solides pyrophoriques*

On effectue une épreuve pour déterminer si la matière solide s'enflamme dans les 5 min qui suivent son entrée en contact avec l'air. La méthode d'épreuve recommandée est décrite à la section 33.4.4. Les

résultats de l'épreuve montrent si une matière est un solide pyrophorique. Toutes les matières solides pyrophoriques sont affectées au groupe d'emballage I/à la catégorie 1.

33.4.3.2 *Liquides pyrophoriques*

On effectue une épreuve pour déterminer si le liquide s'enflamme lorsqu'il est mélangé à une charge inerte et qu'il est exposé à l'air pendant 5 minutes. Si aucune inflammation n'a lieu, la seconde partie de l'épreuve est alors effectuée pour déterminer si le liquide cause la combustion, avec ou sans flamme, d'un morceau de papier-filtre. La méthode d'épreuve recommandée est décrite à la section 33.4.5. Les résultats de l'épreuve déterminent si la matière est un liquide pyrophorique. Tous les liquides pyrophoriques sont affectés au groupe d'emballage I/à la catégorie 1.

33.4.3.3 *Matières auto-échauffantes*

33.4.3.3.1 On procède à des essais pour déterminer si les matières d'un échantillon cubique de 25 mm ou de 100 mm de côté, porté à des températures de 100 °C, 120 °C ou 140 °C, s'enflamment spontanément ou sont sujettes à auto-échauffement dangereux, ce qui est indiqué par une élévation de température de 60 °C au-dessus de la température de la cuve en 24 heures. La figure 33.4.3.3.1 illustre ce système de classement. Ce critère est fondé sur la température d'auto-inflammation du charbon de bois, qui est de 50 °C pour un échantillon cubique de 27 m³. Les matières ayant une température d'inflammation spontanée supérieure à 50 °C pour un volume de 27 m³ ne doivent pas être classées comme matières auto-échauffantes. Les matières ayant une température d'inflammation spontanée supérieure à 50 °C pour un volume de 450 litres ne doivent pas être affectées au groupe d'emballage II/à la catégorie 1. La méthode d'épreuve recommandée est décrite à la section 33.4.6.

33.4.3.3.2 Si l'échantillon cubique de 100 mm de côté ne subit pas d'auto-échauffement dangereux à 140 °C, la matière n'est pas une matière auto-échauffante.

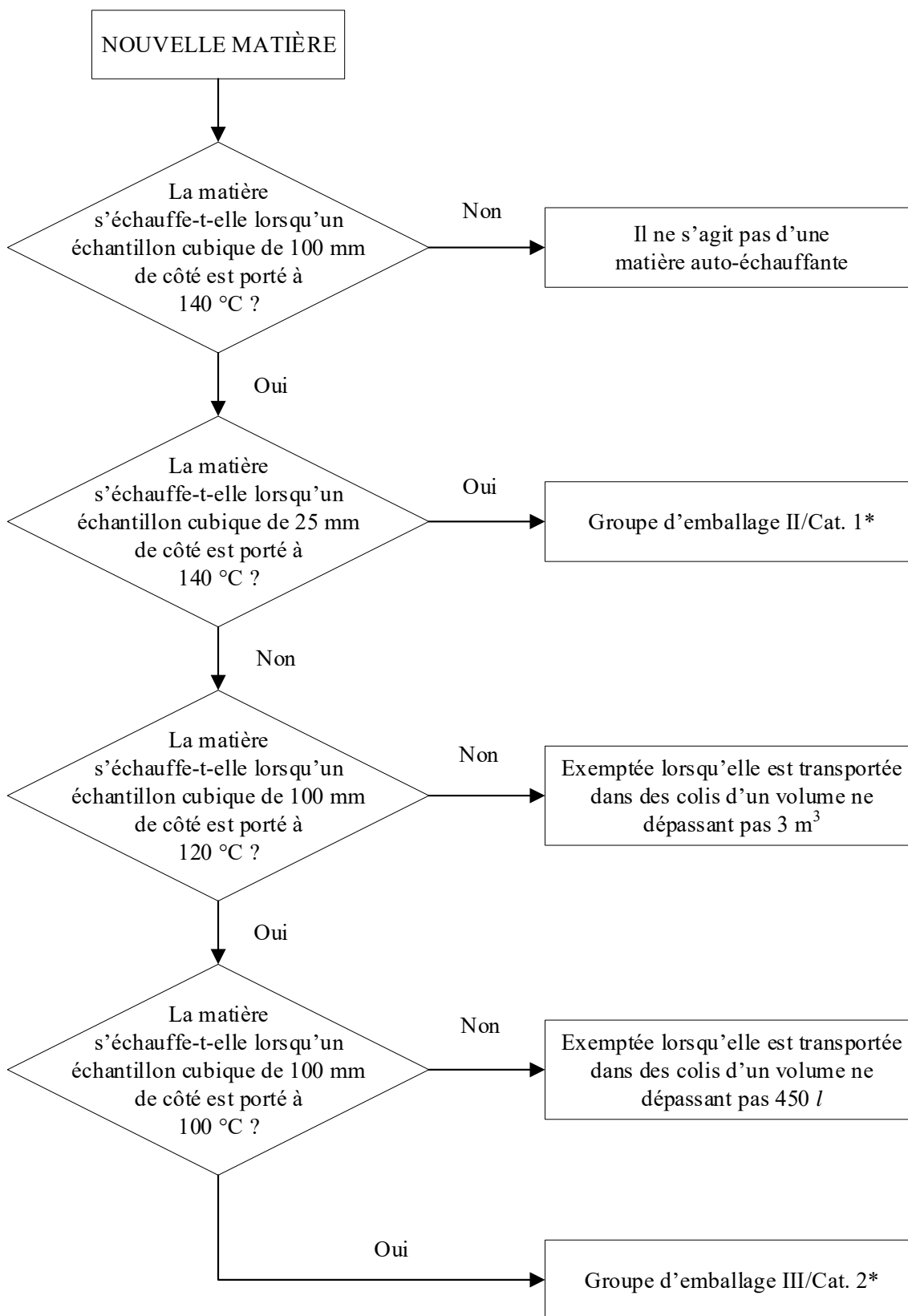
33.4.3.3.3 Si l'échantillon cubique de 100 mm de côté subit un auto-échauffement dangereux à 140 °C, une épreuve doit alors être effectuée au moyen d'un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C pour déterminer si la matière doit être affectée au groupe d'emballage II/à la catégorie 1.

33.4.3.3.4 Si l'échantillon cubique de 100 mm de côté subit un auto-échauffement dangereux à 140 °C et que cela ne se produit pas avec l'échantillon cubique de 25 mm de côté, une épreuve doit alors être effectuée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté :

- a) à 120 °C si la matière doit être contenue dans des colis ne dépassant pas 3 m³ ; ou
- b) à 100 °C si la matière doit être contenue dans des colis ne dépassant pas 450 litres.

Les résultats des épreuves montrent si la matière doit être affectée au groupe d'emballage III/à la catégorie 2 ou si la matière n'est pas une matière auto-échauffante dans l'emballage qui doit être utilisé.

Figure 33.4.3.3.1 : Classement des matières auto-échauffantes



* Les matières ayant une température d'inflammation spontanée supérieure à 50 °C pour un volume de 27 m³ ne doivent pas être classées en tant que matières auto-échauffantes.

33.4.4 Épreuve N.2 : Méthode d'épreuve pour les matières solides pyrophoriques33.4.4.1 *Introduction*

L'aptitude d'une matière solide à s'enflammer au contact de l'air est mise à l'épreuve en exposant la matière à l'air et en déterminant le temps qu'il lui faut pour s'enflammer.

33.4.4.2 *Appareillage et matériels*

Aucun matériel spécial de laboratoire n'est nécessaire.

33.4.4.3 *Mode opératoire*

L'épreuve consiste à verser depuis 1 m environ de hauteur, sur une surface en matériau non combustible, une quantité de 1 à 2 ml de la matière pulvérulente ; on note si la matière s'enflamme au cours de la chute ou dans les 5 min qui suivent. L'essai est répété six fois à moins qu'un résultat positif ne soit obtenu avant la fin de la série.

33.4.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Si l'échantillon s'enflamme lors de l'un des essais, la matière est considérée comme pyrophorique et elle est classée comme matière solide pyrophorique dans le groupe d'emballage I/la catégorie 1.

33.4.4.5 *Exemples de résultats*

Matière	Temps d'inflammation (s)	Résultat
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 88 % de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation en 5 minutes	Pas une matière solide pyrophorique
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 80 % de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation en 5 minutes	Pas une matière solide pyrophorique
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 75 % de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation en 5 minutes	Pas une matière solide pyrophorique

33.4.5 *Épreuve N.3 : Méthode d'épreuve pour les liquides pyrophoriques*

33.4.5.1 *Introduction*

On détermine l'aptitude d'un liquide à s'enflammer lorsqu'il est mélangé à une charge inerte et qu'il est exposé à l'air, ou à causer la combustion, avec ou sans flamme, d'un morceau de papier-filtre au contact de l'air.

33.4.5.2 *Appareillage et matériels*

Une capsule en porcelaine d'environ 100 mm de diamètre et une petite quantité de terre d'infusoires ou de gel de silice sont nécessaires pour la première partie de l'épreuve, et du papier-filtre à pore de petite taille pour la seconde partie.

33.4.5.3 *Mode opératoire*

33.4.5.3.1 Dans une capsule de porcelaine ayant environ 100 mm de diamètre, on verse environ 5 mm de terre d'infusoires ou de gel de silice à la température ambiante. On y verse ensuite 5 ml environ du liquide à éprouver ; on note s'il y a inflammation dans les 5 min qui suivent. L'essai est répété six fois, à moins qu'un résultat positif ne soit obtenu avant la fin de la série. En cas de résultat négatif, passer au 33.4.5.3.2.

33.4.5.3.2 On dépose à l'aide d'une seringue un échantillon de 0,5 ml de matière sur un papier-filtre plissé sec. L'épreuve est exécutée à une température de 25 ± 2 °C et une humidité relative de 50 ± 5 %. On note s'il y a inflammation ou combustion sans flamme du papier-filtre dans les 5 minutes qui suivent. L'essai est répété trois fois avec un nouveau papier-filtre à moins qu'un résultat positif ne soit obtenu avant la fin de la série.

33.4.5.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

S'il y a inflammation lors de la première partie de l'épreuve, ou s'il y a inflammation ou combustion sans flamme du papier-filtre, la matière est considérée comme pyrophorique et elle est classée comme matière liquide pyrophorique dans le groupe d'emballage I/la catégorie 1.

33.4.5.5 *Exemples de résultats*

Matière	Effet de l'exposition à l'air	Effet sur le papier filtre	Résultat
Chlorure de diéthylaluminium/isopentane (10/90)	Pas d'inflammation	Pas de combustion sans flamme	Pas une matière liquide pyrophorique
Chlorure de diéthylaluminium/isopentane (15/85)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	Matière liquide pyrophorique
Chlorure de diéthylaluminium/isopentane (95/5)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	Matière liquide pyrophorique
Triéthylaluminium/heptane (10/90)	Pas d'inflammation	Pas de combustion sans flamme	Pas une matière liquide pyrophorique
Triéthylaluminium/heptane (15/85)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	Matière liquide pyrophorique
Triéthylaluminium/heptane (95/5)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	Matière liquide pyrophorique

33.4.6 *Épreuve N.4 : Méthode d'épreuve pour les matières auto-échauffantes*

33.4.6.1 *Introduction*

On détermine l'aptitude d'une matière à s'auto-échauffer par oxydation rapide en l'exposant à l'air à des températures de 100 °C, 120 °C ou 140 °C, dans une cage cubique de toile d'acier de 25 mm ou de 100 mm de côté.

33.4.6.2 *Appareillage et matériels*

L'appareillage décrit ci-après est nécessaire :

- Un four à circulation d'air chaud ayant un volume intérieur de plus de 9 l avec régulation de la température intérieure à 100 °C, 120 °C ou 140 °C \pm 2 °C ;
- Porte-échantillons de forme cubique de 25 mm et 100 mm de côté respectivement, faits de toile d'acier inoxydable à mailles de 0,05 mm, et ouverts à leur face supérieure ;
- Deux thermocouples en chromel-alumel de 0,3 mm de diamètre ; l'un est placé au centre de l'échantillon, l'autre entre le porte-échantillons et la paroi du four.

Chaque porte-échantillons doit être inséré dans un panier cubique fait de toile en acier inoxydable à mailles de 0,60 mm, étroitement ajusté. Pour éviter les effets des courants d'air, on loge l'ensemble dans un second panier en toile d'acier inoxydable à mailles de 0,60 mm, ayant 150 × 150 × 250 mm de côté.

33.4.6.3 *Mode opératoire*

On remplit le porte-échantillons jusqu'au bord de matière en poudre ou granulée sous sa forme commerciale, puis on tasse le contenu par de légers choes. Selon le cas, on complète le plein ou, au contraire, on arase l'excédent. On place ensuite le porte-échantillons dans son panier et puis on le suspend au centre du four. La température du four est portée à 140 °C, et cette température est maintenue pendant 24 heures. La température de l'échantillon et du four est enregistrée en continu. Le premier essai¹ est exécuté avec un échantillon cubique de 100 mm de côté. Un résultat positif est obtenu s'il y a inflammation spontanée ou si la température de l'échantillon dépasse de 60 °C la température du four. Si les résultats sont négatifs, l'épreuve est terminée. Si un résultat positif est obtenu, on exécute un second essai sur un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C pour déterminer si la matière doit ou non être affectée au groupe d'emballage II/à la catégorie 1. Si un résultat positif est obtenu au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté porté à 140 °C, mais pas lorsqu'il s'agit d'un échantillon cubique de 25 mm de côté, l'épreuve supplémentaire ci-après doit alors être effectuée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté :

- à 120 °C si la matière doit être contenue dans des colis d'un volume supérieur à 450 litres mais ne dépassant pas 3 m³ ; ou
- à 100 °C si la matière doit être contenue dans des colis d'un volume ne dépassant pas 450 litres.

33.4.6.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

33.4.6.4.1 Un résultat positif est obtenu s'il y a inflammation spontanée ou si la température de l'échantillon dépasse de 60 °C la température du four au bout des 24 heures que dure l'épreuve. Si tel n'est pas le cas, le résultat est considéré comme négatif.

33.4.6.4.2 Une matière ne doit pas être classée comme matière auto-échauffante si :

¹ Les essais peuvent être exécutés dans un ordre quelconque. Par exemple, si l'on prévoit qu'un échantillon cubique de 25 mm de côté donnera un résultat positif, on peut, dans un souci de sécurité et de protection de l'environnement, exécuter le premier essai sur un échantillon de cette dimension. Si celui-ci donne un résultat positif, l'essai sur un échantillon cubique de 100 mm de côté ne s'impose pas.

- a) Un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 140 °C ;
- b) Un résultat positif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 140 °C et un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C, un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 120 °C, et la matière doit être contenue dans un colis dont le volume ne dépasse 3 m³ ;
- c) Un résultat positif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 140 °C et un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C, un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 100 °C, et la matière doit être contenue dans un colis dont le volume ne dépasse pas 450 litres.

33.4.6.4.3 Les matières auto-échauffantes qui donnent un résultat positif lors de l'épreuve sur un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C sont affectées au groupe d'emballage II/à la catégorie 1.

33.4.6.4.4 Les matières auto-échauffantes sont affectées au groupe d'emballage III/à la catégorie 2 si :

- a) Un résultat positif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 140 °C et un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C et la matière doit être contenue dans un colis dont le volume dépasse 3 m³ ;
- b) Un résultat positif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 140 °C et un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C, un résultat positif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm de côté à 120 °C et la matière doit être contenue dans un colis dont le volume dépasse 450 litres ; ou
- c) Un résultat positif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm à 140 °C et un résultat négatif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 25 mm à 140 °C et un résultat positif est obtenu au cours d'une épreuve exécutée au moyen d'un échantillon cubique de 100 mm à 100 °C.

33.4.6.5 Exemples de résultats

Matière	Température de l'échantillon (°C)	Côté du cube (mm)	Température maximale atteinte (°C)	Résultat
Catalyseur au cobalt/molybdène en granules	140 140	100 25	> 200 181	Matière auto-échauffante, groupe d'emballage III/catégorie 2 ^a
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse, à 80 % (Manèbe)	140	25	> 200	Matière auto-échauffante, groupe d'emballage II/catégorie 1
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe avec 75 % de sel de zinc (Mancozèbe)	140	25	> 200	Matière auto-échauffante, groupe d'emballage II/catégorie 1
Catalyseur au nickel en granules avec 70 % d'hydrocarbure hydrogéné	140	100	140	Pas une matière auto-échauffante
Catalyseur au nickel en granules avec 50 % de paraffine	140 140	100 25	> 200 140	Matière auto-échauffante, groupe d'emballage III/catégorie 2 ^a
Catalyseur au cobalt/molybdène en granules (épuisé)	140 140	100 25	> 200 150	Matière auto-échauffante, groupe d'emballage III/catégorie 2 ^a
Catalyseur au cobalt/molybdène, en granules (passivé)	140	100	161	Pas une matière auto-échauffante
Catalyseur au nickel/vanadium, en granules	140	25	> 200	Matière auto-échauffante, groupe d'emballage II/catégorie 1

^a Matières non éprouvées à 100 °C ou 120 °C.

33.5 Matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables

33.5.1 *Objet*

33.5.1.1 La présente section du Manuel présente le système de classement des matières qui dégagent des gaz inflammables au contact de l'eau (voir la section 2.4.4 du Règlement type et le chapitre 2.12 du SGH). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés dans la section 2.4.4 et le chapitre 2.12 auxquels il est fait référence ci-dessus et les méthodes d'épreuve citées au 33.5.4.

33.5.1.2 La procédure d'épreuve a pour objet de déterminer si la réaction de la matière avec l'eau entraîne la formation, en quantités dangereuses, de gaz susceptibles de s'enflammer.

33.5.1.3 Les méthodes d'épreuve décrites dans le présent document permettent d'évaluer de façon satisfaisante le danger relatif que représentent les matières susceptibles de dégager des gaz inflammables au contact de l'eau (appelées parfois matières hydrosensibles dans le Règlement type), ce qui permet de procéder à un classement approprié de ces matières.

33.5.2 *Domaine d'application*

33.5.2.1 Les nouvelles matières doivent être soumises aux épreuves de classement énoncées dans les sous-sections 2.4.4.2 et 2.4.4.3 du Règlement type et au chapitre 2.12 du SGH.

33.5.3 *Procédure de classement pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables*

33.5.3.1 La méthode d'épreuve peut être appliquée aux matières solides et liquides, mais pas aux matières pyrophoriques. Dans le cas d'une matière pyrophorique, l'essai doit être exécuté sous atmosphère d'azote. Si, à un stade quelconque de l'épreuve, il y a inflammation du gaz produit, l'épreuve est considérée comme concluante et la matière doit être classée comme matière qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables. S'il n'y a pas inflammation spontanée du gaz dégagé, la dernière étape de l'épreuve doit être effectuée pour déterminer le taux d'émission du gaz inflammable. La méthode d'épreuve recommandée est décrite à la section 33.5.4, avec des exemples de résultats. Les résultats de l'épreuve montrent s'il s'agit d'une matière hydrosensible et, dans l'affirmative, dictent son affectation au groupe d'emballage I, II ou III/à la catégorie 1, 2, ou 3.

33.5.4 *Épreuve N.5 : Méthode d'épreuve pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables*

33.5.4.1 *Introduction*

On éprouve l'aptitude d'une matière à dégager des gaz inflammables au contact de l'eau en mettant la matière en contact avec l'eau dans diverses conditions.

33.5.4.2 *Appareillage et matériels*

Aucun matériel spécial de laboratoire n'est nécessaire.

33.5.4.3 *Mode opératoire*

33.5.4.3.1 La matière doit être éprouvée conformément aux méthodes décrites ci-après ; si, à un stade quelconque, il y a inflammation spontanée, l'épreuve est concluante. S'il est établi que la matière ne réagit pas violemment à l'eau, il faut passer au 33.5.4.3.5.

33.5.4.3.2 On place une petite quantité (c'est-à-dire une portion d'environ 2 mm de diamètre) de la matière à essayer dans un bac contenant de l'eau distillée à 20 °C. On note :

- a) s'il y a dégagement de gaz ;

- b) s'il y a inflammation spontanée du gaz.

33.5.4.3.3 On place une petite quantité de matière (c'est-à-dire une portion d'environ 2 mm de diamètre) au centre d'un papier-filtre flottant à la surface d'un bain d'eau distillée à 20 °C, dans un récipient approprié tel qu'une capsule à évaporation d'un diamètre de 100 mm. Le rôle du papier-filtre est de maintenir la matière en un point fixe, afin d'obtenir la probabilité maximale d'inflammation spontanée du gaz dégagé. On note :

- a) s'il y a dégagement de gaz ;
- b) s'il y a inflammation spontanée du gaz.

33.5.4.3.4 On dépose la matière à essayer en un tas d'environ 20 mm de haut et 30 mm de diamètre, avec un creux au sommet. On verse dans ce dernier quelques gouttes d'eau. On note :

- a) s'il y a dégagement de gaz ;
- b) s'il y a inflammation spontanée du gaz.

33.5.4.3.5 S'il s'agit d'une matière solide, on l'inspecte pour déterminer si elle contient une certaine quantité de particules fines (c'est-à-dire de granulométrie inférieure à 500 µm). Si cette quantité représente plus de 1 % (en masse) du total, ou s'il s'agit d'une matière friable, l'échantillon entier doit être broyé en poudre avant l'épreuve pour simuler les effets d'effritement au cours de la manutention et du transport ; dans le cas contraire, on utilisera pour l'essai la matière sous sa forme commerciale, comme dans le cas des liquides. L'essai, qui doit se dérouler à la température ambiante (20 °C) et à la pression atmosphérique, est exécuté trois fois. On utilise une ampoule à décanter contenant de l'eau, et une fiole conique dans laquelle on a placé une quantité suffisante de matière (jusqu'à un maximum de 25 g) pour produire de 100 à 250 ml de gaz. On ouvre le robinet de l'ampoule à décanter pour laisser couler l'eau dans la fiole conique ; on déclenche un chronomètre. Le volume de gaz produit est mesuré de toute manière appropriée. On note la durée totale du dégagement de gaz ; on note également, si possible, la quantité produite à certains intervalles. La production de gaz est calculée sur une durée de 7 heures à intervalles d'une heure. Si le débit de gaz fluctue ou augmente après 7 heures, la durée de mesure doit être prolongée jusqu'à un maximum de cinq jours. On peut cependant arrêter l'épreuve avant si le débit est devenu constant ou diminue régulièrement et que l'on a recueilli suffisamment de données pour pouvoir affecter la matière à un groupe d'emballage/une catégorie ou conclure qu'elle ne relève pas de cette classe de danger. Si la nature chimique du gaz dégagé n'est pas connue, il doit être soumis à un essai d'inflammabilité.

33.5.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

33.5.4.4.1 Une matière doit être classée dans cette classe de danger :

- a) s'il y a inflammation spontanée à un stade quelconque de l'épreuve ;
- b) s'il y a dégagement de gaz inflammable à un taux supérieur à 1 litre par kilogramme de matière et par heure.

33.5.4.4.2 Est affectée au groupe d'emballage I/à la catégorie 1 toute matière qui réagit très vivement avec l'eau à la température ambiante en dégageant de manière générale un gaz susceptible de s'enflammer spontanément, ou qui réagit assez vivement avec l'eau à la température ambiante en dégageant un gaz inflammable au taux de 10 litres ou plus par kilogramme de matière et par minute.

33.5.4.4.3 Est affectée au groupe d'emballage II/à la catégorie 2 toute matière qui réagit assez vivement avec l'eau à la température ambiante en dégageant un gaz inflammable au taux maximal de 20 litres ou plus par kilogramme de matière et par heure, sans toutefois satisfaire aux critères de classement dans le groupe d'emballage I/la catégorie 1.

33.5.4.4.4 Est affectée au groupe d'emballage III/à la catégorie 3 toute matière qui réagit lentement avec l'eau à la température ambiante en dégageant un gaz inflammable au taux maximal d'un litre ou plus par kilogramme de matière et par heure, sans toutefois satisfaire aux critères du classement dans les groupes I ou II/catégories 1 ou 2.

33.5.4.5 *Exemple de résultats*

Matériau	Taux d'émission de gaz (litre/kg.h)	Inflammation spontanée du gaz (oui/non)	Résultat
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse, complexe avec 88 % de sel de zinc (Mancozèbe)	0	Non applicable	Non affectée à cette classe de danger

SECTION 34

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES SOLIDES ET LIQUIDES COMBURANTES

34.1 **Objet**

34.1.1 La présente section présente le système de classification des matières solides et liquides comburantes (voir la section 2.5.2 du Règlement type et les chapitres 2.13 et 2.14 du SGH). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés aux références indiquées ci-dessus et avec les méthodes d'épreuve décrites à la section 34.4.

34.2 **Domaine d'application**

34.2.1 Les nouvelles matières doivent être classées conformément aux critères sauf si cela est impossible (par exemple pour des raisons liées à l'état physique). Les matières qui ne peuvent pas être éprouvées sont à classer par analogie avec les rubriques existantes.

34.3 **Procédure de classement**

Les procédures d'épreuves permettent d'évaluer de façon satisfaisante le danger que représentent les matières solides et liquides comburantes pour permettre au responsable de la classification de leur attribuer une classification appropriée. En cas de divergence entre les résultats d'épreuves et les données d'expérience, c'est le jugement fondé sur ces dernières qui doit avoir la priorité.

34.3.1 ***Matières comburantes solides***

Un essai est effectué pour déterminer si une matière solide a le pouvoir d'accroître la vitesse ou l'intensité de combustion d'une matière combustible avec laquelle elle est mélangée de manière homogène. Les résultats de l'épreuve montrent s'il s'agit d'une matière comburante solide et, dans l'affirmative, dictent son affectation au groupe d'emballage I, II ou III/à la catégorie 1, 2 ou 3. Aux fins de transport, dans le cas de matières solides représentant plus d'une caractéristique de danger, voir aussi l'ordre de prépondérance des caractéristiques de danger à la section 2.0.3 du Règlement type. Étant donné que la taille des particules a un effet sensible sur le résultat, cette taille doit être indiquée dans le rapport pour la matière éprouvée. À titre exceptionnel, les engrais au nitrate d'ammonium ne sont pas classés comme des matières solides comburantes sur la foi des résultats des épreuves O.1 ou O.3, parce qu'elles ne mettent pas assez en évidence leurs dangers. Au lieu de cela, ces engrais sont classés de façon empirique d'après ce que l'on connaît de leurs dangers. Ils doivent être classés conformément à la procédure définie dans la section 39.

34.3.2 ***Liquides comburants***

On effectue une épreuve pour déterminer si un liquide a le pouvoir d'accroître la vitesse de combustion ou l'intensité de la combustion d'une matière combustible, ou de causer l'inflammation spontanée d'une matière combustible avec laquelle il est mélangé de manière homogène. La méthode d'épreuve recommandée est fondée sur la mesure du temps de montée en pression pendant la combustion. Les résultats de l'épreuve montrent s'il s'agit d'une matière comburante liquide et dans l'affirmative dictent son affectation au groupe d'emballage I, II ou III/à la catégorie 1, 2 ou 3. Pour le transport, dans le cas de matières liquides présentant plus d'une caractéristique de danger voir aussi l'ordre de prépondérance des caractéristiques de danger à la section 2.0.3 du Règlement type.

34.4 Méthodes d'épreuve pour les matières comburantes liquides et solides

34.4.1 Épreuve O.1 : Épreuve pour les matières comburantes solides

34.4.1.1 Introduction

La présente méthode vise à déterminer l'aptitude d'une matière solide à accroître la vitesse de combustion ou l'intensité de combustion d'une matière combustible avec laquelle elle est intimement mélangée. Des essais sont respectivement exécutés sur un mélange matière/cellulose séchée en deux proportions : 1/1 et 4/1 (en masse). Les caractéristiques de combustion de chaque mélange sont comparées à celles d'un mélange de référence bromate de potassium/cellulose de 3/7(en masse). Si la durée de combustion est égale ou inférieure à celle de ce mélange de référence, les durées de combustion doivent être comparées avec celles des mélanges de référence pour le classement dans les groupes d'emballage I ou II/catégories 1 ou 2, à savoir bromate de potassium/cellulose de 3/2 et 2/3 (en masse).

34.4.1.2 Appareillage et matériels

34.4.1.2.1 La matière de référence est le bromate de potassium de qualité technique pure. La matière ne doit pas être broyée ; elle doit avoir une granulométrie telle qu'elle soit refusée par une maille de 0,15 mm. Elle doit subir un séchage à 65 °C pendant 12 heures au moins, puis être maintenue dans un dessiccateur en présence de dessiccant jusqu'à refroidissement et utilisation.

34.4.1.2.2 Comme matériau combustible on utilise de la cellulose blanche séchée¹, ayant un diamètre moyen de fibre d'environ 25 µm, une taille de grain inférieure à 100 µm, une masse volumique apparente d'environ 170 kg/m³ et une valeur de pH se situant entre 5 et 7. Elle doit être mise à sécher en couche de moins de 25 mm d'épaisseur à 105 °C pendant au moins 4 heures, puis maintenue dans un dessiccateur en présence de dessiccant jusqu'à refroidissement et utilisation. Sa teneur en eau doit être inférieure à 0,5 % en masse (rapportée au poids sec). Si cela est nécessaire pour satisfaire à cette condition, la durée de séchage doit être prolongée.

34.4.1.2.3 On doit disposer d'une source d'inflammation constituée par une boucle de fil conducteur en métal inerte, raccordée à une source électrique capable de dissiper la puissance spécifiée ci-dessous. La résistance électrique dépend du métal dont est faite la boucle. Il est recommandé d'utiliser un fil en nickel/chrome ou en aluchrome comme suit :

- a) Longueur = 30 cm ± 1 cm ;
- b) Diamètre inférieur ou égal à 1 mm ;
- c) Puissance électrique dissipée dans le fil = 150 W ± 7 W.

La boucle doit avoir la configuration de la figure 34.4.1.1.

34.4.1.2.4 Un entonnoir en verre à 60°, bouché à son extrémité étroite, ayant un diamètre interne de 70 mm à l'ouverture, doit être utilisé pour former des tas tronconiques de mélange d'essai. Ces tas, ayant 70 mm de diamètre à la base reposent, sur une plaque froide, d'un matériau inerte et mauvais conducteur de la chaleur. On peut utiliser par exemple une plaque de 150 × 150 mm de côté et de 6 mm d'épaisseur et ayant une conductivité thermique (à 0 °C) de 0,23 W.m⁻¹.K⁻¹. D'autres plaques peuvent être utilisées à condition qu'elles aient la même conductivité thermique.

34.4.1.2.5 On doit également disposer d'une hotte ventilée ou d'un local d'essai ventilé ; la vitesse de l'air, toutefois, ne devrait pas y excéder 0,5 m/s. **Le système d'extraction de la fumée devrait être adapté à l'aspiration de fumées toxiques.**

¹ Pour l'obtenir s'adresser au correspondant national en France pour les détails des épreuves (voir l'appendice 4).

34.4.1.2.6 On inspecte la matière pour déterminer si elle comprend des particules inférieures à 500 µm de diamètre. Si celles-ci représentent plus de 10 % (en masse) du total, ou si la matière est friable, on doit broyer l'échantillon entier en fine poudre avant les essais afin de tenir compte d'une éventuelle réduction de la granulométrie au cours de la manutention et du transport.

34.4.1.3 *Mode opératoire*

34.4.1.3.1 On prépare des doses de 30,0 g ± 0,1 g de mélange de matières de référence et de cellulose dans les proportions bromate de potassium/cellulose de 3/7, de 2/3 et de 3/2 (en masse). On prépare également des doses de 30,0 g ± 0,1 g de mélange de la matière à éprouver, avec la granulométrie prescrite au paragraphe 34.4.1.2.6 et de cellulose, avec des proportions comburant/cellulose de 4/1 et de 1/1 (en masse). Chaque mélange doit être brassé mécaniquement de manière aussi intime que possible, sans malaxage excessif. Chaque mélange à essayer doit être préparé séparément, utilisé le plus tôt possible et ne pas être prélevé dans un lot plus important.

34.4.1.3.2 Avec l'entonnoir, on forme des tas tronconiques de mélange, ayant 70 mm de diamètre à la base, posés sur la boucle d'allumage, reposant elle-même sur la plaque d'essai à faible conductivité thermique. Cette plaque est ensuite placée dans un local ventilé et l'épreuve est exécutée à la pression atmosphérique, à une température ambiante de 20 °C ± 5 °C.

34.4.1.3.3 Le courant électrique est appliqué au fil d'allumage ; celui-ci reste sous tension pendant toute la durée de l'épreuve ou pendant 3 min en l'absence d'inflammation et de combustion du mélange. La durée de combustion à enregistrer doit être mesurée entre l'instant où le fil d'allumage est mis sous tension et celui où s'achève la réaction principale (inflammation, incandescence ou combustion rougeoyante). Il ne sera pas tenu compte d'une réaction intermittente telle que projection d'étincelles ou crépitements intervenant après la réaction principale. S'il y a rupture du fil de chauffage au cours de l'essai, ce dernier doit être répété, sauf si manifestement la rupture du fil n'a pas influé sur le résultat. L'épreuve doit être exécutée cinq fois sur chaque matière. Cinq essais doivent aussi être exécutés sur chaque mélange de référence à utiliser pour l'affectation à un groupe d'emballage/une catégorie ou pour la décision de ne pas classer la matière comme matière solide comburante.

34.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

34.4.1.4.1 Pour l'évaluation des résultats, on se fonde sur les critères suivants :

- a) La comparaison de la durée de combustion moyenne avec celle des mélanges de référence ; et
- b) Le fait que le mélange matière/cellulose s'enflamme et brûle.

34.4.1.4.2 Les critères de classement, pour ce qui est des propriétés comburantes d'une matière, sont les suivants :

- a) Groupe d'emballage I/catégorie 1 : Toute matière qui, en mélange de 4/1 ou de 1/1 avec la cellulose (en masse) a une durée de combustion moyenne inférieure à la durée de combustion moyenne d'un mélange bromate de potassium/cellulose de 3/2 (en masse) ;
- b) Groupe d'emballage II/catégorie 2 : Toute matière qui, en mélange de 4/1 ou de 1/1 avec la cellulose (en masse) a une durée de combustion moyenne égale ou inférieure à la durée de combustion moyenne d'un mélange bromate de potassium/cellulose de 2/3 (en masse) et qui ne remplit pas les critères de classement dans le groupe d'emballage I/catégorie 1 ;
- c) Groupe d'emballage III/catégorie 3 : Toute matière qui, en mélange de 4/1 ou de 1/1 avec la cellulose (en masse) a une durée de combustion moyenne égale ou inférieure à la durée de combustion moyenne d'un mélange bromate de potassium/cellulose de 3/7 (en masse) et qui ne remplit pas les critères de classement dans les groupes d'emballage I et II/catégories 1 et 2 ;

- d) Matière non classée comme matière solide comburante : Toute matière qui, en mélange de 4/1 et de 1/1 avec la cellulose (en masse) ne s'enflamme ni ne brûle en aucun cas, ou a une durée de combustion moyenne supérieure à celle d'un mélange bromate de potassium/cellulose de 3/7 (en masse).

Dans le cas de la détermination de l'ordre de prépondérance des dangers aux fins du transport des matières présentant des dangers supplémentaires, par exemple de toxicité ou de corrosivité, il doit être satisfait aux dispositions de la section 2.0.3 du Règlement type.

34.4.1.5 Exemples de résultats

NOTA : Les résultats d'épreuve ci-après sont seulement donnés à titre indicatif, car les résultats obtenus avec chaque comburant dépendent de la granulométrie, etc.

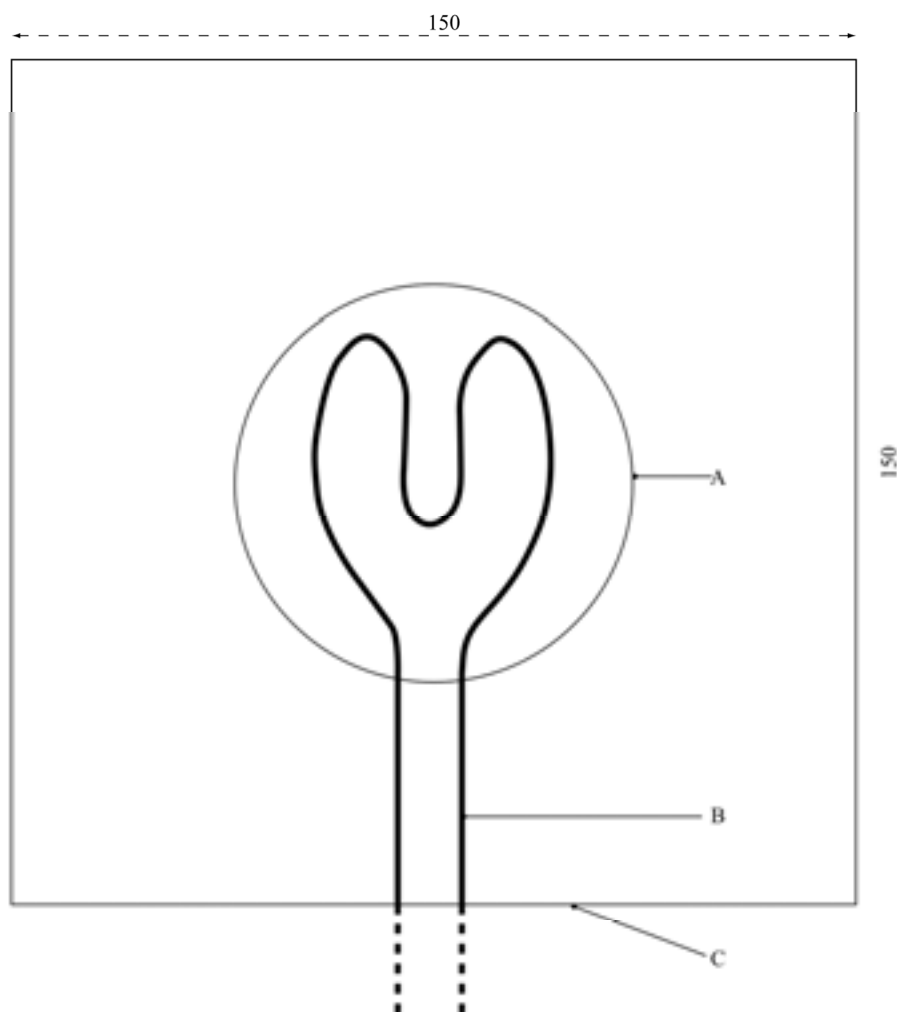
Matière	Temps de combustion moyen (s)			Résultat
	4:1	1:1	Autre	
Bichromate d'ammonium	55	189		Groupe d'emballage III/Catégorie 3 ^a
Nitrate d'ammonium (cristallisé)	161	74		Groupe d'emballage III/Catégorie 3
Nitrate de calcium (anhydre)	10	25		Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^b
Nitrate de calcium (tétrahydrate)	268	142		Pas une matière solide comburante
Nitrate ammonio-cérique	10	36		Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^c
Trioxyde de chrome	3	33		Groupe d'emballage I/Catégorie 1 ^a
Nitrate de cobalt (hexahydrate)	205	390		Pas une matière solide comburante
Nitrate de nickel	101	221		Pas une matière solide comburante
Nitrite de potassium	8	15		Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Perchlorate de potassium	9	33		Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Permanganate de potassium	17	51		Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Chlorate de sodium	5	13		Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Nitrite de sodium	15	22		Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^b
Nitrate de sodium	56	39		Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^b
Nitrate de strontium (anhydre)	107	237		Pas une matière solide comburante ^b
<i>Temps de combustion pour les mélanges de matière de référence avec la cellulose</i>				
3/7 Bromate de potassium/cellulose			100	
2/3 Bromate de potassium/cellulose			54	
3/2 Bromate de potassium/cellulose			4	

^a Actuellement groupe d'emballage II/catégorie 2 mais à la limite.

^b Actuellement groupe d'emballage III/catégorie 3.

^c Non classé actuellement comme matière solide comburante.

Figure 34.4.1.1 : Plaque d'essai et fil d'allumage



-
- (A) Base du tas conique (diamètre 70 mm)
 - (B) Fil chauffant
 - (C) Plaque à faible conductivité thermique
-

34.4.2 *Épreuve O.2 : Épreuve pour les liquides comburants*

34.4.2.1 *Introduction*

La présente méthode vise à déterminer l'aptitude d'un liquide à accroître la vitesse de combustion ou l'intensité de la combustion d'une matière combustible, ou de causer l'inflammabilité spontanée d'une matière combustible avec laquelle il est mélangé de manière homogène. Pour l'essai, le liquide est mélangé avec de la cellulose, en proportion de 1/1 (en masse). On chauffe ensuite le mélange dans une bombe et on mesure la vitesse de montée en pression².

34.4.2.2 *Appareillage et matériels*

34.4.2.2.1 On doit disposer d'une bombe telle que celle utilisée pour l'épreuve pression/temps (voir première partie du présent Manuel, épreuve 1 c) i)). Le dispositif d'essai (voir la figure 34.4.2.1) est constitué par une bombe cylindrique en acier de 89 mm de longueur et de 60 mm de diamètre extérieur. La bombe comporte deux plats usinés en des points diamétralement opposés (réduisant sa largeur à cet endroit à 50 mm), ce qui permet de l'immobiliser pour le serrage du bouchon de mise à feu et du bouchon à évent. Elle est alésée intérieurement à 20 mm et comporte aux deux extrémités un chambrage de 19 mm de profondeur taraudé au pas de 1 en tube normalisé BSP (British Standard Pipe). Une prise de pression est vissée latéralement dans le corps de la bombe à 35 mm d'une extrémité, et à un angle de 90° par rapport aux plats. Elle se visse dans un chambrage de 12 mm de profondeur taraudé au pas de 1/2 en tube normalisé BSP. Si nécessaire, un joint en un matériau inerte est utilisé pour assurer l'étanchéité au gaz. La prise de pression fait saillie latéralement de 55 mm par rapport au corps de la bombe et elle est percée d'un trou axial de 6 mm. Elle comporte à son extrémité extérieure un chambrage taraudé pour recevoir un capteur de pression du type à diaphragme. Tout autre type de dispositif de mesure de la pression peut être utilisé, à condition qu'il résiste aux gaz chauds et produits de décomposition et qu'il puisse réagir à des accroissements de pression de 690 à 2 070 kPa en moins de 5 ms.

34.4.2.2.2 L'extrémité de la bombe la plus éloignée du raccord est fermée par un bouchon fileté qui porte deux électrodes, dont l'une est isolée du corps du bouchon et l'autre mise à la masse. L'autre extrémité est fermée par un disque de rupture en aluminium de 0,2 mm d'épaisseur (taré à une pression de 2 200 kPa (320 psi)), maintenu en place par un bouchon comportant un évent de 20 mm. Si nécessaire, un joint inerte est utilisé pour assurer la bonne étanchéité entre le bouchon et la bombe. Un porte-bombe spécial (figure 34.4.2.2) permet de maintenir la bombe dans la position voulue pendant les essais. Il est constitué par une embase en acier doux de 235 mm × 184 mm × 6 mm, sur laquelle est soudé obliquement un tube de section carrée (de 70 mm × 70 mm × 4 mm) de 185 mm de longueur.

34.4.2.2.3 À une extrémité du tube carré, on a enlevé une certaine longueur de métal sur deux faces opposées, ce qui laisse une longueur de 86 mm de tube carré prolongée par deux côtés plats. Les extrémités de ces plats sont coupées à 60° par rapport à l'axe du tube et soudées à la plaque d'embase. Une encoche de 22 mm de large et de 46 mm de profondeur est découpée sur un côté en haut du tube carré, de telle manière que lorsque la bombe repose sur le support, bouchon de mise à feu vers le bas, le raccord de prise de pression vienne s'y loger. Une entretoise en acier de 30 mm de largeur et 6 mm d'épaisseur est soudée sur la paroi intérieure du tube du côté orienté vers le bas. Deux trous taraudés dans le côté opposé reçoivent des vis à molettes de 7 mm, qui servent à fixer la bombe. Deux rebords en acier de 12 mm de largeur et de 6 mm d'épaisseur, soudés sur les flancs du support à la base de la section carrée soutiennent la bombe par le fond.

34.4.2.2.4 Le dispositif d'inflammation est constitué par un enroulement de fil au Ni/Cr de 25 cm de longueur, de 0,6 mm de diamètre, et d'une résistance électrique de 3,85 Ω/m. Le fil a été enroulé en forme de bobine sur un mandrin de 5 mm de diamètre ; ses extrémités sont reliées aux électrodes du bouchon de mise à feu. La distance entre la face supérieure du bouchon et le point le plus bas de l'enroulement de chauffage doit être de 20 mm. Si les électrodes ne sont pas réglables en longueur, les deux sections de fil chauffant situées

² Dans certains cas, des matières peuvent engendrer une augmentation de pression (trop élevée ou trop faible) due à des réactions chimiques non caractéristiques de leurs propriétés comburantes. Il peut alors se révéler nécessaire de répéter l'épreuve en remplaçant la cellulose par une matière inerte, par exemple la diatomite (kieselguhr), afin de vérifier s'il ne s'agit pas d'un effet non comburant.

entre la bobine et la face supérieure du bouchon doivent être isolées par une gaine de céramique. Le fil doit être alimenté par une source électrique stable pouvant fournir une intensité d'au moins 10 A.

34.4.2.2.5 Comme matériau combustible on utilise de la cellulose blanche séchée¹ ayant un diamètre moyen de fibre d'environ 25 µm, une taille de grain d'environ 100 µm, une masse volumique de 150 à 200 kg/m³ et une valeur de pH se situant entre 5 et 7,5. On la fait sécher en couche de moins de 25 mm d'épaisseur à 105 °C pendant 4 heures, puis on la maintient dans un dessiccateur en présence de dessiccant jusqu'à refroidissement et utilisation. La teneur en eau doit être inférieure à 0,5 % en masse (rapportée au poids sec). Si cela est nécessaire pour satisfaire à cette condition, la durée de séchage doit être prolongée.

34.4.2.2.6 Comme matière de référence, il faut utiliser les produits suivants : acide perchlorique à 50 %, solution aqueuse de chlorate de sodium à 40 %, acide nitrique aqueux à 65 %.

34.4.2.2.7 La concentration de la matière éprouvée doit être précisée dans le rapport. Si des solutions saturées sont éprouvées, elles doivent être préparées à 20 °C.

34.4.2.3 *Mode opératoire*

34.4.2.3.1 La bombe montée, avec son capteur de pression, mais non fermée par son disque de rupture, est posée bouchon d'allumage vers le bas dans son support. Un essai d'étanchéité doit préalablement être réalisé sur une bombe non chargée. On mélange 2,50 g ± 0,01 g du liquide à éprouver avec 2,50 g ± 0,01 g de cellulose séchée dans un bécher en verre avec un agitateur en verre ou tout autre outil adéquat non métallique de ce type (par exemple, en porcelaine, en agate...) pendant au moins deux minutes. La durée de l'opération est mesurée avec un chronomètre et doit être la même pour tous les mélanges. **Pour des raisons de sécurité, lors de cette opération, le manipulateur devrait s'abriter derrière un écran de protection.** (Si le mélange s'enflamme spontanément au cours du brassage ou du remplissage, il n'est pas nécessaire de poursuivre l'essai). On remplit la bombe en plusieurs fois en tassant par petits chocs contre un objet dur ; on s'assure qu'il n'y a pas de vide autour de l'enroulement de chauffage et que le mélange est directement en contact avec celui-ci. On doit cependant veiller à ne pas déformer l'enroulement en tassant le mélange ; celui-ci doit recouvrir entièrement l'enroulement à l'issue du remplissage. On met en place le disque de rupture et on visse le bouchon à évent en le bloquant. La bombe chargée, disque de rupture vers le haut, est alors posée sur le porte-bombe et l'ensemble est placé dans une hotte blindée ou dans une chambre de tir. On raccorde les bornes extérieures du bouchon de mise à feu à une source électrique et on applique au dispositif de chauffage un courant de 10 A ± 0,5 A. La mise sous tension s'effectue avant le remplissage de la bombe et doit être maintenue telle que spécifiée pour chaque séquence d'épreuve ou jusqu'à rupture éventuelle du fil. Le délai entre le début de la préparation du mélange et le moment de la mise sous tension doit être aussi court que possible et être maintenu identique d'une série d'épreuves à l'autre.

34.4.2.3.2 Le signal émis par le capteur de pression est enregistré sur un système permettant d'effectuer un enregistrement permanent de la courbe pression/temps et une analyse de cette courbe (enregistreur de signaux transitoires couplé à un enregistreur sur bande de papier par exemple). Le chauffage se poursuit jusqu'à rupture du disque ou pendant une durée d'au moins 60 s. **S'il n'y a pas rupture, on doit attendre que le mélange ait refroidi avant d'ouvrir la bombe, ce que l'on doit faire prudemment en prenant des précautions pour le cas où celle-ci serait encore sous pression.** Cinq essais sont exécutés avec le mélange et avec chacune des matières de référence. On note le temps nécessaire pour monter de 690 kPa à 2 070 kPa (pression manométrique). On retient pour le classement la moyenne des temps obtenus.

34.4.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

34.4.2.4.1 Pour l'évaluation des résultats, on se fonde sur les critères suivants :

- a) Le fait que le mélange matière/cellulose s'enflamme spontanément ou non ;

¹ Pour l'obtenir s'adresser au correspondant national en France pour les détails des épreuves (voir l'appendice 4).

- b) La comparaison du temps moyen de montée de 690 kPa à 2 070 kPa (pression manométrique) avec le temps moyen obtenu pour les matières de référence.

34.4.2.4.2
suivants :

Les critères de classement d'une matière pour ce qui est des propriétés comburantes, sont les

- a) Groupe d'emballage I/catégorie 1 : Toute matière qui, en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
 - i) s'enflamme spontanément ; ou
 - ii) a un temps moyen de montée en pression inférieur à celui d'un mélange acide perchlorique à 50 %/cellulose de 1/1 (en masse) ;
- b) Groupe d'emballage II/catégorie 2 : Toute matière qui en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
 - i) a un taux moyen de montée en pression inférieur ou égal à celui d'un mélange chlorate de sodium en solution aqueuse à 40 %/cellulose de 1/1 (en masse) ; et
 - ii) qui ne remplit pas les critères de classement dans le groupe d'emballage I ;
- c) Groupe d'emballage III/catégorie 3 : Toute matière qui en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
 - i) a un temps moyen de montée en pression inférieur ou égal à celui d'un mélange acide nitrique en solution aqueuse à 65 %/cellulose de 1/1 (en masse) ; et
 - ii) qui ne remplit pas les critères de classement dans les groupes d'emballage I et II/catégories 1 et 2.
- d) Matière non classée comme matière solide comburante : Toute matière qui en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
 - i) produit une pression maximale inférieure à 2 070 kPa (pression manométrique) ;
ou
 - ii) a un temps moyen de montée en pression supérieur à celui d'un mélange acide nitrique en solution aqueuse à 65 %/cellulose de 1/1 (en masse).

Dans le cas de la détermination de l'ordre de prépondérance des dangers aux fins du transport des matières présentant des dangers supplémentaires, par exemple de toxicité ou de corrosivité, il doit être satisfait aux dispositions de la section 2.0.3 du Règlement type.

34.4.2.5 Exemples de résultats

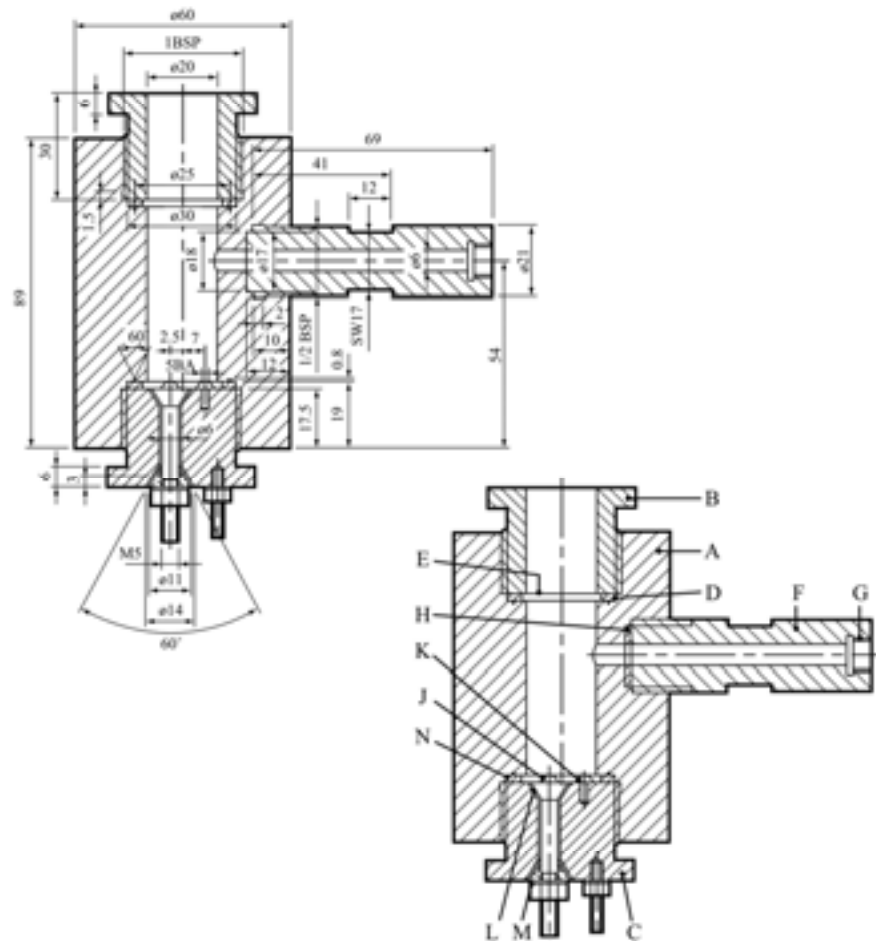
Matière	Temps moyen de montée en pression pour un mélange de 1/1 avec cellulose (ms)	Résultat
Bichromate d'ammonium, en solution aqueuse saturée	20 800	Pas une matière liquide comburante
Nitrate de calcium, en solution aqueuse saturée	6 700	Pas une matière liquide comburante
Nitrate de fer III, en solution aqueuse saturée	4 133	Groupe d'emballage III/Catégorie 3
Perchlorate de lithium, en solution aqueuse saturée	1 686	Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Perchlorate de magnésium, en solution aqueuse saturée	777	Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Nitrate de nickel, en solution aqueuse saturée	6 250	Pas une matière liquide comburante
Acide nitrique, 65 %	4 767 ^a	Groupe d'emballage III/Catégorie 3 ^b
Acide perchlorique, 50 %	121 ^a	Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Acide perchlorique, 55 %	59	Groupe d'emballage I/Catégorie 1
Nitrate de potassium, en solution aqueuse à 30 %	26 690	Pas une matière liquide comburante
Nitrate d'argent, en solution aqueuse saturée	^c	Pas une matière liquide comburante
Chlorate de sodium, en solution aqueuse à 40 %	2 555 ^a	Groupe d'emballage II/Catégorie 2
Nitrate de sodium, en solution aqueuse à 45 %	4 133	Groupe d'emballage III/Catégorie 3
Matière inerte		
Eau/cellulose		^c

^a Valeur moyenne à partir des essais inter-laboratoires comparés.

^b Groupe d'emballage III d'après l'épreuve mais Classe 8 pour le transport selon le tableau de l'ordre de prépondérance des caractéristiques de danger (voir section 2.0.3 du Règlement type).

^c Pression maximale de 2 070 kPa non atteinte.

Figure 34.4.2.1 : Bombe



(A)	Corps de la pompe	(B)	Bouchon retenant le disque de rupture
(C)	Bouchon de mise à feu	(D)	Joint en plomb mou
(E)	Disque de rupture	(F)	Raccord de prise de pression
(G)	Taroudage pour capteur de pression	(H)	Joint
(J)	Électrode isolée	(K)	Électrode mise à la masse
(L)	Isolation	(M)	Cône en acier
(N)	Rainure de matage du joint		

Figure 34.4.2.2 : Porte-bombe

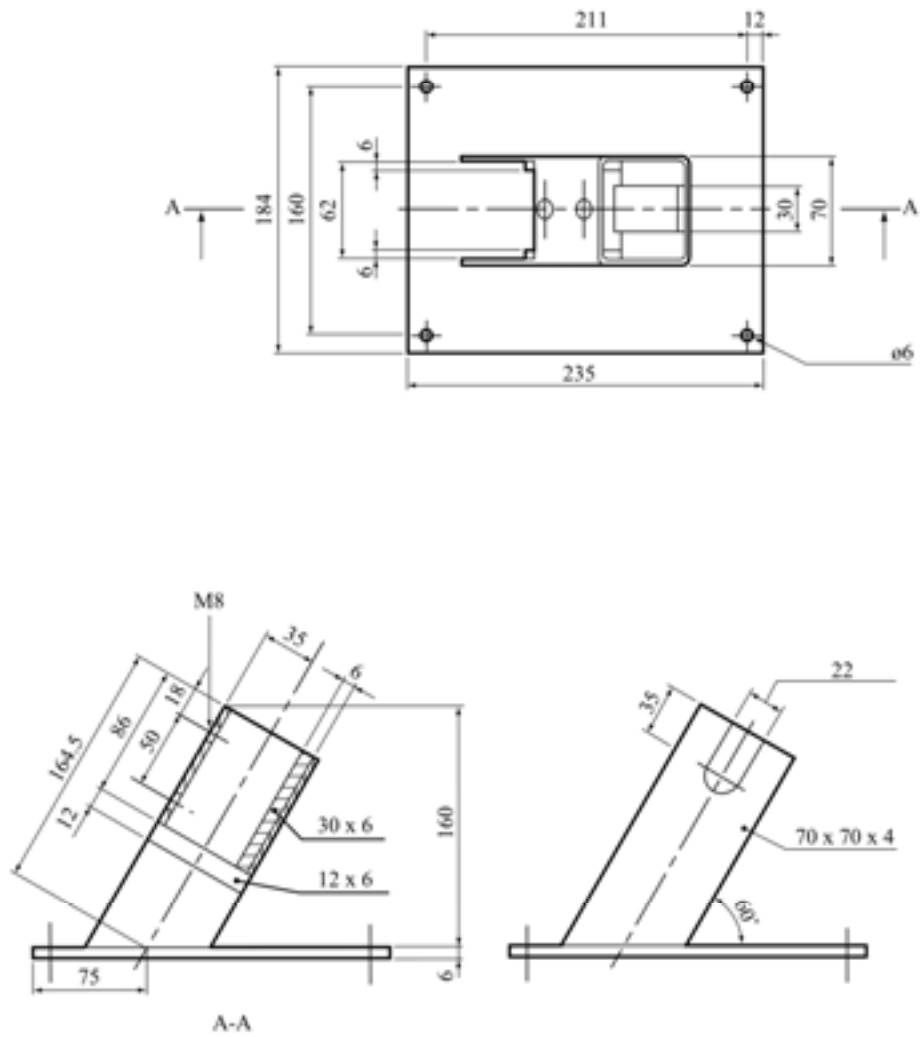
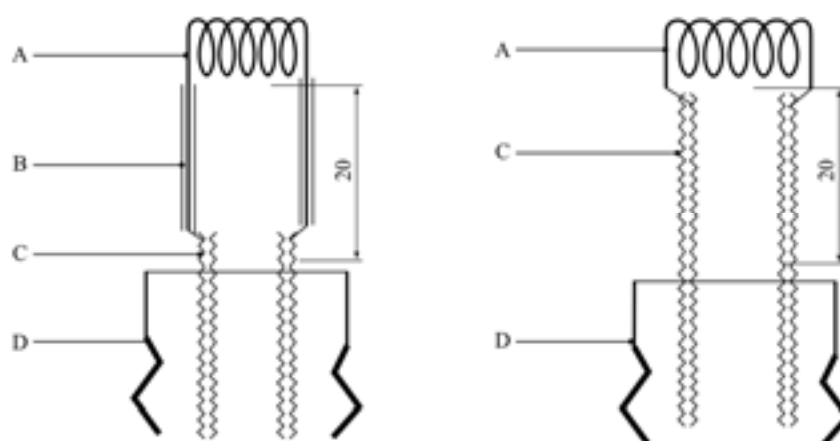


Figure 34.4.2.3 : Système d'inflammation



NOTE : Ces deux configurations sont admises.

-
- (A) Enroulement chauffant
 - (B) Gaine
 - (C) Électrode
 - (D) Bouchon
-

34.4.3 *Épreuve O.3 : méthode d'épreuve gravimétrique pour les matières solides comburantes*

34.4.3.1 *Introduction*

La présente méthode vise à déterminer l'aptitude d'une matière solide à accroître la vitesse de combustion ou l'intensité de combustion d'une matière combustible avec laquelle elle est intimement mélangée. Des essais sont respectivement exécutés sur un mélange matière/cellulose séchée en deux proportions : 1:1 et 4:1 (en masse). Les vitesses de combustion de ces mélanges sont comparées avec celles du mélange de référence peroxyde calcium et cellulose en proportion de 1:2 (en masse). La perte de masse des mélanges au cours de la combustion est déterminée à l'aide d'une balance reliée à un système enregistreur approprié qui l'enregistre en fonction du temps. Si la vitesse de combustion (g/s) est égale ou supérieure à celle du mélange de référence pour le groupe d'emballage III/la catégorie 3, on la compare alors à la vitesse de combustion des mélanges de référence des groupes d'emballage I et II/catégories 1 et 2 (voir le tableau 34.4.3.4).

Le SGH se réfère également à cette épreuve pour attribuer des matières à la classe de danger matières solides comburantes. Pour les classer selon leur pouvoir comburant, le SGH utilise trois catégories qui correspondent exactement aux groupes d'emballage appliqués au transport des marchandises dangereuses. Les catégories 1, 2 et 3 du SGH correspondent donc directement aux groupes d'emballage I, II et III, respectivement.

Il est utile de disposer d'informations préliminaires sur toute propriété potentiellement explosive d'une matière avant de procéder à l'épreuve, les procédures de présélection figurant à l'appendice 6. L'épreuve n'est pas applicable aux matières explosives ou inflammables, ni aux peroxydes organiques.

34.4.3.2 *Matériaux*

34.4.3.2.1 Il faut utiliser du peroxyde de calcium de qualité technique pure en poudre fine en concentration de 75 % \pm 1,0 % comme comburant de référence. La concentration d'impuretés telles que chlorures ou composés produisant de l'eau au cours de la combustion doit être faible, car elles sont susceptibles d'influencer le processus de combustion des mélanges de référence. Du peroxyde de calcium satisfaisant aux exigences ci-dessous peut être utilisé sans autre prétraitement³.

CaO₂: 75 % \pm 1,0 %,

Ca(OH)₂: 20 % à 25 %

CaCO₃: 0 % à 5 %

Chlorure : max 500 ppm

Taille des particules : min 99 % < 75 μ m, dont min 50 % < 20 μ m

34.4.3.2.2 Comme matériau combustible, on utilise de la cellulose blanche séchée¹ ayant un diamètre moyen de fibre d'environ 25 μ m, une taille de grain inférieure à 100 μ m, une masse volumique apparente d'environ 170 kg/m³ et une valeur de pH se situant entre 5 et 7. Elle doit être mise à sécher en couche de moins de 25 mm d'épaisseur à 105 °C pendant au moins quatre heures, puis maintenue dans un dessiccateur en présence d'un dessiccant jusqu'à refroidissement et utilisation. Sa teneur en eau doit être inférieure à 0,5 % en masse (rapportée au poids sec). Si nécessaire, la durée de séchage doit être prolongée à cet effet. La densité en vrac de la cellulose utilisée pour l'épreuve doit être suffisante pour que le mélange d'essai pour le groupe d'emballage III/la catégorie 3 (30,0 g \pm 0,1 g) puisse être entièrement contenu par l'entonnoir conique.

34.4.3.2.3 Il faut examiner la matière soumise à l'épreuve, dans la forme sous laquelle elle est présentée, pour y déceler toute particule de moins de 500 μ m de diamètre. Si cette poudre représente plus de 10 % de la masse totale de l'échantillon, ou si la matière est friable, il convient, avant de procéder à l'épreuve, de réduire

³ S'adresser au correspondant national en Allemagne pour les détails des épreuves (voir l'appendice 4).

¹ Pour l'obtenir s'adresser au correspondant national en France pour les détails des épreuves (voir l'appendice 4).

la totalité de l'échantillon à l'état de poudre formée des particules inférieures à 500 µm, pour permettre une réduction de la taille des particules durant la manipulation et le transport. Comme la taille des particules a une influence sur les propriétés comburantes d'une matière, un comburant grossier peut être classé dans le groupe d'emballage III/la catégorie 3, alors que la vitesse de combustion de la même matière sous forme plus fine peut se révéler plus rapide, ce qui fait que différentes formes de la même matière peuvent se voir classées différemment dans le SGH et se voir attribuées à des groupes d'emballage différents.

34.4.3.3 *Appareillage*⁴

34.4.3.3.1 Il est nécessaire de disposer d'une balance appropriée dont la plage de mesure, la précision et la capacité de transfert de données soient suffisantes et qui soit équipée d'une interface (par exemple USB ou RS232) permettant l'acquisition de données. Les données requises (temps, masse) sont enregistrées, de préférence à une fréquence d'au moins 5 Hertz. Tout logiciel capable d'enregistrer les données fournies par la balance peut être utilisé. Il est recommandé de vérifier la synchronisation du logiciel et il peut s'avérer utile de mesurer le temps à l'aide d'un chronomètre.

34.4.3.3.2 On doit disposer d'une source d'inflammation constituée par une boucle de fil conducteur d'un métal inerte raccordée à une source électrique capable de dissiper la puissance spécifiée ci-dessous. La résistance électrique dépend du métal dont est fait la boucle. Il est recommandé d'utiliser du nickel/chrome ou de l'aluchrome comme suit :

- a) Longueur = 30 cm ± 1 cm ;
- b) Diamètre inférieur ou égal à 1 mm ;
- c) Puissance électrique dissipée dans le fil = 150 W ± 7 W.

La boucle doit avoir la configuration de la figure 34.4.3.2. Il est capital que le raccordement électrique au fil chauffant soit suffisamment souple pour éviter toute perturbation du bon fonctionnement de la balance.

34.4.3.3.3 Un entonnoir à 60°, ayant un diamètre interne de 70 mm et bouché à son extrémité étroite doit être utilisé pour donner au mélange d'essai la forme d'un tas conique tronqué ayant une base de 70 mm de diamètre posé sur une plaque froide, étanche et conduisant mal la chaleur.

34.4.3.3.4 Une plaque d'essai isolante est nécessaire pour éviter toute perte d'énergie par conduction thermique. Une plaque d'essai de 150 mm sur 150 mm d'au moins 6 mm d'épaisseur et de conductivité thermique à 0 °C ne dépassant pas 0,23 W.m⁻¹.K⁻¹ peut convenir. On peut aussi utiliser d'autres plaques de conductivité comparable. Afin d'accroître la durée de vie de la plaque d'essai, on peut la recouvrir d'une couche de céramique ayant la même faible conductivité thermique.

34.4.3.3.5 Il faut également disposer d'une hotte ou d'un local d'essai ventilé, mais la vitesse de l'air ne doit pas y dépasser 0,5 m/s. ***Le système d'extraction de la fumée doit être capable de capturer toutes les fumées toxiques.***

34.4.3.3.6 Pour construire le support destiné à accueillir l'épreuve de combustion sur la balance, il faut disposer d'une plaque d'embase solide (en acier ou autre matériau approprié), d'une plaque de positionnement faite d'un matériau résistant au feu (l'utilisation du même matériau que pour la plaque d'embase est recommandée), ainsi que de barres de guidage.

34.4.3.3.7 Il faut éviter que le courant d'air de la ventilation affecte la balance et fausse de ce fait le résultat de l'épreuve. Le meilleur moyen consiste à installer un pare-vent protégeant l'ensemble du matériel d'épreuve contre les courants d'air provenant de la ventilation ou du milieu ambiant.

34.4.3.3.8 Le tas conique qui brûle doit impérativement être placé au centre de la balance. Il importe également de protéger la balance contre la chaleur et les particules enflammées au cours de l'épreuve. Pour y

⁴ *Pour obtenir des informations techniques concernant la conception la plus appropriée et la formation vidéo, s'adresser au correspondant national en Allemagne pour les détails des épreuves (voir l'appendice 4).*

parvenir, on recommande la configuration générale suivante (les lettres entre parenthèses carrées renvoient à la figure 34.4.3.1) :

- a) On utilise deux plaques pour faire en sorte que la position soit toujours la même sur la balance et pour la protéger. La plaque d'embase (H), plus grande que la balance, est faite d'un matériau solide. Il est recommandé de fixer des amortisseurs à sa partie inférieure pour réduire les vibrations extérieures. On fixe 2 à 4 barres de guidage métalliques (G) sur la plaque inférieure comme il est indiqué à la figure 34.4.3.1 pour faire en sorte que la balance occupe toujours la même position sur la plaque de positionnement (F) et sur la plaque d'essai (C) lors de l'épreuve. La plaque d'embase doit être suffisamment rigide pour que les barres de guidage soient toujours en position stable (4 mm d'acier ou 16 mm de polyamide). La balance est toujours placée dans la même position centrale sur la plaque d'embase ;
- b) La plaque de positionnement (F) est faite d'un matériau résistant au feu et de faible conductivité, ayant des propriétés semblables à celles de la plaque d'essai (voir 34.4.3.3.4). Le diamètre des orifices percés dans la plaque de positionnement pour les barres doit être supérieur d'environ 8 mm à celui des barres elles-mêmes ;
- c) Les barres sont toujours placées au centre des orifices pour éviter tout contact entre la plaque de positionnement (F) et les barres, afin de ne pas perturber les fonctionnements de la balance. Quelques marques de repère sur la plaque de positionnement (F) permettent de placer la plaque d'essai (C) en position correcte au centre de la balance ;
- d) Le raccordement électrique entre la source d'alimentation et le fil chauffant doit être souple pour ne pas perturber le libre mouvement de la balance en opposant une résistance ou en se déplaçant. On peut utiliser pour cela un câble souple et un support proche de la plaque d'essai. Le fait d'enrouler le câble entre le support et la plaque d'essai peut permettre d'apporter un supplément de souplesse au dispositif ;
- e) Le pare-vent (D) peut faire partie intégrante de la plaque inférieure ou être placé tout autour du matériel d'épreuve. Il ne doit pas exister d'ouverture au bas du pare-vent. Le pare-vent lui-même doit être fermé et plus haut d'environ 10 cm que le matériel, pour éviter les courants d'air venus d'en haut.

34.4.3.4 Mode opératoire

Les échantillons suivants sont nécessaires :

Échantillon	Composants	Rapport de mélange en masse
Matière soumise à l'épreuve mélange 1:1	Matière soumise à l'épreuve et cellulose	1:1
Matière soumise à l'épreuve mélange 4:1	Matière soumise à l'épreuve et cellulose	4:1
Mélange de référence pour le groupe d'emballage I/catégorie 1	Matière de référence et cellulose	3:1
Mélange de référence pour le groupe d'emballage II/catégorie 2	Matière de référence et cellulose	1:1
Mélange de référence pour le groupe d'emballage III/catégorie 3	Matière de référence et cellulose	1:2

34.4.3.4.1 On prépare des doses de $30,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de chacun des mélanges de référence et également des doses de $30,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ des deux mélanges de la matière à éprouver. Chaque mélange doit être brassé mécaniquement de manière aussi intime que possible pendant au moins une minute mais sans malaxage excessif. Chaque mélange doit être préparé séparément, utilisé le plus tôt possible et ne pas être prélevé dans un lot plus important.

34.4.3.4.2 À l'aide de l'entonnoir, on forme des tas coniques de mélange ayant 70 mm de diamètre à la base. On forme le tas en tapotant légèrement l'entonnoir après l'avoir rempli ; on recouvre l'entonnoir de la plaque d'essai – y compris de la feuille (le cas échéant) – et on les retourne ensemble. On tapote légèrement l'entonnoir avant de l'enlever. Le tas doit alors recouvrir la boucle d'allumage qui repose sur la plaque d'essai. On procède à l'épreuve à pression atmosphérique, à une température ambiante de $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et à une humidité relative inférieure à 60 % pour réduire l'absorption d'humidité par la cellulose au cours des manipulations.

34.4.3.4.3 La balance, placée dans la zone ventilée comme indiqué plus haut, est mise à zéro. Le courant électrique est appliqué au fil d'allumage et maintenu pendant toute la durée de l'épreuve, ou pendant trois minutes en absence d'inflammation ou de combustion du mélange. La collecte des données commence quelques secondes avant la mise sous tension et doit se poursuivre jusqu'à la fin de la réaction ou jusqu'à ce que la perte de masse en une minute soit inférieure à 1 g. Si le fil chauffant se rompt, il faut recommencer l'épreuve pour s'assurer qu'une rupture précoce du fil n'a pas d'influence sur le résultat de l'épreuve.

34.4.3.5 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

34.4.3.5.1 L'évaluation des résultats se fonde sur les critères suivants :

- a) La comparaison de la vitesse de combustion moyenne avec celle des mélanges de référence ;
- b) Le fait que le mélange s'enflamme et brûle.

34.4.3.5.2 La combustion du tas conique peut être divisée en trois périodes :

- a) Période initiale : entre 0 % et 20 % de la perte de masse totale ;
- b) Période de combustion principale : entre 20 % et 80 % de la perte de masse totale ; et
- c) Fin de la réaction : entre 80 % de perte de masse et la fin de la réaction.

La perte de masse par unité de temps est relativement constante au cours de la période de combustion principale. Pour cette raison, on peut utiliser une régression linéaire (basée sur la méthode des moindres carrés) pour vérifier la qualité des données collectées.

34.4.3.5.3 La vitesse de combustion (BR) dépend de l'intensité de la combustion et de la quantité de cellulose dans le mélange. Aux fins de l'épreuve, elle est définie par le quotient entre 60 % de la quantité totale de cellulose dans le tas conique et la durée de la combustion principale t_{20-80} . La valeur t_{20-80} représente le temps nécessaire pour que la perte de masse passe de 20 % à 80 % de la perte de masse totale. La perte de masse totale est la différence entre la masse avant l'inflammation et la masse à la fin de la combustion, définie comme le temps après lequel la vitesse de perte de masse est inférieure à 1 g par minute.

La vitesse de combustion est donc calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$BR_{20-80} = \frac{0,6 \times m_{\text{cellulose}}}{t_{20-80}}$$

où:

BR_{20-80} = vitesse de combustion entre 20 % et 80 % en g/s

$m_{\text{cellulose}}$ = masse de cellulose dans le mélange, en grammes

t_{20-80} = durée de combustion entre 20 % et 80 % du total de la masse perdue en secondes

Cinq épreuves valables doivent être effectuées avec chacun des mélanges de référence et des mélanges de matières à éprouver. La courbe de chaque épreuve de combustion doit être examinée en représentant graphiquement la perte de masse en fonction du temps. Le graphique peut aussi servir à la prise de décisions et il faut y recourir en cas de doute. Le coefficient de corrélation (R^2) de la courbe de masse de chaque épreuve de combustion doit être d'au moins 0,90 entre 20 % et 80 % de perte de masse, faute de quoi

l'épreuve doit être répétée. L'écart type des vitesses de combustion par rapport à ces cinq épreuves ne doit pas dépasser 20 % au total.

34.4.3.5.4 Les critères d'épreuve permettant de déterminer les groupes d'emballage/catégories en fonction des propriétés comburantes d'une matière sont les suivants :

- a) Groupe d'emballage I/catégorie 1 : Toute matière qui, en mélange de 4:1 ou de 1:1 avec de la cellulose (en masse) a une vitesse moyenne de combustion supérieure à celle d'un mélange peroxyde de calcium et cellulose de 3:1 (en masse)
- b) Groupe d'emballage II/catégorie 2 : Toute matière qui, en mélange de 4:1 ou de 1:1 avec de la cellulose (en masse) a une vitesse moyenne de combustion égale ou supérieure à celle d'un mélange peroxyde de calcium et cellulose de 1:1 (en masse) et qui ne remplit pas les critères de classement dans le groupe d'emballage I/la catégorie 1
- c) Groupe d'emballage III/catégorie 3 : Toute matière qui, en mélange de 4:1 ou de 1:1 avec de la cellulose (en masse) a une vitesse moyenne de combustion inférieure ou égale à celle d'un mélange peroxyde de calcium et cellulose de 1:2 (en masse) et qui ne remplit pas les critères de classement dans les groupes d'emballage I et II/catégories 1 et 2
- d) Matière non classée comme matière solide comburante : Toute matière qui, en mélange de 4:1 ou de 1:1 division 5.1: avec de la cellulose (en masse) ne s'enflamme ni ne brûle en aucun cas, ou dont la durée de combustion moyenne est inférieure à celle d'un mélange peroxyde de calcium et cellulose de 1:2 (en masse)

Dans le cas de la détermination de l'ordre de prépondérance des dangers aux fins du transport des matières présentant des dangers supplémentaires, par exemple de toxicité ou de corrosivité, il doit être satisfait aux dispositions de la section 2.0.3 du Règlement type.

34.4.3.5.5 Si l'on soupçonne un faux résultat positif, il convient également, en interprétant les résultats, de prendre en considération les résultats obtenus lorsqu'on éprouve la matière mélangée à une matière inerte et/ou lorsque l'épreuve est effectuée dans une atmosphère inerte.

34.4.3.5.6 Si la forme de la courbe de perte de masse indique que l'épreuve n'est pas valable, il faut vérifier la procédure de mélange ou s'assurer que l'installation du dispositif d'épreuve n'empêche pas le libre mouvement de la balance.

34.4.3.6 Exemples de résultats

NOTA : Les résultats ci-après ne sont donnés qu'à titre indicatif, car les résultats obtenus avec chaque comburant dépendent de la granulométrie, etc. Ces résultats d'épreuves ne sont pas destinés à servir de base à des classements (voir aussi le paragraphe 2.14.4.2.1 au chapitre 2.14 dans la deuxième partie du SGH et le paragraphe 2.5.2.1.1 au chapitre 2.5 du Règlement type, respectivement).

Matière	Granulométrie, valeur moyenne, D50 (µm)	Résultat
Bichromate d'ammonium	300	Groupe d'emballage III/Catégorie 3 ^c
Nitrate de calcium (tétrahydrate)	1 050	Groupe d'emballage III/Catégorie 3 ^c
Nitrate de cobalt (hexahydrate)	1 200	Pas une matière solide comburante ^c
Nitrate de nickel	1 200	Pas une matière solide comburante ^c
Nitrite de potassium	200	Groupe d'emballage I/Catégorie 1 ^{a,d}
Perchlorate de potassium	220	Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^c
Perchlorate de potassium	30	Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^d
Permanganate de potassium	200	Groupe d'emballage I/Catégorie 1 ^{a,c,d}
Chlorate de sodium	220	Groupe d'emballage I/Catégorie 1 ^{a,d}
Nitrite de sodium	320	Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^{b,c}
Nitrate de sodium	200	Groupe d'emballage II/Catégorie 2 ^{b,c}
Nitrate de strontium (anhydre)	250	Pas une matière solide comburante ^c

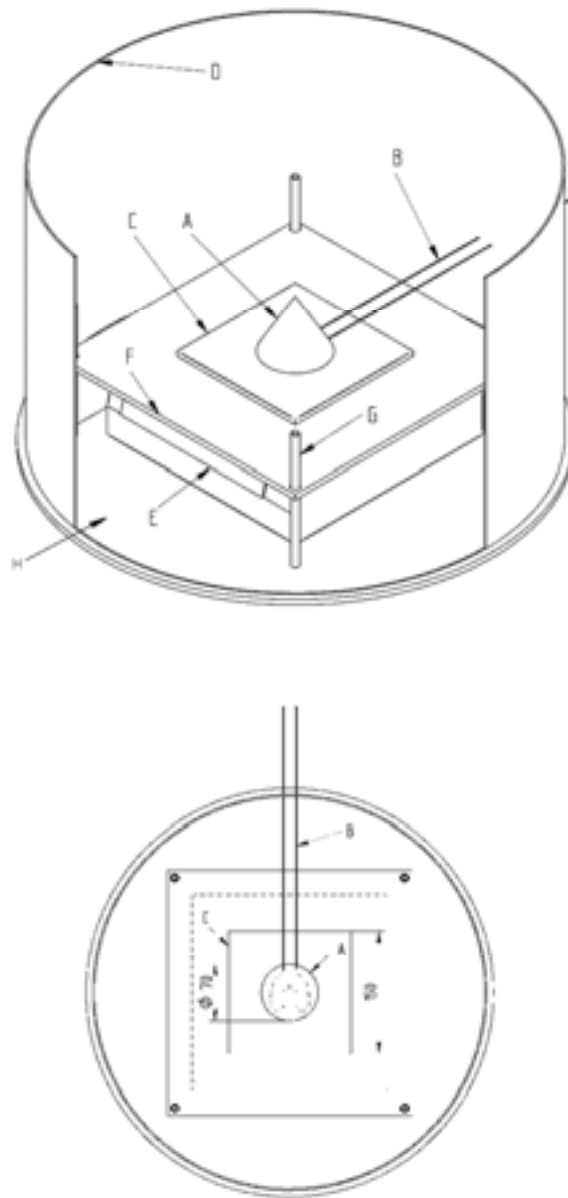
^a Actuellement groupe d'emballage II/catégorie 2.

^b Actuellement groupe d'emballage III/catégorie 3.

^c Solvay

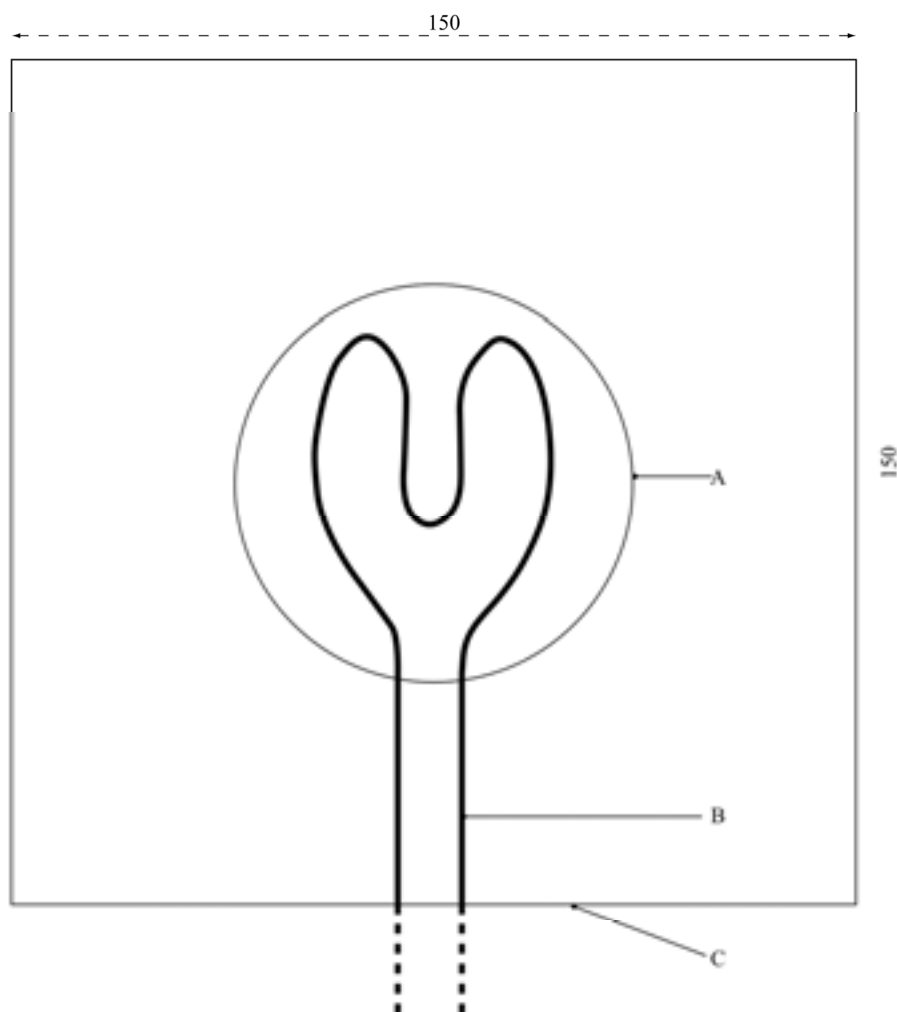
^d BAM

Figure 34.4.3.1 : Schéma de la configuration de l'épreuve UN O.3



-
- (A) Tas conique
 - (B) Fil chauffant
 - (C) Plaque d'essai
 - (D) Pare-vent
 - (E) Balance avec interface
 - (F) Plaque de positionnement
 - (G) Barres de fixation de la plaque de positionnement (F) et de la plaque d'essai (C) en des points précis sur la balance
 - (H) Plaque d'embase
-

Figure 34.4.3.2 : Plaque d'essai et fil d'allumage



-
- (A) Tas conique (base)
 - (B) Fil chauffant
 - (C) Plaque d'essai
-

SECTION 35

DÉTERMINATION DE L'INSTABILITÉ CHIMIQUE DES GAZ ET DES MÉLANGES DE GAZ

35.0 Introduction

La présente section présente le système ONU de classement des gaz et mélanges de gaz en tant que « chimiquement instables ». Ce texte doit être utilisé parallèlement aux principes relatifs à la classification énoncés au chapitre 2.2 du Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques (SGH) et aux méthodes d'épreuve définies dans la présente section.

35.1 Objet

35.1.1 La présente méthode d'épreuve est utilisée pour déterminer l'instabilité chimique d'un gaz ou d'un mélange de gaz au moyen d'épreuves d'inflammation effectuées dans une enceinte fermée à température et pression ambiantes et à température et pression élevées.

35.1.2 Aux fins de la présente méthode d'épreuve, on entend par :

Instabilité chimique, la propension d'un gaz ou d'un mélange de gaz à réagir dangereusement en se décomposant même en l'absence de tout autre réactif (air, oxygène, etc.), entraînant ainsi une élévation de la température ou de la pression, voire des deux ;

Gaz d'essai, le gaz ou le mélange de gaz à évaluer au moyen de la présente méthode d'épreuve ;

Pression initiale correspondante, la pression à laquelle l'épreuve à 65 °C est effectuée. Pour les gaz d'essai complètement gazeux, la pression initiale correspondante est la pression atteinte par le gaz à 65 °C en fonction de la pression (de remplissage) maximale à température ambiante. Pour les gaz d'essai liquéfiés, la pression initiale correspondante est la tension de vapeur à 65 °C.

35.2 Domaine d'application

35.2.1 La présente méthode d'épreuve ne porte ni sur la décomposition des gaz dans les conditions de traitement des usines chimiques ni sur les réactions dangereuses susceptibles de se produire entre les gaz composant un mélange de gaz.

35.2.2 Les mélanges de gaz dans lesquels les composants peuvent réagir dangereusement entre eux, par exemple les gaz inflammables et les gaz comburants, ne sont pas considérés comme chimiquement instables au sens de la présente méthode d'épreuve.

35.2.3 Si les calculs effectués conformément à la norme ISO 10156:2010 indiquent qu'un mélange de gaz n'est pas inflammable, il n'est pas nécessaire d'effectuer les épreuves visant à déterminer l'instabilité chimique à des fins de classement.

35.2.4 Avant de déterminer si un gaz inflammable ou un mélange de gaz inflammable est susceptible d'être classé parmi les gaz ou mélanges de gaz chimiquement instables, il convient d'obtenir un avis d'expert afin d'éviter de mettre inutilement à l'épreuve des gaz dont il ne fait aucun doute qu'ils sont stables. Les groupes fonctionnels indicateurs d'une instabilité chimique des gaz sont les liaisons triples, les liaisons doubles adjacentes ou conjuguées, les liaisons doubles halogénées et les contraintes cycliques.

35.3 Concentrations limites

35.3.1 Concentrations limites génériques

35.3.1.1 Les mélanges de gaz qui ne contiennent qu'un gaz chimiquement instable ne sont pas considérés comme étant chimiquement instables et ne doivent donc pas être éprouvés à des fins de classement si la concentration du gaz chimiquement instable est inférieure à la plus élevée des concentrations limites génériques suivantes :

- a) Limite inférieure d'explosivité (LIE) du gaz chimiquement instable ; ou
- b) 3 mole %.

35.3.2 Concentrations limites spécifiques

35.3.2.1 Des renseignements concernant une sélection de gaz et leur classement en tant que gaz chimiquement instables sont donnés dans les tableaux ci-après, ainsi que les concentrations limites spécifiques de leurs mélanges. Les mélanges de gaz qui ne contiennent qu'un gaz chimiquement instable à des concentrations inférieures à la concentration limite spécifique ne sont pas considérés comme étant chimiquement instables et ne doivent donc pas être éprouvés à des fins de classement.

Tableau 35.1 : Instabilité chimique des gaz et concentrations limites des mélanges en dessous desquelles ces derniers ne sont pas classés comme étant chimiquement instables

Renseignements relatifs au gaz pur					Renseignements relatifs aux mélanges contenant ce gaz
Nom chimique	Formule brute	No.CAS	No ONU	Classification	Concentration limite spécifique (voir notes 1 et 2)
Acétylène	C ₂ H ₂	74-86-2	1001 3374	Chim. inst. Cat.A	Voir tableau 35.2. Pour les autres mélanges : Pression partielle de 1 bar absolu
Bromotrifluoro-éthylène	C ₂ BrF ₃	598-73-2	2419	Chim. inst. Cat.B	8,4 mole % (LIE)
1,2-Butadiène	C ₄ H ₆	590-19-2	1010	Non classé comme étant chimiquement instable	
1,3-Butadiène	C ₄ H ₆	106-99-0	1010	Non classé comme étant chimiquement instable	
1-Butyne, éthylacétylène	C ₄ H ₆	107-00-6	2452	Chim. inst. Cat.B	Les concentrations limites spécifiques de l'acétylène peuvent être appliquées, voir tableau 35.2. Pour les autres mélanges : Pression partielle de 1 bar absolu
Trifluoro-chloréthylène	C ₂ ClF ₃	79-38-9	1082	Chim. inst. Cat.B	4,6 mole % (LIE)
Oxyde d'éthylène	C ₂ H ₄ O	75-21-8	1040	Chim. inst. Cat.A	15 mole % pour les mélanges contenant des gaz nobles. 30 mole % pour les autres mélanges.
Éther méthylvinylique	C ₃ H ₆ O	107-25-5	1087	Chim. inst. Cat.B	3 mole %
Propadiène	C ₃ H ₄	463-49-0	2200	Chim. inst. Cat.B	Les concentrations limites spécifiques de l'acétylène peuvent être appliquées, voir tableau 35.2. Pour les autres mélanges : Pression partielle de 1 bar absolu
Propyne	C ₃ H ₄	74-99-7	3161	Chim. inst. Cat.B	Les concentrations limites spécifiques de l'acétylène peuvent être appliquées, voir tableau 35.2. Pour les autres mélanges : Pression partielle de 1 bar absolu
Tétrafluoréthylène	C ₂ F ₄	116-14-3	1081	Chim. inst. Cat.B	10,5 mole % (LIE)
Trifluoréthylène	C ₂ HF ₃	359-11-5	1954	Chim. inst. Cat.B	10,5 mole % (LIE)
Bromure de vinyle	C ₂ H ₃ Br	593-60-2	1085	Chim. inst. Cat.B	5,6 mole % (LIE)
Chlorure de vinyle	C ₂ H ₃ Cl	75-01-4	1086	Chim. inst. Cat.B	3,8 mole % (LIE)
Fluorure de vinyle	C ₂ H ₃ F	75-02-5	1860	Chim. inst. Cat.B	3 mole %

NOTA 1 : La pression maximale doit être limitée afin d'éviter la condensation.

2 : La méthode d'épreuve n'est pas applicable aux mélanges de gaz liquéfiés. Lorsque les gaz en phase gazeuse se trouvent au-dessus d'un mélange de gaz liquéfié sont susceptibles de devenir chimiquement instables après l'évacuation, il convient de le signaler au moyen de la fiche de données de sécurité.

Tableau 35.2 : Concentrations limites spécifiques des mélanges binaires comportant de l'acétylène.
Ces concentrations limites peuvent également être appliquées au 1-butyne (éthylacétylène), au propadiène et au propyne

Concentration limite de l'acétylène (mole %)	Pression (de remplissage) maximale (en bars) d'un mélange composé des gaz suivants :						
	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 Méthode d'épreuve

35.4.1 Introduction

35.4.1.1 La propension d'un gaz à se décomposer est largement corrélée à la pression, à la température et, dans le cas des mélanges de gaz, à la concentration du composant chimiquement instable. La probabilité que se produisent des réactions de décomposition doit être évaluée dans des conditions semblables à celles qui prévalent lors de la manipulation, de l'utilisation et du transport. En conséquence, deux types d'épreuves doivent être effectués :

- a) À température et pression ambiantes,
- b) À 65 °C et à la pression initiale correspondante.

35.4.2 Appareillage et matériel

35.4.2.1 Le dispositif d'essai (voir figure 35.1) est composé des éléments suivants : une enceinte d'essai résistante à la pression (et à la chaleur) en acier inoxydable ; une source d'inflammation ; un dispositif de mesure et d'enregistrement permettant d'enregistrer la pression à l'intérieur de l'enceinte ; une arrivée de gaz ; un dispositif de dégagement équipé d'un disque de rupture et de conduites supplémentaires et muni de soupapes et de robinets actionnés à distance.

- a) Enceinte d'essai résistante à la pression

L'enceinte d'essai est un récipient cylindrique en acier inoxydable d'un volume interne d'environ 1 dm³ et d'un diamètre interne de 80 mm. Une source d'inflammation à fil explosant est vissée au fond de l'enceinte. Celle-ci est munie d'une chemise chauffante reliée à un dispositif de réglage de la température qui permet de chauffer la paroi externe de l'enceinte avec une précision de ± 2 K. L'enceinte d'essai est isolée au moyen d'un matériau isolant afin d'éviter les déperditions thermiques et les écarts de température. Elle doit pouvoir résister à une pression de 500 bars (50 MPa).

- b) Inflammateur à fil explosant

La source d'inflammation est un inflammateur (initiateur) à fil explosant analogue à celui décrit dans les normes ASTM E 918 et EN 1839. Cet inflammateur est composé de deux électrodes isolées placées à une distance de 3 mm à 6 mm, aux extrémités desquelles est fixé un fil de nickéline de 0,12 mm de diamètre. L'énergie d'allumage est produite par un transformateur d'isolement de 1,5 kVA/230 (115) V mis en circuit avec l'inflammateur pendant un court instant. Il y a fusion du fil et formation d'un arc électrique entre les électrodes pendant une période correspondant, au maximum, à une demi-période de la tension d'alimentation (10 (8,3) ms). Un dispositif de commande électronique permet de mettre en circuit l'inflammateur pendant différentes périodes de la demi-onde de la tension de secteur. L'énergie correspondante fournie doit être de l'ordre de 15 J \pm 3 J. Cette énergie peut être mesurée en enregistrant l'intensité du courant et la différence de potentiel pendant l'allumage.

- c) Dispositifs d'enregistrement de la pression et de la température

La pression à l'intérieur de l'enceinte doit être mesurée au moyen d'un capteur de pression piézorésistif étalonné. La plage de mesure doit être 20 fois plus grande que la pression initiale. La sensibilité du dispositif doit être d'au moins 0,1 % de l'amplitude maximale et sa précision doit être supérieure à 0,5 % de l'amplitude maximale.

La température de l'enceinte doit être mesurée et contrôlée au moyen d'un thermocouple de type « K » (NiCr/NiAl) de 3 mm, monté à l'intérieur de l'autoclave, 50 mm en dessous de la partie supérieure.

Après l'allumage, le signal numérique de pression doit être enregistré par ordinateur. La pression initiale (p_0) et la pression maximale (p_{ex}) sont dérivées des données brutes.

d) Arrivée de gaz

Deux types d'arrivée de gaz différents sont nécessaires, le premier pour les gaz d'essai entièrement en phase gazeuse, le second pour les gaz d'essai liquéfiés. Les gaz d'essai en phase gazeuse sont mesurés au moyen d'un compteur volumétrique ou par débitmétrie et les gaz d'essai liquéfiés par gravimétrie.

e) Disque de rupture

Le disque de rupture a pour objet de protéger l'enceinte d'essai. Il est relié à une conduite d'évent par laquelle les gaz d'échappement sont évacués. Le diamètre libre du disque de rupture devrait être d'au moins 10 mm et le diamètre interne de la conduite d'au moins 15 mm. La pression d'ouverture du disque de rupture doit être de 250 bars (25 MPa).

f) Conduites et soupapes supplémentaires

Les conduites et les soupapes qui sont montées directement sur l'enceinte d'essai doivent pouvoir résister à une pression de 500 bars (50 MPa). Le dispositif d'essai doit fonctionner au moyen de soupapes actionnées à distance.

35.4.3 Procédure d'épreuve

35.4.3.1 Le gaz d'essai est introduit dans une enceinte en acier inoxydable résistante à la pression, à une température et une pression contrôlées. L'enceinte est équipée d'un disque de rupture. L'allumage du gaz d'essai est effectué au moyen d'un inflammateur à fil explosant. L'occurrence ou non d'une réaction de décomposition est déduite de la montée en pression produite.

35.4.3.2 Les épreuves doivent être effectuées dans l'ordre suivant :

a) Épreuve à température et pression ambiantes

Pour les épreuves réalisées à 20 °C et 1,01 bar (101,3 kPa), l'inflammateur à fil explosant doit être placé au milieu de l'enceinte d'essai. L'enceinte d'essai et les conduites sont placées sous vide. Le gaz d'essai est introduit dans l'enceinte au moyen de soupapes actionnées à distance jusqu'à ce que la pression ambiante (pression initiale) soit atteinte. Une fois les soupapes fermées, l'inflammateur est mis à feu. L'énergie d'allumage doit être d'environ 15 J afin d'éviter tout amorçage excessif dans l'enceinte d'essai à cette pression relativement faible. Le critère indiquant qu'une réaction a eu lieu est une montée en pression supérieure à 20 % après l'inflammation ($f = p_{ex}/p_0 > 1,20$). En l'absence d'une telle montée en pression, l'épreuve doit être répétée deux fois.

Si le gaz d'essai subit une montée en pression supérieure à 20 % lors de l'une de ces deux épreuves, il doit être classé comme étant « chimiquement instable à 20 °C et à une pression normale de 101,3 kPa ». Aucune autre épreuve n'est nécessaire.

b) Épreuve à température et pression élevées

Si lors des épreuves effectuées conformément à l'alinéa a) du paragraphe 35.4.3.2, il n'y a pas eu de montée en pression supérieure à 20 %, d'autres épreuves doivent être effectuées à 65 °C et à la pression initiale correspondante. La procédure à suivre est la même que celle énoncée à l'alinéa a) du paragraphe 34.3.3.2, mais il convient de faire attention aux gaz susceptibles d'être instables lorsque sous pression. L'énergie d'allumage doit être d'environ 15 J. En l'absence de montée en pression supérieure à 20 %, l'épreuve doit être répétée deux fois.

Si le gaz d'essai subit une montée en pression supérieure à 20 % lors de l'une de ces deux épreuves, le gaz doit être classé comme étant « chimiquement instable à une température supérieure à 20 °C et/ou une pression supérieure à 101,3 kPa ».

35.4.4 Mesures de sécurité

35.4.4.1 Le dispositif d'essai doit être protégé de manière adéquate afin d'éviter les blessures en cas de rupture. Il doit être installé de telle façon que l'opérateur ne doive pas se tenir dans la même pièce lorsque l'enceinte contient le gaz d'essai. Il est également possible de séparer le dispositif d'essai de l'opérateur à l'aide d'un pare-éclats. La source d'inflammation ne devrait pouvoir être amorcée qu'à partir d'un lieu à l'abri de l'enceinte d'essai.

35.4.4.2 L'enceinte d'essai doit être équipée d'un disque de rupture relié à une conduite d'évent permettant l'évacuation des gaz d'échappement en toute sécurité. En conséquence, il convient de tenir compte du fait que les gaz d'échappement peuvent également présenter un danger (inflammables, toxiques, etc.).

35.4.4.3 La bombe contenant le gaz d'essai doit être équipée d'un clapet antiretour et doit être séparée du dispositif d'essai avant la mise à feu de l'inflammeur, afin d'éviter tout retour d'allumage au niveau de la bombe. La vanne de la bombe doit être fermée dès que le remplissage est achevé.

35.4.4.4 Certains gaz chimiquement instables peuvent exploser très violemment, en particulier lorsque la pression est élevée. En conséquence, il est vivement recommandé de débiter les expériences à la pression atmosphérique.

35.4.5 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

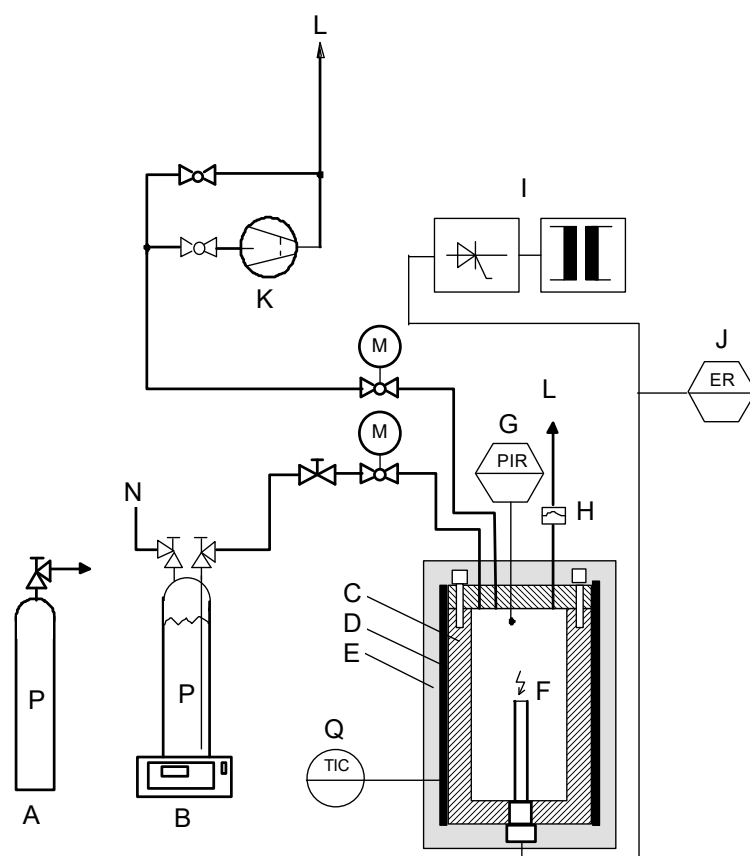
35.4.5.1 Les gaz ou mélanges de gaz chimiquement instables doivent être classés comme étant « chimiquement instables à 20 °C et à une pression normale de 101,3 kPa » ou « chimiquement instables à une température supérieure à 20 °C et/ou une pression supérieure à 101,3 kPa » en fonction des résultats d'épreuve suivants :

- a) Le gaz est classé comme étant « chimiquement instable à 20 °C et à une pression normale de 101,3 kPa » lorsque l'épreuve à 20 °C et 1,01 bar (101,3 kPa) entraîne une montée en pression supérieure à 20 % de la pression absolue initiale.
- b) Le gaz est classé comme étant « chimiquement instable à une température supérieure à 20 °C et/ou une pression supérieure à 101,3 kPa » lorsque l'épreuve à 65 °C et à la pression initiale correspondante entraîne une montée en pression supérieure à 20 % de la pression absolue initiale, mais qu'une telle montée en pression n'a pas été observée à 20 °C et 1,01 bar (101,3 kPa).

35.4.5.2 Le gaz n'est pas classé au titre de la présente méthode d'épreuve (c'est-à-dire qu'il est chimiquement stable), lorsqu'il n'a pas été observé de montée en pression supérieure à 20 % de la pression absolue initiale lors de ces deux épreuves.

NOTA : Les gaz chimiquement instables non soumis à la procédure de classement énoncée dans la présente section devraient être classés comme étant des gaz chimiquement instables de la catégorie A (voir chapitre 2.2 du SGH).

Figure 35.1 : Dispositif d'essai



(A) Arrivée du gaz d'essai (phase gazeuse)	(B) Arrivée du gaz d'essai (liquéfié)
(C) Enceinte d'essai résistante à la pression	(D) Système électrique de chauffage contrôlé
(E) Isolation thermique	(F) Inflammateur à fil explosant
(G) Capteur de pression, indicateur et enregistreur de pression	(H) Disque de rupture
(I) Dispositif électronique d'allumage	(J) Enregistreur des données relatives à l'énergie
(K) Pompe à vide	(L) Gaz d'échappement
(M) Vanne motorisée	(N) Hélium sous pression
(P) Gaz d'essai	(Q) Capteur de température, indicateur et régulateur de température

[36. Réservee.]

SECTION 37

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES CORROSIVES POUR LES MÉTAUX

37.1 **Objet**

37.1.1 Cette section présente le système de classement des matières corrosives pour les métaux (voir les sections 2.8.1 et 2.8.2 du Règlement type et le chapitre 2.16 du SGH).

37.1.2 La méthode d'épreuve de corrosivité est présentée à la sous-section 37.4 du présent Manuel. La méthode de détermination de la corrosivité pour la peau est décrite dans la Directive 404 ou la Directive 435 de l'OCDE tandis que les critères de corrosivité sont décrits au chapitre 2.8 du Règlement type et au chapitre 3.2 du SGH. S'il est démontré qu'une matière est corrosive pour la peau, il devient inutile d'effectuer les essais de corrosivité pour les métaux aux fins de classification.

37.1.3 Au moment d'attribuer un groupe d'emballage à une matière ou un mélange de matières, conformément au paragraphe 2.8.2.2 du chapitre 2.8 du Règlement type, il faut tenir compte des cas d'exposition accidentelle qui ont été rapportés. En l'absence de tels cas, la détermination du groupe d'emballage doit être fondée sur les résultats des expériences effectuées conformément aux Directives 404 ou 435 de l'OCDE. Une matière ou un mélange de matières qui sont classés comme non corrosifs d'après les Directives 430 ou 431 de l'OCDE peuvent être considérés comme non corrosifs pour la peau aux fins de classement sans épreuve supplémentaire.

37.2 **Domaine d'application**

37.2.1 Les nouvelles matières doivent être soumises aux épreuves de classification mentionnées au paragraphe 2.8.2.5 c) ii) du Règlement type et au paragraphe 2.16.2 du SGH, à moins qu'il ne soit impossible (par exemple à cause des propriétés physiques de la matière) d'exécuter les épreuves. Les matières qui ne peuvent être éprouvées devraient être classées par analogie.

37.3 **Procédure de classement**

Les procédures d'épreuve ci-après servent à évaluer le danger de corrosivité en vue d'un classement approprié.

37.4 **Méthode d'épreuve de corrosivité pour les métaux**

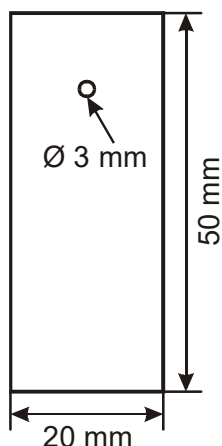
37.4.1 **Introduction**

37.4.1.1 *Épreuve C.1* : Épreuve de détermination des propriétés corrosives des liquides et des solides qui peuvent se liquéfier, en tant que matières corrosives, groupe d'emballage III/catégorie 1.

37.4.2 **Appareillage et matériel**

Pour l'exposition à la matière corrosive à classer, il doit être produit des éprouvettes constituées de plaquettes de 2 mm d'épaisseur, faites des matériaux suivants :

- a) Aluminium des types non revêtus 7075-T6 ou AZ5GU-T6 ;
- b) Acier des types S235JR+CR (1.0037, respectivement St 37-2), S275J2G3+CR (1.0144, respectivement St 44-3), ISO 3574 ou G10200 du système UNS (Unified Numbering System).

Figure 37.4.2.1 : Éprouvette

Au moins trois jeux d'éprouvettes doivent être utilisés pour chaque matériau (aluminium, acier). On utilise un réacteur cylindrique (en verre ou en PTFE) du modèle représenté à la figure 37.4.2.2 avec trois cols de dimension appropriée, NS29/32 par exemple, ainsi qu'un col NS14 pour recevoir l'échantillon (voir figure 37.4.2.1), et un quatrième col de dimension suffisante pour recevoir le réfrigérant à reflux. L'entrée d'air dans le récipient doit être garantie à tout moment. Les échantillons d'aluminium et d'acier doivent être mis à l'épreuve dans des réacteurs différents. Pour éviter la perte de liquide, un réfrigérant à reflux est accordé au réacteur (voir figure 37.4.2.2).

Figure 37.4.2.2 : Réacteur avec réfrigérant à reflux

Pour l'épreuve de corrosion, on doit disposer d'une quantité minimale de matière à classer de 1,5 l pour que l'agent ne soit pas épuisé avant la fin de la durée d'exposition. Il se peut que l'utilisation de la même solution pendant de très longues périodes fausse les résultats. Afin d'obtenir des résultats justes et d'éviter d'avoir à recommencer l'épreuve, il faudrait tenir compte des éléments suivants :

- a) La solution doit être remplacée plusieurs fois pendant l'épreuve ;
- b) Le volume de la solution doit être suffisant pour éviter toute modification appréciable de sa corrosivité pendant l'épreuve ;

NOTA : *En cas de doute, la solution doit être analysée en fin d'épreuve pour déterminer un éventuel changement de composition, par exemple, en cas d'évaporation ou de déperdition.*

37.4.3 *Mode opératoire*

Les échantillons de tôle métallique doivent être polis avec un abrasif de grain 120. Après enlèvement des restes de ponçage à l'alcool dans un bain à ultrasons et dégraissage à l'acétone, les échantillons métalliques doivent être pesés à $\pm 0,0002$ g près. Il ne doit pas être exécuté de traitement chimique de la surface (décapage, attaque, etc.) pour éliminer les défauts de surface (inhibition, passivation). Les éprouvettes doivent être suspendues à l'intérieur du réacteur avec des fils en PTFE non extrudés. Il ne doit pas être utilisé de fil métallique. Les essais sur les métaux ainsi préparés doivent être entrepris le jour même pour prévenir la réformation de la couche d'oxyde sauf si des mesures appropriées sont prises pour protéger les échantillons en vue des prochaines épreuves. Pour chaque épreuve, une éprouvette de métal doit être immergée dans le liquide, une autre plongée à moitié et une troisième suspendue dans la phase gazeuse. La distance entre le bord supérieur de l'éprouvette immergée et la surface du liquide doit être de 10 mm. Les pertes de liquide doivent être évitées.

La température d'épreuve, à savoir $55\text{ °C} \pm 1$, doit être maintenue tout au long de l'essai y compris dans la phase gazeuse.

Les éprouvettes sont exposées à ces conditions stables pendant une durée minimale d'une semaine ($168\text{ h} \pm 1$ heure). Après l'achèvement de l'essai, les éprouvettes doivent être rincées et nettoyées avec une brosse à poils synthétiques ou naturels (non métalliques). Dans le cas des résidus non enlevables par des moyens mécaniques (produits de corrosion ou dépôts adhérents) des solutions de décapage stabilisées doivent être utilisées. Dans ces cas, un échantillon témoin non exposé devrait être traité de la même manière (en durée, température, concentration et préparation de surface) pour permettre de déterminer la perte de masse causée par le décapage. Cette valeur devrait être déduite avant l'évaluation de l'effet de corrosion. Après nettoyage final à l'alcool et à l'acétone dans un bain à ultrasons suivi d'un séchage, les échantillons métalliques doivent être pesés. La masse alors obtenue permet d'établir, après prise en compte de la masse spécifique du métal, le taux de corrosion.

37.4.4 *Critères d'épreuve et méthodes d'évaluation des résultats*

On distingue deux types d'effets de corrosion.

37.4.4.1 *Évaluation de la corrosion uniforme*

Dans le cas de la corrosion uniforme, on détermine la perte de masse de l'échantillon le plus corrodé. L'épreuve est considérée comme réussie si pour chaque éprouvette la perte de masse enregistrée sur l'éprouvette en métal est supérieure à la valeur indiquée dans le tableau ci-après.

Tableau 37.4.4.1 : Perte de masse minimale des échantillons après différentes durées d'exposition

Durée d'exposition (jours)	Perte de masse (%)
7	13.5
14	26.5
21	39.2
28	51.5

NOTA : *Ces valeurs sont calculées sur la base d'un taux de corrosion de 6,25 mm par an.*

37.4.4.2 Lorsqu'une corrosion localisée, se produisant en plus ou au lieu d'une corrosion uniforme, attaque la surface, la profondeur du creux le plus profond, respectivement la plus grande diminution d'épaisseur, sera ajoutée ou utilisée seule pour calculer l'intrusion. Si l'intrusion la plus profonde (qui doit être déterminée métallographiquement) dépasse les valeurs indiquées dans le tableau ci-après, l'épreuve est considérée comme réussie.

Tableau 37.4.4.2: Profondeur minimale de l'intrusion après différentes durées d'exposition

Durée d'exposition (jours)	Profondeur minimale de l'intrusion (µm)
7	120
14	240
21	360
28	480

SECTION 38

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES ET OBJETS DE LA CLASSE 9 POUR LE TRANSPORT

38.1 Introduction

La présente section comprend les procédures de classement, les méthodes d'épreuve et les critères applicables aux matières et objets de la classe 9 pour le transport.

38.2 Engrais au nitrate d'ammonium sujets à une décomposition autonome

38.2.1 *Objet*

38.2.1.1 La section 38.2 du Manuel présente le système ONU de classement des engrais au nitrate d'ammonium de la classe 9 pour le transport (voir le numéro ONU 2071 et la disposition spéciale 193 du Règlement type). La méthode d'épreuve a pour objet d'établir si un engrais au nitrate d'ammonium a tendance à une décomposition autonome.

38.2.2 *Domaine d'application*

38.2.2.1 Les nouveaux produits à transporter doivent être soumis à la procédure de classement si leur composition relève de la définition du No ONU 2071. La procédure de classement doit être appliquée avant qu'un nouveau produit ne soit présenté au transport.

38.2.3 *Procédure de classement*

38.2.3.1 La méthode d'épreuve doit être appliquée pour déterminer si une décomposition apparue dans une zone localisée s'étendra à toute la masse. La méthode d'épreuve recommandée, accompagnée des résultats possibles, est décrite à la section 38.2.4. En fonction des résultats de l'épreuve, on décide si la matière est, ou non, un engrais au nitrate d'ammonium de la classe 9 pour le transport.

38.2.3.2 Tous les engrais au nitrate d'ammonium de la classe 9 pour le transport sont affectés au groupe d'emballage III.

38.2.3.3 La procédure générale de classification des engrais au nitrate d'ammonium est définie dans la section 39.

38.2.4 *Épreuve S.1 : Épreuve de décomposition en gouttière visant à déterminer la tendance à la décomposition autonome exothermique d'engrais contenant des nitrates*

38.2.4.1 *Introduction*

On dit qu'un engrais a tendance à une décomposition autonome lorsqu'une décomposition amorcée en un point donné se propage à l'intérieur de la masse. On peut déterminer la tendance d'un engrais, offert au transport, à subir une telle décomposition grâce à l'épreuve de décomposition en gouttière. Celle-ci consiste à amorcer une décomposition en un point donné d'une couche de l'engrais à transporter contenu dans un bac allongé monté horizontalement sur un support et à mesurer la propagation de la décomposition après la suppression de la source de chaleur servant d'amorce.

38.2.4.2 *Appareillage et matériels*

38.2.4.2.1 L'appareillage (figure 38.2.4.1) consiste en une gouttière ouverte sur le dessus dont les dimensions intérieures sont de $150 \times 150 \times 500$ mm. La gouttière est en toile métallique (si possible d'acier inoxydable) à mailles carrées d'environ 1,5 mm de côté et dont le fil a une épaisseur de 1 mm, reposant sur un cadre fait par exemple de barres d'acier de section 15×2 mm. A chaque extrémité de la gouttière, la toile métallique peut être remplacée par des plaques d'acier inoxydable d'épaisseur 1,5 mm, mesurant 150×150 mm. Le bac doit reposer sur un bon support. Si les dimensions de particule de certains engrais sont telles qu'une quantité notable de matière tombe au travers des mailles de la gouttière, il convient d'utiliser pour l'essai une gouttière de toile métallique à mailles plus serrées ou encore de doubler l'intérieur du bac d'une toile métallique à mailles plus serrées. Pendant l'amorçage, on doit fournir suffisamment de chaleur pour établir un front de décomposition uniforme.

38.2.4.2.2 Pour le chauffage, il est recommandé d'utiliser l'une des deux méthodes suivantes :

Chauffage électrique. On place à l'intérieur de la gouttière, à l'une de ses extrémités, un élément de chauffage électrique (puissance : 250 W) enfermé dans une boîte en acier inoxydable (figure 38.2.4.2). La boîte en acier inoxydable a pour dimensions $145 \times 145 \times 10$ mm, avec une épaisseur de paroi d'environ 3 mm. Il convient d'isoler la paroi de la boîte qui n'est pas en contact avec l'engrais à l'aide d'un écran calorifuge (plaque isolante de 5 mm d'épaisseur). On peut protéger la paroi chauffante de la boîte avec une feuille d'aluminium ou une plaque en acier inoxydable.

Brûleurs à gaz. On place à l'intérieur de la gouttière, à une extrémité et contre la toile métallique, une plaque en acier, de 1 à 3 mm d'épaisseur (figure 38.2.4.1). Cette plaque est chauffée par deux brûleurs Téclu, qui sont fixés au support du bac et peuvent maintenir la plaque à des températures comprises entre 400 et 600 °C, c'est-à-dire au rouge sombre.

38.2.4.2.3 Pour empêcher l'échauffement par l'extérieur des côtés de la gouttière, il convient d'installer à environ 5 cm de l'extrémité de la gouttière que l'on veut chauffer un écran calorifuge qui consiste en une plaque en acier de 2 mm d'épaisseur.

38.2.4.2.4 L'appareil se conserve plus longtemps s'il est construit entièrement en acier inoxydable. Ceci s'applique tout particulièrement à la toile métallique.

38.2.4.2.5 On peut mesurer la propagation au moyen de thermocouples, en enregistrant l'instant où le front de réaction atteignant le thermocouple, il se produit un brusque accroissement de température.

38.2.4.3 *Mode opératoire*

38.2.4.3.1 Pour évacuer les gaz toxiques dus à la décomposition, on doit placer l'appareil dans une hotte de laboratoire ou dans un espace ouvert, tel que les fumées puissent se disperser facilement. Bien qu'il n'y ait pas de risque d'explosion pendant l'essai, il serait opportun de disposer d'un écran protecteur, par exemple en matière plastique transparente, entre l'appareil et l'observateur.

38.2.4.3.2 On remplit la gouttière d'engrais à l'état dans lequel il doit être transporté et on amorce la décomposition à une extrémité, la source de chaleur étant soit électrique soit à gaz, comme il est expliqué plus haut. On continue de chauffer jusqu'à ce que la décomposition de l'engrais soit bien établie et qu'on ait constaté une propagation du front (sur une distance d'environ 3 à 5 cm). Dans le cas de produits doués d'une grande stabilité thermique, on peut avoir à chauffer pendant une heure. Avec des engrais qui ont tendance à fondre, il convient de régler soigneusement le chauffage en utilisant une petite flamme.

38.2.4.3.3 Vingt minutes environ après avoir cessé de chauffer, on note la position du front de décomposition. Ce front est visible grâce à des différences de couleur, par exemple brun (engrais non décomposé) et blanc (engrais décomposé) ; il est aussi révélé par la température qu'indiquent les paires adjacentes de thermocouples qui encadrent le front de réaction. On peut établir la vitesse de propagation par le chronométrage du progrès observé ou l'analyse des températures enregistrées par les thermocouples. Il faut noter si la propagation s'arrête dès que le chauffage est interrompu ou si elle se poursuit à travers la matière.

38.2.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

38.2.4.4.1 Si la propagation de la décomposition se poursuit à travers la matière, on considère que l'engrais peut subir une décomposition autonome.

38.2.4.4.2 Si la propagation ne gagne pas l'ensemble de la matière, on considère que l'engrais ne risque pas de subir une décomposition autonome.

38.2.4.5 *Exemples de résultats*

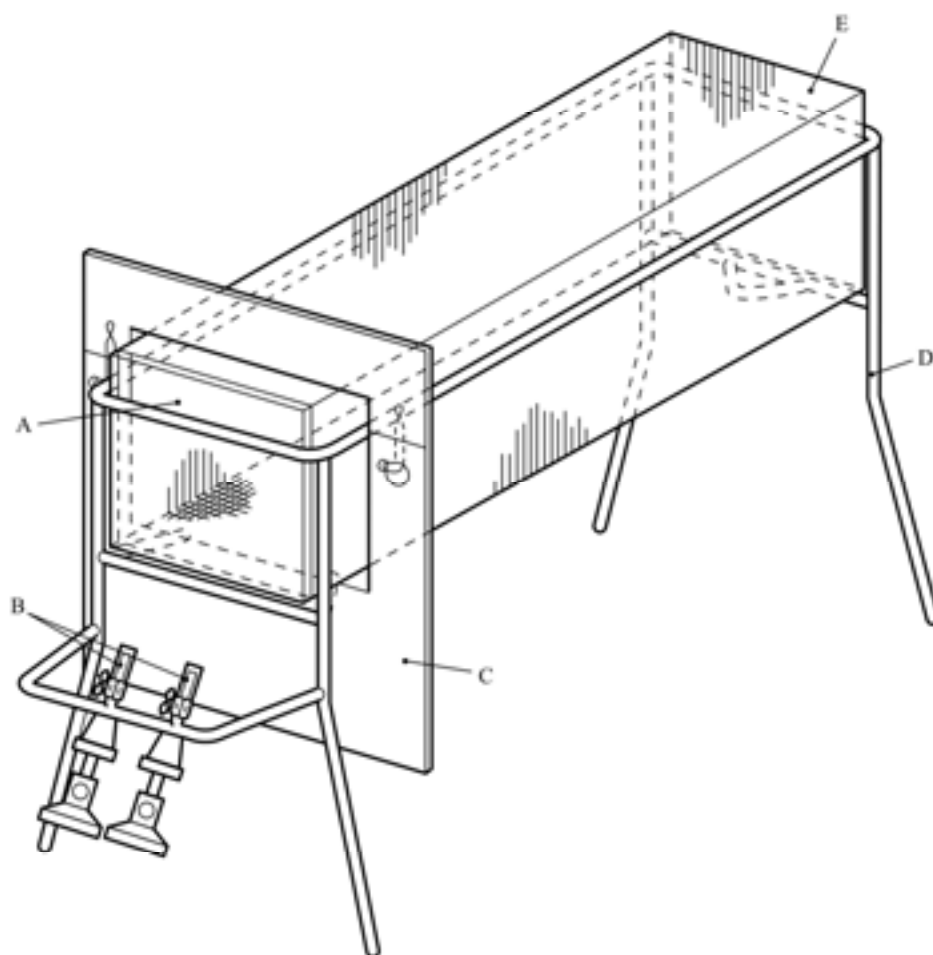
NOTA : *La proportion de constituants NPK dans un engrais ne doit pas être utilisée comme critère de l'aptitude de cet engrais à subir une décomposition autonome, car celle-ci dépend des espèces chimiques présentes.*

Matière	Distance de propagation (cm)	Résultat
Engrais composé NPK 17-11-22 ^a	50	+
Engrais composé NPK 15-11-8 ^a	10	-
Engrais composé NPK-14-14-14 ^a	10	-
Engrais composé NPK 21-14-14 ^a	10	-
Engrais composé NPK 12-12-18 ^b	50	+

^a Contient du chlore.

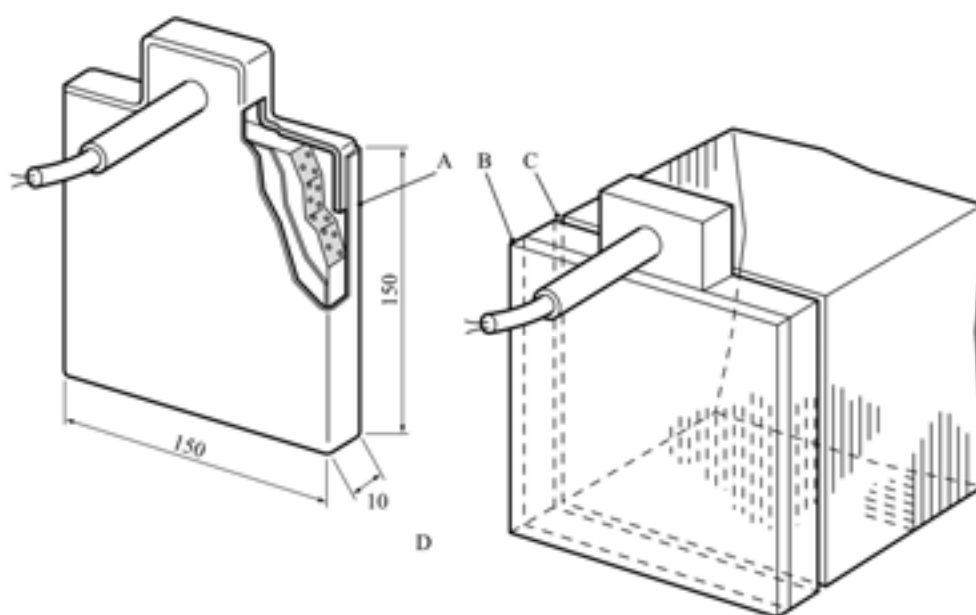
^b Contient des traces de cobalt et de cuivre mais moins de 1 % de chlore.

Figure 38.2.4.1 : Gouttière en toile métallique avec supports et brûleurs



-
- (A) Plaque d'acier (150 × 150 mm, 1 à 3 mm d'épaisseur)
 - (B) Brûleurs à gaz (par exemple Téclu ou Bunsen)
 - (C) Écran thermique (2 mm d'épaisseur)
 - (D) Cadre (fait par exemple en barre d'acier de section 15 × 2 mm)
 - (E) Gouttière en toile métallique (150 × 150 × 500 mm)
-

Figure 38.2.4.2 : Dispositif électrique de chauffage (puissance 250 W)



-
- (A) Plaque d'aluminium ou d'acier inoxydable (d'épaisseur 3 mm)
 - (B) Plaque isolante (d'épaisseur 5 mm)
 - (C) Plaque d'aluminium ou d'acier inoxydable (d'épaisseur 3 mm)
 - (D) Position du dispositif de chauffage dans la gouttière
-

38.3 Piles au lithium métal et piles au lithium ionique

38.3.1 *Objet*

La présente section présente la méthode à suivre pour le classement des piles et batteries au lithium métal ou au lithium ionique (voir les Nos ONU 3090, 3091, 3480 et 3481 et les dispositions spéciales applicables du chapitre 3.3 du Règlement type).

38.3.2 *Domaine d'application*

38.3.2.1 Tous les types de piles doivent être soumis aux épreuves T.1 à T.6 et T.8. Tous les types de batteries non rechargeables, y compris celles composées de piles déjà éprouvées, doivent être soumis aux épreuves T.1 à T.5. Tous les types de batteries rechargeables, y compris celles composées de piles déjà éprouvées, doivent être soumis aux épreuves T.1 à T.5 et T.7. En outre, les batteries à une seule pile rechargeables équipées d'un dispositif de protection contre les surcharges doivent être soumises à l'épreuve T.7. Les piles-éléments qui ne sont pas transportées séparément de la batterie dont elles font partie ne doivent être soumises qu'aux épreuves T.6 et T.8. Les piles-éléments qui sont transportées séparément de la batterie doivent être soumises aux épreuves T.1 à T.6 et T.8. Une pile ou batterie faisant partie intégrale d'un équipement qu'elle est destinée à alimenter et qui est transportée uniquement quand elle est installée dans l'équipement peut subir les épreuves qui lui sont applicables quand elle est installée dans l'équipement.

38.3.2.2 Avant la première expédition d'un type particulier de piles ou de batteries au lithium métal ou au lithium ionique, celles-ci doivent être soumises aux épreuves prescrites dans les dispositions spéciales 188 et 230 du chapitre 3.3 du Règlement type. Toute pile ou batterie qui diffère d'un type éprouvé :

- a) Pour les piles et les batteries primaires, par une variation de plus de 0,1 g ou de 20 % de la masse de la cathode, de l'anode ou de l'électrolyte, la valeur la plus élevée étant retenue ;
- b) Pour les piles et les batteries rechargeables, par une variation de l'énergie nominale en wattheures de plus de 20 % ou une augmentation de la tension nominale de plus de 20 % ; ou
- c) Par une modification susceptible d'entraîner l'échec de l'une des épreuves ;

sera considérée comme étant d'un type nouveau et devra subir les épreuves de classement prescrites.

NOTA : Parmi les types de modifications susceptibles d'être considérés comme entraînant une différence par rapport à un type éprouvé, et qui risquent de provoquer ainsi l'échec de l'une des épreuves, peuvent figurer notamment :

- a) Une modification de la matière utilisée pour l'anode, la cathode, le séparateur ou l'électrolyte ;
- b) Une modification des dispositifs de protection, y compris le matériel et les logiciels ;
- c) Une modification de la conception des piles ou batteries relative à la sécurité (soupape, etc.) ;
- d) Une modification du nombre de piles-éléments ;
- e) Une modification du type de raccordement des piles-éléments ; et
- f) Pour les batteries qui doivent être éprouvées selon l'épreuve T.4 avec une accélération de pointe inférieure à 150 g_n, une modification de la masse qui pourrait impacter négativement les résultats de l'épreuve T.4 et conduire à un échec de l'épreuve.

Au cas où un type de pile ou de batterie ne satisferait pas à l'une ou plusieurs des prescriptions d'épreuve, le ou les défauts qui sont à l'origine de l'échec aux épreuves doivent être corrigés avant que ce type de pile ou de batterie ne soit éprouvé une nouvelle fois.

38.3.2.3 Aux fins du classement, on entend par :

Batterie, deux ou plusieurs piles, dites « piles-éléments », ou batteries électriquement raccordées et équipées des dispositifs nécessaires à leur utilisation, par exemple enveloppe, bornes, marquage ou dispositifs de protection. Les objets à deux ou plusieurs piles, qui sont habituellement désignés sous le terme de « pack-batterie », « modules » ou « assemblages de batteries » et qui ont pour principale fonction de constituer une source de courant pour un autre équipement, sont, aux fins du Règlement type et du présent Manuel, soumis aux mêmes prescriptions que les batteries. Voir les définitions de « pile » et de « batterie à une seule pile ».

Batterie à une seule pile, une pile équipée à l'extérieur des dispositifs nécessaires à son utilisation dans des équipements ou pour l'alimentation d'une autre batterie, par exemple, dispositifs de protection. Voir les définitions de « pile » et de « batterie ».

NOTA : *Une batterie à une seule pile est considérée comme étant une pile et doit être éprouvée conformément aux critères d'épreuve applicables aux « piles » aux fins du Règlement type et du présent Manuel.*

Capacité nominale, la capacité en ampères-heures ou en milliampères-heures d'une pile ou d'une batterie, mesurée dans les conditions de charge, de température et de tension de coupure spécifiées par le fabricant.

NOTA : *On trouvera dans les normes de la CEI suivantes des lignes directrices et des méthodes permettant de déterminer la capacité nominale.*

1) *CEI 61960 (Première édition 2003-12) : Accumulateurs alcalins et autres accumulateurs à électrolyte non acide – Éléments et batteries d'accumulateurs au lithium pour applications portables.*

2) *CEI 62133 (Première édition 2002-10) : Accumulateurs alcalins et autres accumulateurs à électrolyte non acide – Exigences de sécurité pour les accumulateurs portables étanches, et pour les batteries qui en sont constituées, destinés à l'utilisation dans des applications portables.*

3) *CEI 62660-1 (Première édition 2011-01) : Éléments d'accumulateurs lithium-ion pour la propulsion des véhicules routiers électriques – Partie 1 : Essais de performance ;*

Complètement chargée, l'état d'une pile ou d'une batterie rechargeable qui a été rechargée électriquement à sa capacité nominale ;

Complètement déchargée :

l'état d'une pile ou d'une batterie primaire qui a été déchargée électriquement de 100 % de sa capacité nominale ; ou

l'état d'une pile ou d'une batterie rechargeable qui a été déchargée électriquement jusqu'à la tension terminale spécifiée par le fabricant ;

Contenu de lithium, notion s'appliquant aux piles et batteries au lithium métal et alliage de lithium ; dans le cas d'une pile au lithium métal ou à l'alliage de lithium, la masse de lithium contenue dans l'anode mesurée à l'état non déchargé s'il s'agit d'une pile primaire et à l'état complètement chargé s'il s'agit d'une pile rechargeable. Le contenu de lithium d'une batterie est égal à la somme en grammes de la quantité de lithium dans les piles constituant la batterie ;

Contenu total de lithium, la somme en grammes des contenus de lithium des piles constituant une batterie ;

Court-circuit, le raccordement direct entre les bornes positive et négative d'une pile ou d'une batterie avec une résistance de charge pratiquement nulle ;

Cycle, une séquence de charge et de décharge complètes d'une pile ou d'une batterie rechargeable ;

Dispositifs de protection, des dispositifs tels que fusibles, diodes et limiteurs de courant qui coupent le courant, l'arrêtent dans un sens ou le limitent dans un circuit électrique ;

Éclatement, une rupture de l'enveloppe d'une pile ou d'une batterie telle que des composants solides sont éjectés ;

NOTA : *Lors de l'épreuve d'une pile ou d'une batterie pile-élément, l'éjection de composants internes est acceptable. L'énergie des composants éjectés doit être limitée et peut être mesurée de la façon suivante :*

- a) *Ils ne pénètrent pas au travers d'un écran de grillage (en fil d'aluminium recuit de 0,25 mm de diamètre, ayant un maillage de 6 à 7 fils par cm) ; ou*
- b) *Leur énergie peut être mesurée par une méthode prouvée comme équivalente à celle décrite à l'alinéa a) ci-dessus ;*

Effluent, le liquide ou le gaz s'échappant en cas de fuite d'une pile ou d'une batterie ;

Énergie nominale exprimée en wattheures, l'énergie d'une pile ou d'une batterie dont la valeur a été déterminée dans des conditions définies et qui a été déclarée par le fabricant. L'énergie nominale est calculée en multipliant la tension nominale par la capacité nominale en ampères-heures ;

Évacuation de gaz, le dégagement de la pression interne excessive d'une pile ou batterie d'une façon prévue dans la conception pour éviter la rupture ou l'éclatement ;

Fuite, échappement visible d'électrolyte ou d'une autre matière à partir d'une pile ou d'une batterie ou perte de matière (à l'exception des enveloppes de batterie, des dispositifs de manipulation ou des étiquettes) à partir d'une pile ou d'une batterie telle que la perte de masse est supérieure aux valeurs du tableau 38.3.1 ;

Grande batterie, une batterie au lithium métal ou au lithium ionique avec une masse brute supérieure à 12 kg ;

Grande pile, une pile d'une masse brute supérieure à 500 g ;

Inflammation, la présence de flammes produites par la pile ou la batterie subissant l'épreuve ;

Non déchargée, l'état d'une pile ou d'une batterie primaire n'ayant pas été complètement ou partiellement déchargée ;

Perte de masse, une perte de masse qui dépasse les valeurs du tableau 38.3.1 ci-dessous.

Tableau 38.3.1: Limites de perte de masse

Masse M de la pile ou de la batterie	Limite de perte de masse
M < 1 g	0,5 %
1 g ≤ M ≤ 75 g	0,2 %
M > 75 g	0,1 %

NOTA : *Pour quantifier la perte de masse, on procède comme indiqué :*

$$\text{Perte de masse (\%)} = \frac{(M_1 - M_2)}{M_1} \times 100$$

où M_1 est la masse avant l'épreuve et M_2 est la masse après l'épreuve. Lorsque la perte de masse n'est pas supérieure aux valeurs du tableau 38.3.1, on considère qu'il n'y a pas de « perte de masse » ;

Petite batterie, une batterie au lithium métal ou au lithium ionique avec une masse brute inférieure ou égale à 12 kg ;

Petite pile, une pile dont la masse brute ne dépasse pas 500 g ;

Pile, un élément électrochimique contenu dans une enveloppe individuelle (une électrode positive et une électrode négative), aux bornes de laquelle il existe une différence de potentiel, et qui peut contenir un dispositif de protection. Voir les définitions de « batterie » et de « batterie à une seule pile » ;

Pile-élément, une pile faisant partie d'une batterie. La pile-élément ne doit pas être considérée comme une batterie à une seule pile ;

Pile ou batterie primaire, une pile ou une batterie qui n'est pas conçue pour être chargée ou rechargée électriquement ;

Pile ou batterie prismatique, une pile ou batterie, dont les extrémités sont des surfaces identiques, parallèles et planes, et dont les côtés sont des parallélogrammes ;

Pile ou batterie au lithium ionique, une pile ou batterie électrochimique rechargeable dans laquelle les électrodes positive et négative sont des produits d'intercalation (le lithium intercalé est présent sous forme ionique ou quasi atomique à l'intérieur du réseau de la matière de l'électrode) sans lithium métallique dans aucune des électrodes. Une pile ou batterie au lithium-polymère qui utilise les propriétés chimiques des ions lithium, selon la description donnée ici, est réglemée comme les piles ou batteries au lithium ionique ;

Pile ou batterie rechargeable, une pile ou une batterie qui est conçue pour être rechargée électriquement ;

Pile ou batterie de type bouton, une petite pile ou batterie ronde dont la hauteur totale est inférieure au diamètre ;

Premier cycle, le cycle initial de charge-décharge exécuté après achèvement de toutes les opérations de fabrication ;

Rupture, la défaillance mécanique de l'enveloppe d'une pile ou du boîtier d'une batterie due à une cause interne ou externe, entraînant une mise à nu ou un déversement mais sans éjection de matières solides ;

Tension nominale, la valeur approchée de la tension utilisée pour désigner ou identifier une pile ou une batterie ;

Tension à vide, la différence de potentiel entre les bornes d'une pile ou d'une batterie lorsqu'aucun courant externe ne circule ;

Type, un modèle particulier de pile ou de batterie du point de vue du principe électrochimique et de la conception physique.

38.3.3 Lorsqu'un type de pile ou de batterie est soumis à des épreuves conformément à la présente sous-section, le nombre et l'état des piles et des batteries de chaque type sont :

- a) Échantillons de piles et de batteries primaires pour les épreuves T.1 à T.5 dans la quantité indiquée :
 - i) Dix piles à l'état non déchargé ;
 - ii) Dix piles à l'état complètement déchargé ;
 - iii) Quatre petites batteries à l'état non déchargé ;

- iv) Quatre petites batteries à l'état complètement déchargé ;
 - v) Quatre grandes batteries à l'état non déchargé ; et
 - vi) Quatre grandes batteries à l'état complètement déchargé.
- b) Échantillons de piles et batteries rechargeables pour les épreuves T.1 à T.5 dans la quantité indiquée :
- i) Cinq piles, à leur premier cycle, à l'état complètement chargé ;
 - ii) Cinq piles ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement chargé ;
 - iii) Quatre petites batteries, à leur premier cycle, à l'état complètement chargé ;
 - iv) Quatre petites batteries ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement chargé ;
 - v) Deux grandes batteries, à leur premier cycle, à l'état complètement chargé ; et
 - vi) Deux grandes batteries ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement chargé.
- c) Échantillons de piles primaires et de piles rechargeables soumises à l'épreuve T.6 dans la quantité indiquée :
- i) Pour les piles primaires, cinq piles à l'état non déchargé et cinq piles à l'état complètement déchargé ;
 - ii) Pour les piles-éléments de batteries primaires, cinq piles-éléments à l'état non déchargé et cinq piles-éléments à l'état complètement déchargé ;
 - iii) Pour les piles rechargeables, cinq piles à leur premier cycle, à 50 % de leur capacité nominale ; et cinq piles ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état chargé à 50% de leur capacité nominale ; et
 - iv) Pour les piles-éléments de batteries rechargeables, cinq piles-éléments à leur premier cycle, à 50 % de leur capacité nominale et cinq piles ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état chargé à 50% de leur capacité nominale ;
- d) Échantillons de batteries rechargeables ou de batteries rechargeables à une seule pile pour l'épreuve T.7 dans la quantité indiquée :
- i) Quatre petites batteries, à leur premier cycle, à l'état complètement chargé ;
 - ii) Quatre petites batteries ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement chargé ;
 - iii) Deux grandes batteries, à leur premier cycle, à l'état complètement chargé ; et
 - iv) Deux grandes batteries ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement chargé.

Les batteries ou les batteries à une seule pile ne comportant pas de dispositif de protection contre les surcharges qui sont conçues pour être utilisées seulement en tant qu'élément d'une autre batterie ou d'un équipement conférant une telle protection, ne sont pas soumises à cette épreuve.

- e) Échantillons de piles et piles-éléments primaires et rechargeables pour l'épreuve T.8 dans la quantité indiquée :
 - i) Dix piles primaires à l'état complètement déchargé ;
 - ii) Dix piles-éléments primaires à l'état complètement déchargé ;
 - iii) Dix piles rechargeables, à leur premier cycle, à l'état complètement déchargé ;
 - iv) Dix piles-éléments rechargeables, à leur premier cycle, à l'état complètement déchargé ;
 - v) Dix piles rechargeables ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement déchargé ; et
 - vi) Dix piles-éléments rechargeables ayant subi 25 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement déchargé.
- f) S'il s'agit d'une batterie dans laquelle le contenu total de lithium de l'ensemble des anodes à l'état complètement chargé n'est pas supérieur à 500 g, ou, dans le cas de batteries au lithium-ion, ayant une énergie nominale en Watt heure ne dépassant pas 6 200 Wh, qui est composée de piles qui ont passé toutes les épreuves applicables, une seule batterie assemblée à l'état complètement chargé subira les épreuves T.3, T.4 et T.5, ainsi que l'épreuve T.7 dans le cas d'une batterie rechargeable.
- g) Lorsque des batteries qui ont passé toutes les épreuves applicables sont électriquement reliées pour former une batterie dans laquelle le contenu total de lithium de l'ensemble des anodes à l'état complètement chargé est supérieur à 500 g, ou, dans le cas de batteries au lithium-ion, ayant une énergie nominale en wattheures dépassant 6 200 Wh, la batterie assemblée n'a pas besoin d'être éprouvée si la batterie assemblée est d'un type qui a été vérifié comme protégeant contre :
 - i) la surcharge ;
 - ii) les courts-circuits ; et
 - iii) la décharge excessive entre les batteries.

38.3.3.1 Les dispositions des 38.3.2.1 et 38.3.3 sont résumées dans les tableaux suivants :

Tableau 38.3.2 : Résumé des épreuves requises pour les piles et batteries primaires

Piles et batteries primaires										
		T.1	T.2	T.3	T.4	T.5	T.6	T.7	T.8	Total ^c
Piles non transportées séparément	État non déchargé						5			20
	État totalement déchargé						5		10	
Piles	État non déchargé	10					5			40
	État totalement déchargé	10					5		10	
Batteries à une seule pile ^a	État non déchargé	10					5			40
	État totalement déchargé	10					5		10	
Petites batteries	État non déchargé	4								8
	État totalement déchargé	4								
Grandes batteries	État non déchargé	4								8
	État totalement déchargé	4								
Batteries assemblées avec des piles éprouvées ≤ 500 g Li	État non déchargé			1						1
Batteries assemblées avec des piles éprouvées > 500 g ^b Li										0

^a Une batterie à une seule pile contenant une pile éprouvée ne nécessite pas d'épreuves sauf si un changement dans la conception de la pile pourrait conduire à l'échec de l'une ou l'autre épreuve.

^b S'il a été vérifié que le type de la batterie assemblée prévient :

- i) La surcharge ;
- ii) Les courts-circuits ; et
- iii) La décharge excessive entre les batteries.

^c Le total correspond au nombre d'épreuves requises et non pas au nombre de piles ou batteries éprouvées.

Tableau 38.3.3 : Résumé des épreuves requises pour les piles et batteries rechargeables

Piles et batteries rechargeables											
		T.1	T.2	T.3	T.4	T.5	T.6	T.7	T.8	Total ^d	
Piles non transportées séparément d'une batterie	Premier cycle, état chargé à 50%						5			30	
	25ème cycle, état chargé à 50%						5				
	Premier cycle, état totalement déchargé								10		
	25ème cycle, état totalement déchargé								10		
Piles	Premier cycle, état totalement chargé	5									40
	25ème cycle, état totalement chargé	5									
	Premier cycle, état chargé à 50%						5				
	25ème cycle, état chargé à 50%						5				
	Premier cycle, état totalement déchargé								10		
	25ème cycle, état totalement déchargé								10		
Batteries à une seule pile ^b	Premier cycle, état totalement chargé	5							4		48
	25ème cycle, état totalement chargé	5									
	Premier cycle, état chargé à 50 %						5				
	25ème cycle, état chargé à 50 %						5				
	25ème cycle, état totalement chargé							4			
	Premier cycle, état totalement déchargé								10		
	25ème cycle, état totalement déchargé								10		
Petites batteries	Premier cycle, état totalement chargé	4							4		16
	25ème cycle, état totalement chargé	4							4		
Grandes batteries	Premier cycle, état totalement chargé	2							2		8
	25ème cycle, état totalement chargé	2							2		
Batteries assemblées avec des batteries éprouvées ≤ 6200 Wh ou ≤ 500 g Li	État totalement chargé			1					1		2
Batteries assemblées avec des batteries éprouvées > 6200 Wh ou > 500 g Li ^c											0

^a Les batteries ou les batteries à une seule pile ne comportant pas de dispositif de protection contre les surcharges qui sont conçues pour être utilisées seulement en tant qu'élément d'une autre batterie ou d'un équipement conférant une telle protection, ne sont pas soumises à cette épreuve.

^b Excepté pour l'épreuve T.7 de surcharge, une batterie à une seule pile contenant une pile éprouvée ne nécessite pas d'épreuves sauf si un changement dans la conception de la pile pourrait conduire à l'échec de toute épreuve.

^c S'il a été vérifié que le type de la batterie assemblée prévient :

- i) La surcharge ;
- ii) Les courts-circuits ; et
- iii) La décharge excessive entre les batteries.

^d Le total correspond au nombre d'épreuves requises et non pas au nombre de piles ou batteries éprouvées.

38.3.4 *Mode opératoire*

Les épreuves T.1 à T.5 doivent être exécutées dans l'ordre sur la même pile ou batterie. Les épreuves T.6 et T.8 doivent être faites sur des piles ou des batteries qui n'ont pas été testées par ailleurs. L'épreuve T.7 peut être faite sur des batteries non endommagées qui ont été utilisées auparavant dans les épreuves T.1 à T.5 pour les essais effectués sur des batteries ayant subi des cycles.

38.3.4.1 *Épreuve T.1 : Simulation d'altitude*

38.3.4.1.1 *Objet*

Cette épreuve simule les conditions rencontrées lors du transport aérien sans pressurisation.

38.3.4.1.2 *Mode opératoire*

Les piles et batteries à éprouver sont stockées pendant au moins six heures à une pression de 11,6 kPa ou moins, à la température ambiante (20 ± 5 °C).

38.3.4.1.3 *Critère d'épreuve*

Les piles et batteries satisfont à cette épreuve si elles ne présentent pas de fuite, d'évacuation de gaz, d'éclatement, de rupture ou d'inflammation et si la tension à vide de chaque pile ou batterie après l'épreuve n'est pas inférieure à 90 % de sa tension mesurée immédiatement avant l'épreuve. Le critère concernant la tension ne s'applique pas aux piles et batteries éprouvées à l'état complètement déchargé.

38.3.4.2 *Épreuve T.2 : Épreuve thermique*

38.3.4.2.1 *Objet*

Cette épreuve détermine l'intégrité des joints des piles et des batteries et celle des raccordements électriques internes. Elle est menée avec des variations rapides et extrêmes de la température.

38.3.4.2.2 *Mode opératoire*

Les piles et batteries à éprouver doivent être stockées au moins six heures à la température de 72 ± 2 °C, puis au moins six heures à la température de -40 ± 2 °C. Il ne doit pas s'écouler plus de 30 minutes entre le stockage à chaque température extrême. La procédure est répétée jusqu'à ce que 10 cycles complets aient été effectués, puis toutes les piles et batteries éprouvées sont stockées pendant 24 heures à température ambiante (20 ± 5 °C). Pour les grandes piles et batteries, la durée de l'exposition aux températures extrêmes doit être d'au moins 12 heures.

38.3.4.2.3 *Critère d'épreuve*

Les piles et batteries satisfont à l'épreuve si elles ne présentent pas de fuite, d'évacuation de gaz, d'éclatement, de rupture ou d'inflammation et si la tension à vide de chaque pile ou batterie après l'épreuve n'est pas inférieure à 90 % de sa tension mesurée immédiatement avant l'épreuve. Le critère concernant la tension ne s'applique pas aux piles et batteries éprouvées à l'état complètement déchargé.

38.3.4.3 *Épreuve T.3 : Vibrations*

38.3.4.3.1 *Objet*

Cette épreuve simule les vibrations en cours de transport.

38.3.4.3.2 *Mode opératoire*

Les piles et les batteries sont solidement assujetties sur le plateau du vibreur sans qu'elles subissent de déformation et de telle manière que les vibrations se transmettent fidèlement. On leur applique

une onde sinusoïdale avec un balayage logarithmique des fréquences de 7 Hz à 200 Hz puis retour à 7 Hz en 15 minutes. Ce cycle est répété 12 fois pendant trois heures au total pour chacune des trois positions de montage perpendiculaires entre elles de la pile. L'un des axes de vibration doit être perpendiculaire à la face qui porte les bornes.

Le balayage de fréquence logarithmique est différent selon qu'il s'agit de piles et batteries de 12 kg maximum (piles et petites batteries) ou de batteries de plus de 12 kg (grandes batteries). Il est effectué comme suit :

Piles et petites batteries : à partir de 7 Hz, une accélération maximale de 1 g_n est maintenue jusqu'à ce que la fréquence de 18 Hz soit atteinte. L'amplitude est ensuite maintenue à 0,8 mm (course totale : 1,6 mm) et la fréquence est augmentée jusqu'à atteindre une accélération maximale de 8 g_n (aux alentours de 50 Hz). L'accélération maximale de 8 g_n est ensuite maintenue jusqu'à ce que la fréquence atteigne 200 Hz.

Grandes batteries : à partir de 7 Hz, une accélération maximale de 1 g_n est maintenue jusqu'à ce que la fréquence de 18 Hz soit atteinte. L'amplitude est ensuite maintenue à 0,8 mm (course totale : 1,6 mm) et la fréquence est augmentée jusqu'à atteindre une accélération maximale de 2 g_n (aux alentours de 25 Hz). L'accélération maximale de 2 g_n est ensuite maintenue jusqu'à ce que la fréquence atteigne 200 Hz.

38.3.4.3.3 Critère d'épreuve

Les piles et les batteries satisfont à l'épreuve si elles ne présentent pas de fuite, d'évacuation de gaz, d'éclatement, de rupture ou d'inflammation pendant et après l'épreuve, et si la tension à vide de chaque pile ou batterie immédiatement après l'épreuve dans sa troisième position de montage perpendiculaire n'est pas inférieure à 90 % de sa tension mesurée immédiatement avant l'épreuve. Le critère relatif à la tension ne s'applique pas aux piles et aux batteries éprouvées à l'état complètement déchargé.

38.3.4.4 *Épreuve T.4 : Choc*

38.3.4.4.1 Objet

Cette épreuve vérifie la robustesse des piles et des batteries à des chocs cumulatifs.

38.3.4.4.2 Mode opératoire

Les piles et les batteries sont fixées sur l'appareil d'essai de choc au moyen d'un support rigide qui maintient toutes les surfaces de fixation de chaque batterie. Chaque pile est soumise à une impulsion semi-sinusoïdale avec une accélération de pointe de 150 g_n pendant 6 ms. Subsidiairement les grandes piles peuvent être soumises à une impulsion semi-sinusoïdale de 50 g_n pendant 11 millisecondes.

Chaque batterie est soumise à un choc semi-sinusoïdal d'accélération de pointe dépendant de la masse de la batterie. La durée de l'impulsion est de 6 millisecondes pour les petites batteries et de 11 millisecondes pour les grandes batteries. Les formules définies ci-dessous permettent de calculer l'accélération de pointe minimum appropriée.

Batteries	Accélération de pointe minimum	Durée de l'impulsion
Petites batteries	La plus petite valeur entre 150 g _n et le résultat de l'équation $\text{Accélération}(g_n) = \sqrt{\left(\frac{100850}{\text{masse}^a}\right)}$	6 ms
Grandes batteries	La plus petite valeur entre 50 g _n et le résultat de l'équation $\text{Accélération}(g_n) = \sqrt{\left(\frac{30000}{\text{masse}^a}\right)}$	11 ms

^a Où la masse est exprimée en kilogrammes

NOTA : La Norme CEI 60068-2-27 (Quatrième édition 2008-02) (Essais Fondamentaux Climatiques et de Robustesse mécanique. Partie 2-27 : Essais – Essai Ea et guide : chocs), fournit des lignes directrices pour la tolérance sur l'accélération et la durée de l'impulsion.

La relation entre l'accélération de pointe minimale et la masse est illustrée dans la Figure 38.3.4.1 pour les petites batteries et la Figure 38.3.4.2 pour les grandes batteries.

Figure 38.3.4.1 : Relation entre l'accélération de pointe minimale et la masse pour les petites batteries (inférieure ou égale à 12,0 kg)

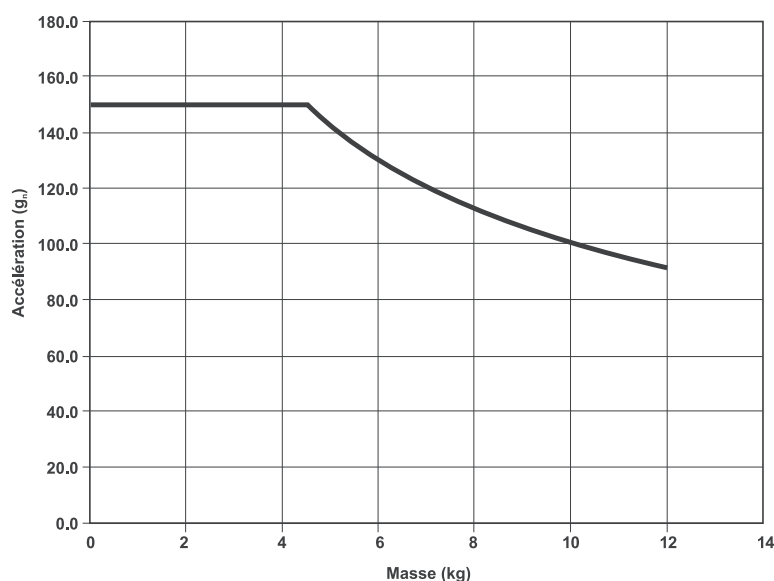
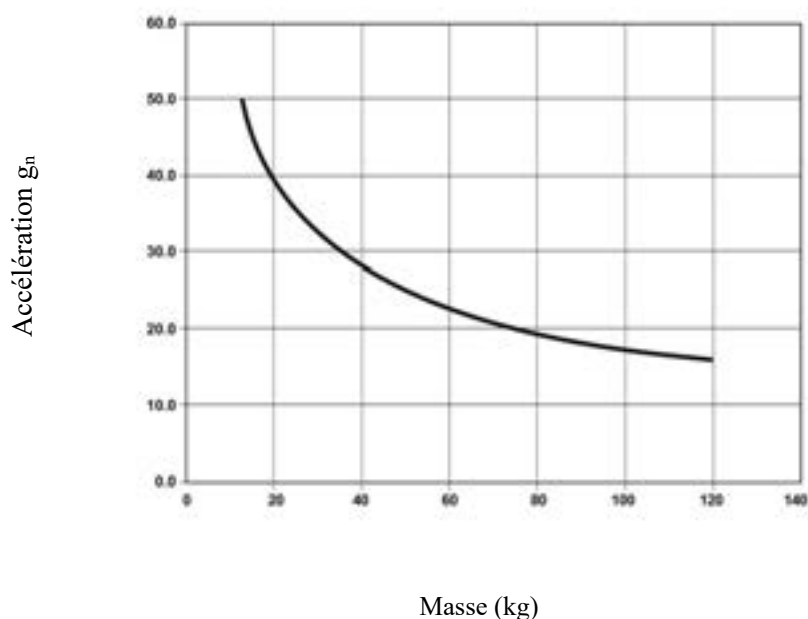


Figure 38.3.4.2 : Relation entre l'accélération de pointe minimale et la masse pour les grandes batteries (au-dessus de 12,0 kg)



Chaque pile ou batterie est soumise à trois impulsions dans le sens positif et à trois impulsions dans le sens négatif de chacune des trois positions de montage perpendiculaires entre elles de la pile ou la batterie, soit au total 18 chocs.

38.3.4.4.3 Critère d'épreuve

Les piles et batteries satisfont à l'épreuve si elles ne présentent pas de fuite, d'évacuation de gaz, d'éclatement, de rupture ou d'inflammation et si la tension à vide de chaque pile ou batterie après l'épreuve n'est pas inférieure à 90 % de sa tension mesurée immédiatement avant l'épreuve. Le critère relatif à la tension ne s'applique pas aux piles et batteries éprouvées à l'état complètement déchargé.

38.3.4.5 *Épreuve T.5: Court-circuit externe*

38.3.4.5.1 Objet

Cette épreuve simule un court-circuit externe.

38.3.4.5.2 Mode opératoire

La pile ou batterie à éprouver est chauffée pendant une durée permettant d'atteindre une température stabilisée homogène 57 ± 4 °C, mesurée dans son enveloppe externe. Cette durée dépend de la taille et du type de pile ou batterie et devrait être évaluée et consignée. Si cette évaluation n'est pas réalisable, la durée d'exposition doit être au moins de 6 heures pour les petites piles et batteries et de 12 heures pour les grandes piles et batteries. La pile ou la batterie à 57 ± 4 °C est ensuite soumise à un court-circuit avec une résistance externe totale inférieure à 0,1 ohm.

Ce court-circuit est maintenu pendant au moins une heure après que la température de l'enveloppe extérieure de la pile ou de la batterie est revenue à 57 ± 4 °C ou, dans le cas des grandes batteries, a diminué de moitié par rapport à l'augmentation maximale de température observée pendant l'épreuve et demeure inférieure à cette valeur.

Les phases de court-circuit et de refroidissement doivent être effectuées au minimum à température ambiante.

38.3.4.5.3 Critère d'épreuve

Les piles et batteries satisfont à cette épreuve si leur température externe ne dépasse pas 170 °C et si elles ne présentent ni éclatement, rupture ou inflammation pendant l'épreuve et dans les six heures qui suivent.

38.3.4.6 *Épreuve T.6 : Impact/Écrasement*

38.3.4.6.1 Objet

Ces épreuves simulent les mauvais traitements mécaniques dus à un impact ou à un écrasement susceptibles d'entraîner un court-circuit interne.

38.3.4.6.2 Mode opératoire – Impact (applicable aux piles cylindriques dont le diamètre est supérieure ou égal à 18,0 mm)

NOTA : *On entend ici par diamètre le paramètre de conception (par exemple le diamètre des piles 18650 est de 18,0 mm).*

La pile ou la pile-élément à éprouver est placée sur une surface plane et lisse. Une barre en acier inoxydable de type 316, de $15,8 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ de diamètre et d'une longueur d'au moins 6 cm, ou de la dimension la plus grande de la pile, la valeur la plus élevée étant retenue, est placée au centre de l'échantillon. Une masse de $9,1 \text{ kg} \pm 0,1 \text{ kg}$ est lâchée d'une hauteur de $61 \pm 2,5$ cm à l'intersection de la barre et de l'échantillon, de façon contrôlée, au moyen d'une coulisse ou tuyère verticale présentant une résistance minimale. La coulisse ou tuyère verticale utilisée pour guider la masse descendante doit être orientée à 90 degrés de la surface horizontale soutenant le dispositif.

L'échantillon doit subir l'impact en position telle que son axe longitudinal soit parallèle à la surface et perpendiculaire à l'axe longitudinal de la surface incurvée de $15,8 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ de diamètre se trouvant au centre de l'échantillon. Chaque échantillon n'est soumis qu'à un seul impact.

38.3.4.6.3 Mode opératoire – Écrasement (applicable aux piles prismatiques, aux piles « en sachet », aux piles de type bouton et aux piles cylindriques dont le diamètre est inférieur à 18,0 mm)

NOTA : On entend ici par diamètre le paramètre de conception (par exemple le diamètre des piles 18650 est de 18,0 mm).

La pile ou pile-élément est écrasée entre deux surfaces planes. L'écrasement doit être progressif, d'une vitesse d'environ 1,5 cm/s au premier point de contact et doit se poursuivre jusqu'à ce que l'une des trois conditions suivantes soit atteinte :

- a) La force appliquée atteint $13 \text{ kN} \pm 0,78 \text{ kN}$;
Exemple : La force est appliquée par un vérin hydraulique muni d'un piston de 32 mm de diamètre jusqu'à ce que la pression du vérin soit de 17 MPa.
- b) La tension de la pile chute d'au moins 100 mV ; ou
- c) La pile est déformée d'au moins 50 % par rapport à son épaisseur d'origine.

Lorsque la pression maximale est atteinte, que la tension a chuté de 100 mV ou plus, ou que la pile est déformée d'au moins 50 % par rapport à son épaisseur d'origine, la pression peut être relâchée.

L'écrasement des piles prismatiques ou des piles « en sachet » s'effectue en appliquant la force sur le côté le plus large. Celui d'une pile de type bouton, en appliquant une force sur ses surfaces planes. Pour les piles cylindriques, la force d'écrasement est appliquée perpendiculairement à l'axe longitudinal.

Chaque pile ou pile-élément ne doit être soumise qu'à un écrasement. L'observation de l'échantillon éprouvé doit se poursuivre pendant 6 heures. L'épreuve doit être effectuée sur des piles ou piles-éléments qui n'ont pas été soumises à d'autres épreuves au préalable.

38.3.4 6.4 Critère d'épreuve

Les piles et les piles-éléments satisfont à cette épreuve si leur température externe ne dépasse pas 170 °C et si elles ne présentent ni éclatement ni inflammation pendant l'épreuve et dans les six heures qui suivent.

38.3.4.7 *Épreuve T.7 : Surcharge*

38.3.4.7.1 Objet

Cette épreuve détermine la capacité d'une batterie rechargeable ou une batterie à une seule pile rechargeable à supporter un état de surcharge.

38.3.4.7.2 Mode opératoire

L'intensité de charge sera égale au double de l'intensité de charge maximale continue recommandée par le fabricant. La tension minimale d'épreuve est déterminée comme suit :

- a) Si la tension de charge recommandée par le fabricant n'est pas supérieure à 18V, la tension minimale d'épreuve sera égale à deux fois la tension de charge maximale de la batterie ou 22V, la valeur la plus faible étant retenue ;
- b) Si la tension de charge recommandée par le fabricant est supérieure à 18V, la tension minimale d'épreuve sera égale à 1,2 fois la tension de charge maximale.

Les épreuves sont faites à la température ambiante pendant 24 heures.

38.3.4.7.3 Critère d'épreuve

Les batteries rechargeables satisfont à l'épreuve si elles ne présentent ni éclatement ni inflammation pendant l'épreuve et dans les sept jours qui suivent.

38.3.4.8 *Épreuve T.8 : Décharge forcée*38.3.4.8.1 **Objet**

Cette épreuve détermine l'aptitude d'une pile primaire ou rechargeable à résister à une décharge forcée.

38.3.4.8.2 **Mode opératoire**

Chaque pile est soumise à une décharge forcée à la température ambiante par raccordement à une série alimentée en 12V en continu avec une intensité initiale égale à l'intensité maximale de décharge spécifiée par le fabricant.

L'intensité de décharge spécifiée doit être obtenue par raccordement d'une charge résistive de dimension appropriée avec la pile éprouvée. Chaque pile doit être soumise à une décharge forcée pendant une durée (en heures) égale à sa capacité nominale divisée par l'intensité d'épreuve initiale (en ampères).

38.3.4.8.3 **Critère d'épreuve**

Les piles primaires ou rechargeables satisfont à cette épreuve si elles ne présentent ni éclatement ni inflammation pendant l'épreuve et dans les sept jours qui suivent.

38.3.5 *Résumé du procès-verbal d'épreuve concernant les piles et batteries au lithium*

Les renseignements ci-après doivent être mis à disposition :

Résumé du procès-verbal d'épreuve concernant les piles et batteries au lithium conformément à la sous-section 38.3 du Manuel d'épreuves et de critères
<p>Les informations suivantes doivent être communiquées dans ce procès-verbal :</p> <p>a) Nom du fabricant des piles, batteries ou produits, selon qu'il convient ;</p> <p>b) Coordonnées du fabricant des piles, batteries ou produits, comprenant son adresse, son numéro de téléphone, son adresse électronique et son site Internet pour plus d'information ;</p> <p>c) Coordonnées du laboratoire d'épreuve, comprenant son adresse, son numéro de téléphone, son adresse électronique et son site Internet pour plus d'information ;</p> <p>d) Numéro d'identification unique du rapport d'épreuve ;</p> <p>e) Date du rapport d'épreuve ;</p> <p>f) Description de la pile ou de la batterie comprenant au minimum :</p> <p>i) L'indication qu'il s'agit d'une pile ou batterie au lithium ionique ou au lithium métal ;</p> <p>ii) La masse de la pile ou de la batterie ;</p> <p>iii) L'énergie nominale en wattheures ou la quantité totale de lithium ;</p> <p>iv) La description physique de la pile ou de la batterie ; et</p> <p>v) Le numéro de série de la pile ou de la batterie ou, alternativement, si le résumé du procès-verbal d'épreuve est établi pour un produit contenant une pile ou une batterie, le numéro de série du produit.</p> <p>(g) Liste des épreuves effectuées et résultats (négatif/positif) ;</p> <p>(h) Renvoi aux éventuelles prescriptions d'épreuves applicables aux batteries assemblées (38.3.3 f) et 38.3.3 g) ;</p> <p>(i) Indication de l'édition révisée du Manuel d'épreuves et de critères utilisée ainsi qu'aux éventuels amendements s'y rapportant ; et</p> <p>(j) Comme indication de la validité des informations fournies : la signature avec indication du nom et de la qualité du signataire.</p>

38.4 Matières dégageant des vapeurs inflammables

38.4.1 *Objet*

La présente section du Manuel énonce la procédure d'épreuve permettant de déterminer si, au cours d'opérations de manutention, de transport ou de stockage, les matières de la classe 9 qui dégagent des vapeurs inflammables (se rapporter au numéro ONU 2211) sont susceptibles de libérer des concentrations dangereuses de vapeurs inflammables dans des conteneurs clos et d'entraîner ainsi la formation d'une atmosphère inflammable, et si elles doivent en conséquence être classées.

38.4.2 *Domaine d'application*

La présente méthode d'épreuve tend à déterminer si les polymères en granulés contenant des agents d'expansion, qui répondent à la description faite au numéro ONU 2211, doivent être classés sous cette même rubrique.

38.4.3 *Procédure de classement des matières susceptibles de dégager des vapeurs inflammables*

Les polymères en granulés contenant des agents d'expansion doivent être éprouvés conformément au protocole décrit ci-après afin de déterminer s'ils doivent être classés sous le numéro ONU 2211.

38.4.4 *Épreuve U 1 : Méthode d'épreuve pour les matières susceptibles de dégager des vapeurs inflammables*

38.4.4.1 *Introduction*

On peut détecter la capacité qu'a un produit à dégager des vapeurs inflammables en le plaçant dans une bouteille en verre hermétiquement close, à une température définie et pendant une durée déterminée, puis en identifiant la nature et la concentration des vapeurs inflammables éventuellement dégagées.

38.4.4.2 *Appareillage et matériel*

Un flacon de sérum équipé d'un septum en PTFE, d'un volume de 50 ml de sorte qu'on puisse analyser suffisamment d'échantillons. Une armoire chauffante permettant de stocker les échantillons pour une durée donnée et à une température donnée. Un chromatographe en phase gazeuse et ses accessoires, pour procéder à l'analyse de la concentration de vapeur inflammable en phase gazeuse.

38.4.4.3 *Procédure d'épreuve*

On remplit la moitié du volume total d'un flacon de sérum de 50 ml avec le produit concerné, tel que présenté au transport, puis on l'obture avec un septum en PTFE. Le flacon obturé est placé pendant 14 jours dans une armoire chauffante à 50 °C au minimum. Dans ces conditions le gaz est analysé à deux reprises par chromatographie en phase gazeuse et on calcule la concentration moyenne en vapeur inflammable. L'épreuve doit en principe être réalisée sur trois échantillons de la même matière.

38.4.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

Il n'est pas nécessaire de classer les matières concernées en tant que polymères expansibles en granulés si la concentration en vapeur inflammable est, pour l'ensemble des trois échantillons, inférieure ou égale à 20 % de la limite inférieure d'explosivité (LIE) de ladite vapeur inflammable.

SECTION 39

PROCÉDURE DE CLASSEMENT ET CRITÈRES DE CLASSIFICATION APPLICABLES AUX ENGRAIS AU NITRATE D'AMMONIUM

39.1 Objet

La présente section définit le système utilisé par l'ONU pour le classement des engrais au nitrate d'ammonium définis dans le Règlement type, chapitre 3.3, dispositions spéciales 193 et 307.

39.2 Champ d'application

Tout nouveau mélange d'engrais au nitrate d'ammonium doit être soumis à la procédure de classification définie au 39.4.

39.3 Définitions

39.3.1 On entend par engrais au nitrate d'ammonium un mélange homogène contenant des ions ammonium (NH_4^+) et des ions nitrate (NO_3^+). Voir aussi le paragraphe 39.3.3.

39.3.2 On entend par engrais composé un mélange homogène qui contient au moins deux des trois éléments fertilisants primaires, à savoir l'azote (N), le phosphore (P) et le potassium (K).

39.3.3 Pour déterminer la teneur en nitrate d'ammonium, tous les ions nitrate possédant leur équivalent moléculaire en ions ammonium dans l'engrais doivent être calculés comme nitrate d'ammonium.

39.3.4 Les matières combustibles définies au paragraphe 39.4 comprennent aussi les matières inorganiques qui peuvent être oxydées, par exemple le soufre élémentaire. La teneur des matières organiques en matières combustibles est exprimée en équivalent carbone.

39.3.5 Parmi les matières pouvant être incompatibles avec le nitrate d'ammonium on peut citer l'urée, les acides, les superphosphates contenant de l'acide libre, le soufre élémentaire, les sulfures, la plupart des métaux de transition, notamment les métaux lourds comme le cuivre et les chlorures. Il convient de préciser que cette liste n'est pas exhaustive.

39.4 Procédure de classement

39.4.1 Les engrais au nitrate d'ammonium solides sont classés en fonction de leur composition et de l'expérience acquise sur les dangers qu'ils présentent et de la connaissance de ces dangers. Il arrive quelquefois que la procédure de classement soit complétée par des épreuves pour voir s'ils sont susceptibles de décomposition auto-entretenue ou s'ils peuvent présenter des propriétés explosives. Ces principes sont regroupés dans le diagramme de décision du 39.5.

39.4.2 Le No ONU 2067 peut être utilisé uniquement pour les engrais au nitrate d'ammonium qui ne présentent pas de propriétés explosives lorsqu'ils sont soumis aux épreuves de la série 2 du présent Manuel.

39.4.3 Les engrais au nitrate d'ammonium qui ne satisfont pas aux prescriptions de classement sous le No ONU 2067 peuvent être affectés à un autre numéro ONU relevant de la classe 1 ou de la division 5.1 de la classe 5, à condition que leur aptitude au transport soit démontrée et que ceci soit approuvée par l'autorité compétente. Cela peut se produire en cas de contamination, par exemple lors d'un accident, auquel cas l'engrais peut être transporté sous un numéro ONU approprié, par exemple dans la classe 1, avec l'autorisation de l'autorité compétente.

39.4.4 Les engrais au nitrate d'ammonium dont la composition répond aux limites fixées pour l'inclusion dans la classe des explosifs (voir le 39.5) doivent être affectés à cette classe quels que soient les résultats des épreuves de la série 2 du présent Manuel.

39.4.5 Les engrais au nitrate d'ammonium dont la composition répond aux limites fixées pour le classement dans la classe des matières solides comburantes (voir le 39.5), ou qui y sont classés pour d'autres raisons, ne peuvent pas être exemptés de ce classement sur la base des résultats des épreuves O.1 et/ou O.3 de la section 34 du présent Manuel. Voir aussi le paragraphe 34.3.1 du présent Manuel.

39.4.6 Les engrais qui contiennent au moins 70 % de nitrate d'ammonium ne doivent pas contenir de sulfate d'ammonium comme substance nutritive, sauf s'il s'agit d'engrais composés contenant moins de 90 % de nitrate d'ammonium et au moins 10 % de matières inorganiques à l'exclusion du nitrate d'ammonium et du sulfate d'ammonium.

39.4.7 Les engrais composés dont la composition répond aux limites fixées pour une inclusion éventuelle dans la classe 9 aux fins du transport doivent être soumis à des épreuves pour voir s'ils sont susceptibles de décomposition auto-entretenue selon la méthode définie au paragraphe 38.2.4 du présent Manuel (épreuve de décomposition en gouttière ou épreuve S.1) et classés selon les critères définis dans ce paragraphe, ou qui sont classés dans cette catégorie pour d'autres raisons, là et dans le 39.5.

39.5 Critères de classification

39.5.1 Les engrais au nitrate d'ammonium doivent être classés conformément à au diagramme de décision ci-après.

Figure 39.1 a) : Critères de classification applicables aux engrais au nitrate d'ammonium

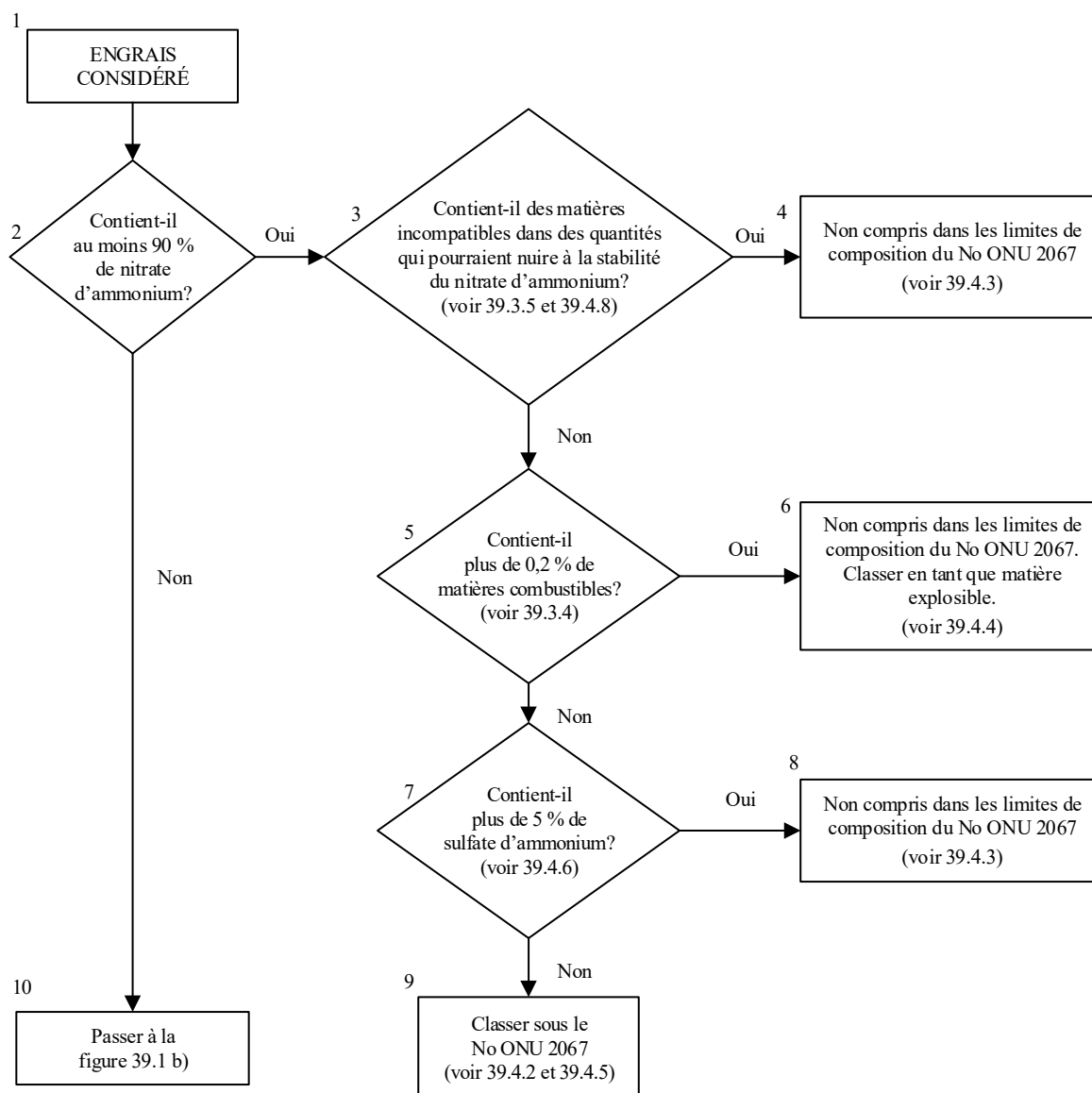


Figure 39.1 b) : Critères de classification applicables aux engrais au nitrate d'ammonium (Suite)

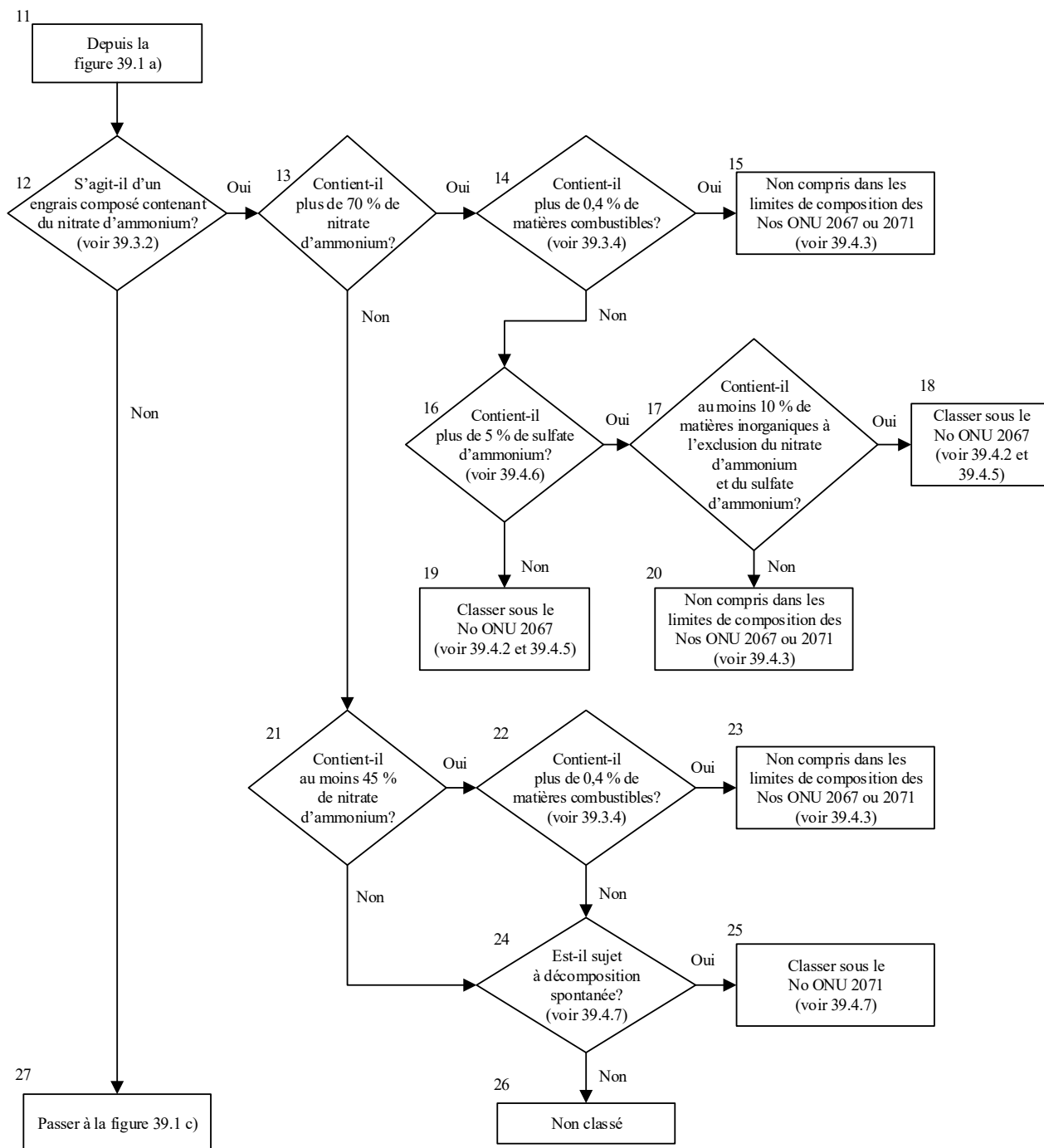
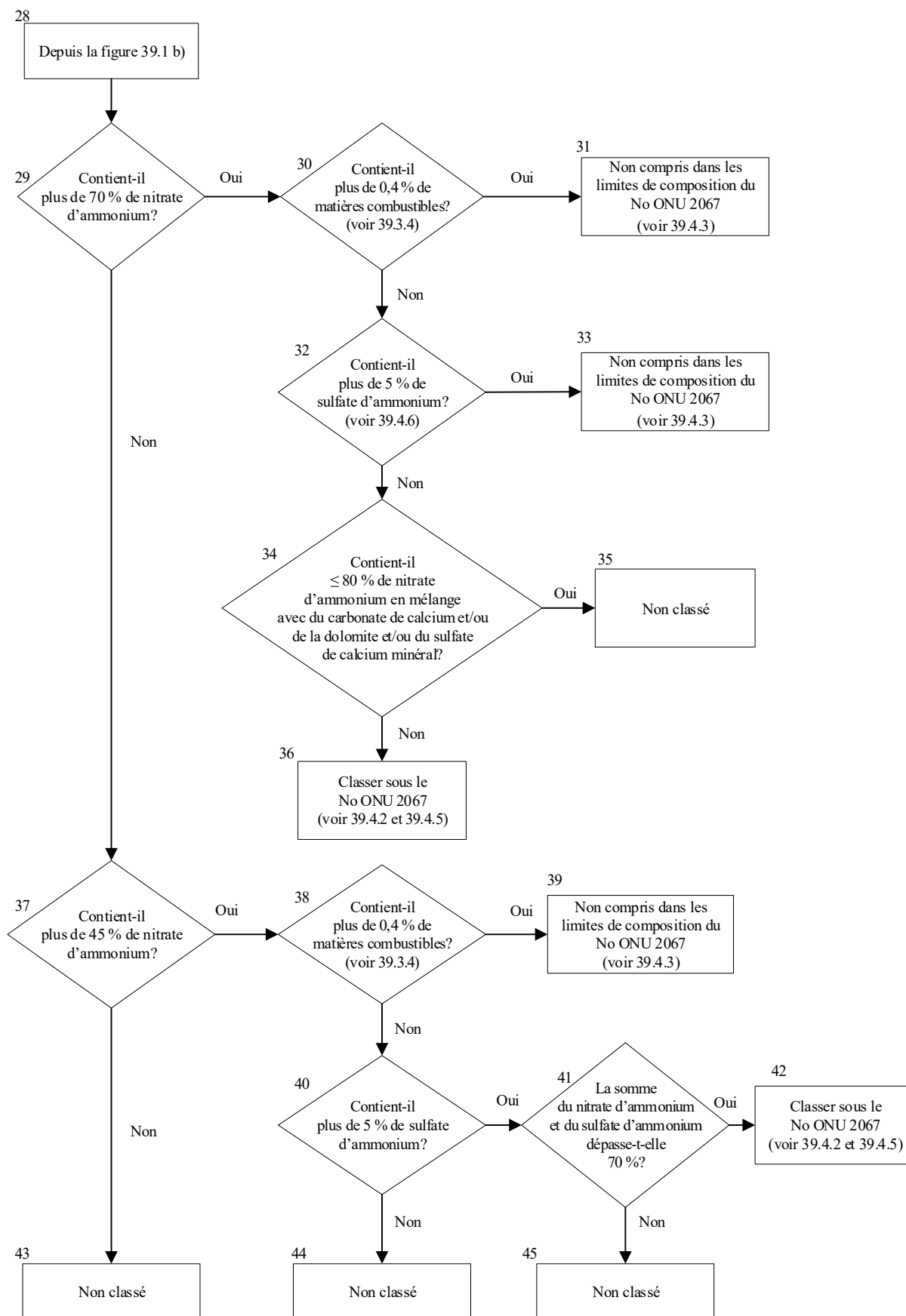


Figure 39.1 c) : Critères de classification applicables aux engrais au nitrate d'ammonium (Suite)



QUATRIÈME PARTIE

MÉTHODES D'ÉPREUVES APPLICABLES AUX ÉQUIPEMENTS DE TRANSPORT

TABLE DES MATIÈRES DE LA QUATRIÈME PARTIE

<u>Section</u>	<u>Page</u>
40. INTRODUCTION À LA QUATRIÈME PARTIE	465
40.1 OBJET	465
40.2 DOMAINE D'APPLICATION	465
41. ESSAI DYNAMIQUE DE RÉSISTANCE AUX IMPACTS LONGITUDINAUX DES CITERNES MOBILES ET DES CONTENEURS À GAZ À ÉLÉMENTS MULTIPLES (CGEM).....	467
41.1 GÉNÉRALITÉS	467
41.2 VARIATIONS AUTORISÉES AUX CONCEPTIONS EXISTANTES.....	467
41.2.1 Citernes mobiles.....	467
41.2.2 CGEM.....	467
41.3 APPAREILLAGE D'ESSAI	468

SECTION 40

INTRODUCTION À LA QUATRIÈME PARTIE

40.1 Objet

40.1.1 La quatrième partie du Manuel présente le système ONU pour l'essai dynamique de résistance aux impacts longitudinaux des citernes mobiles et CGEM (voir section 41 du présent Manuel et paragraphes 6.7.2.19.1, 6.7.3.15.1, 6.7.4.14.1 et 6.7.5.12.1 du Règlement type).

40.2 Domaine d'application

40.2.1 Les méthodes d'épreuves de la présente partie doivent être appliquées lorsque cela est requis par le Règlement type.

SECTION 41

ESSAI DYNAMIQUE DE RÉSISTANCE AUX IMPACTS LONGITUDINAUX DES CITERNES MOBILES ET DES CONTENEURS À GAZ À ÉLÉMENTS MULTIPLES (CGEM)

41.1 Généralités

41.1.1 Cette méthode d'épreuve vise à prouver l'aptitude des citernes mobiles et CGEM à supporter les effets d'un impact longitudinal, comme prescrit par les paragraphes 6.7.2.19.1, 6.7.3.15.1, 6.7.4.14.1 et 6.7.5.12.1 du Règlement type.

41.1.2 Un prototype représentant chaque modèle de citerne mobile et de CGEM répondant à la définition de « conteneur » dans la Convention internationale sur la sécurité des conteneurs (CSC) de 1972, telle que modifiée, doit être soumis à l'essai dynamique de résistance aux impacts longitudinaux et satisfaire aux exigences de cet essai. Les essais doivent être exécutés par des organismes agréés à cette fin par l'autorité compétente.

41.2 Variations autorisées aux conceptions existantes

Les variations suivantes apportées au type de citerne mobile ou de CGEM par rapport au prototype déjà éprouvé et approuvé sont autorisées sans épreuve supplémentaire :

41.2.1 *Citernes mobiles*

- a) Une réduction de la capacité ne dépassant pas 10 % ou une augmentation de la capacité ne dépassant pas 20 %, découlant de changements de diamètre et de longueur ;
- b) Une diminution de la masse brute maximale admissible ;
- c) Une augmentation de l'épaisseur des parois, sans variation de la pression et de la température de calcul ;
- d) Un changement de la qualité des matériaux de construction, à condition que la limite d'élasticité autorisée soit égale ou supérieure à celle de la citerne mobile éprouvée ;
- e) Un changement d'emplacement ou une modification des ajutages et des trous d'homme.

41.2.2 *CGEM*

- a) Une diminution de la température de calcul maximale, sans variation de l'épaisseur ;
- b) Une augmentation de la température de calcul maximale, sans variation de l'épaisseur ;
- c) Une diminution de la masse brute maximale admissible ;
- d) Une diminution de la masse de chaque élément et de sa charge ou une diminution de la masse totale des éléments et de leur charge ;
- e) Une augmentation du diamètre des éléments ne dépassant pas 10 % ou une diminution du diamètre des éléments ne dépassant pas 40 % ;
- f) Un changement de la longueur des éléments ne dépassant pas 10 % ;
- g) Une diminution de la longueur de l'ossature du CGEM ne dépassant pas 3,1 mètres (10 pieds) ;
- h) Une diminution de la hauteur du CGEM ne dépassant pas 50 % ;
- i) Un changement du nombre des éléments ne dépassant pas 50 % ;

- j) Une augmentation de l'épaisseur des matériaux de l'ossature, à condition que l'épaisseur demeure à l'intérieur de la fourchette permise par les spécifications des procédures de soudage ;
- k) Un changement de l'équipement de service et du tuyau collecteur tel que la masse totale de l'équipement de service et du tuyau collecteur ne s'écarte pas de plus de 10 % de la masse brute maximale admissible (mais n'entraîne pas une augmentation de la masse brute maximale admissible par rapport à celle du prototype déjà éprouvé) ;
- l) L'utilisation d'un matériau d'un même type mais de qualité différente pour la construction de l'ossature, à condition :
 - i) que les résultats des calculs de conception pour ce matériau de qualité différente, basés sur les valeurs de résistance mécaniques les plus défavorables pour ce matériau, soient équivalents ou supérieurs aux résultats des calculs de conception pour le matériau du prototype ; et
 - ii) que les spécifications des procédures de soudage permettent l'utilisation de ce matériau de qualité différente.

NOTA : *Pour les variations autorisées aux conceptions existantes des CGEM qui n'exigent pas un essai de résistance aux impacts supplémentaire, le dispositif de montage et/ou la méthode de fixation des éléments à l'ossature doit rester identique à celui/celle utilisé(e) pour la conception du CGEM prototype déjà testé.*

41.3 Appareillage d'essai

41.3.1 Plate-forme d'essai

La plate-forme d'essai peut être toute structure appropriée capable de résister, sans dommage important, à un choc de l'intensité prescrite, le prototype étant fixé solidement en place. La plate-forme d'essai doit être :

- a) configurée de manière que le prototype puisse être installé le plus près possible de l'extrémité soumise à l'impact ;
- b) équipée de quatre dispositifs de fixation en bonne condition, permettant de fixer le prototype conformément à la norme ISO 1161:1984 (Conteneurs de la série 1 – Pièces de coin – Spécifications) ;
- c) équipée d'un dispositif d'amortissement destiné à permettre une durée d'impact convenable.

41.3.2 Production de l'impact

41.3.2.1 L'impact doit être produit :

- a) soit par la plate-forme d'essai qui heurte une masse stationnaire ;
- b) soit par une masse en mouvement qui heurte la plate-forme d'essai.

41.3.2.2 Lorsque la masse stationnaire est constituée de deux véhicules ferroviaires ou plus accouplés, chaque véhicule doit être pourvu de dispositifs amortisseurs. Tout le jeu entre les véhicules doit être éliminé et les freins de chacun doivent être serrés.

41.3.3 Système de mesure et d'enregistrement

41.3.3.1 À moins d'indication contraire, le système de mesure et d'enregistrement doit être conforme à la norme ISO 6487:2002 (Véhicules routiers – Techniques de mesurage lors des essais de chocs – Instrumentation).

41.3.3.2 Le matériel suivant doit être disponible pendant l'essai :

- a) Deux accéléromètres à plage d'amplitude minimale de 200 g, ayant une limite de fréquence inférieure maximale de 1 Hz et une limite de fréquence supérieure minimale de 3 000 Hz, et une fréquence de résonance d'au moins cinq fois la fréquence d'échantillonnage. Chaque accéléromètre doit être solidement fixé sur le conteneur à l'essai, soit sur l'extrémité extérieure ou sur la surface latérale des deux pièces de coin adjacentes du bas se trouvant le plus près de la source des chocs. Les accéléromètres doivent être alignés de manière à mesurer l'accélération dans l'axe longitudinal du conteneur. La méthode privilégiée consiste à boulonner chaque accéléromètre à une plaque de montage plane et à coller les plaques de montage aux pièces de coin ;
- b) Un moyen permettant de mesurer la vitesse de la plate-forme d'essai ou de la masse mobile au moment de l'impact ;
- c) Un système d'acquisition des données analogique-numérique capable d'enregistrer les perturbations causées par le choc sous forme d'un historique de l'accélération en fonction du temps (historique accélération-temps) pour une fréquence d'échantillonnage minimale de 1 000 Hz. Le repliement ne doit pas dépasser 1 %, ce qui peut nécessiter l'incorporation d'un filtre antirepliement dans le système d'acquisition de données ;
- d) Une méthode de stockage permanent en format électronique de l'historique accélération-temps de manière que cet historique puisse être récupéré et analysé ultérieurement.

41.3.4 *Mode opératoire*

41.3.4.1 Le remplissage du prototype peut se faire avant ou après son installation sur la plate-forme d'essai :

- a) Citernes mobiles : Remplir la citerne d'une quantité d'eau, ou d'un autre produit qui ne soit pas sous pression, jusqu'à environ 97 % de sa capacité volumique. La citerne ne doit pas être sous pression pendant l'essai. Si toutefois, en cas de surcharge potentielle, il n'est pas désirable de remplir la citerne à 97 % de sa capacité, la citerne doit être remplie de façon que la masse du prototype (tare plus produit) approche le plus possible de la masse maximale nominale (R) ;
- b) CGEM : Remplir chaque élément d'une quantité égale d'eau ou d'un autre produit qui n'est pas sous pression. Le CGEM doit être rempli de façon que sa masse approche le plus possible de sa masse maximale nominale (R) mais au plus 97 % de sa capacité volumique. Le CGEM ne doit pas être sous pression pendant l'essai. Il n'est pas obligatoire de remplir un CGEM d'eau lorsque sa tare est égale ou supérieure à 90 % de R.

41.3.4.2 Mesurer et enregistrer la masse du prototype prêt pour l'essai.

41.3.4.3 Orienter le prototype de manière qu'il soit soumis aux conditions d'essai les plus difficiles. Installer la citerne mobile ou le CGEM sur la plate-forme d'essai, le plus près possible de l'extrémité soumise aux impacts et le maintenir en place à l'aide des quatre pièces de coin pour empêcher tout mouvement dans toutes les directions. Réduire au minimum tout espace entre les pièces de coin du prototype et les dispositifs de fixation à l'extrémité soumise aux chocs de la plate-forme d'essai. En particulier, s'assurer que les masses d'essai d'impact puissent rebondir après l'impact.

41.3.4.4 Produire un impact (voir 41.3.2) de manière que, pour un impact unique, la courbe du spectre de réponse aux chocs (SRC, voir 41.3.5.1) d'essai aux deux pièces de coin soit égale ou supérieure au SRC minimal indiqué à la figure 41.3.5.1 pour toutes les fréquences se trouvant entre 3 et 100 Hz. Des impacts répétés peuvent être nécessaires pour atteindre ce résultat, mais les résultats de chaque impact doivent être évalués individuellement.

41.3.4.5 À la suite d'un impact décrit au 41.3.4.4, examiner le prototype et enregistrer les résultats. Pour réussir l'essai la citerne mobile ou le CGEM ne doivent montrer ni fuite ni déformation ou dommage permanent qui les rendrait impropre à l'usage et doivent répondre aux exigences visant la manutention, l'arrimage et le transbordement entre moyens de transport.

41.3.5 *Traitement et analyse des données*

41.3.5.1 *Système de réduction des données*

- a) Réduire les données de chaque canal sur l'historique accélération-temps au spectre de réponse aux chocs, en veillant à ce que les spectres soient présentés sous forme d'une accélération statique équivalente en fonction de la fréquence. La valeur absolue maximale de crête d'accélération sera enregistrée pour chacun des points de coupure spécifiés. La réduction des données doit se faire selon les critères suivants :
 - i) Si nécessaire, des données corrigées sur l'historique accélération-temps seront produites à l'aide de la procédure indiquée au 41.3.5.2 ;
 - ii) Les données sur l'historique accélération-temps comprennent la période qui commence 0,05 seconde avant le début de l'impact et qui se termine 2,0 secondes après la fin de l'impact ;
 - iii) L'analyse doit porter sur la plage de fréquences de 2 à 100 Hz et les points de la courbe de réponse aux chocs doivent être calculés à des points de coupure au minimum de 1/30 d'octave. Chaque point ou intervalle de coupure dans la plage constitue une fréquence naturelle ;
 - iv) Un rapport d'amortissement de 5 % doit être utilisé dans l'analyse.
- b) Faire un calcul des points de la courbe de réponse aux chocs de la manière indiquée ci-après. Pour chaque intervalle de coupure :
 - i) Calculer une matrice des valeurs de déplacement relatives en utilisant tous les points de données tirés de l'historique accélération-temps d'entrée à l'aide de l'équation suivante :

$$\xi_i = -\frac{\Delta t}{\omega_d} \sum_{k=0}^i \ddot{X}_k e^{-\zeta \omega_n \Delta t(i-k)} \sin[\omega_d \Delta t(i-k)]$$

où:

Δt = intervalle de temps entre les valeurs d'accélération

ω_n = fréquence naturelle non amortie (radians/seconde)

ω_d = fréquence naturelle amortie = $\omega_n \sqrt{1 - \zeta^2}$

\ddot{X}_k = k^e valeur des données d'entrée d'accélération

ζ = rapport d'amortissement

i = nombre entier, qui varie entre 1 et le nombre de points de données d'accélération d'entrée

k = paramètre employé en sommation qui varie entre 0 et la valeur actuelle de i

- ii) Calculer une matrice d'accélération relatives en utilisant les valeurs de déplacement obtenues à l'étape i dans l'équation suivante :

$$\vec{\xi}_i = 2\zeta \omega_n \Delta t \sum_{k=0}^i \ddot{X}_k e^{-\zeta \omega_n \Delta t(i-k)} \cos[\omega_d \Delta t(i-k)] + \omega_n^2 (2\zeta^2 - 1) \xi_i$$

- iii) Conserver la valeur de l'accélération absolue maximale de la matrice générée à l'étape ii pour l'intervalle de fréquences à l'étude. Cette valeur devient le point de la courbe du SRC pour cet intervalle de fréquences particulier. Répéter l'étape i) pour chacune des fréquences naturelles jusqu'à ce que tous les intervalles de fréquences naturelles aient été évalués ;
- iv) Produire la courbe du spectre de réponses de l'essai de résistance aux chocs.

41.3.5.2 *Méthode de mise à l'échelle des valeurs mesurées de l'historique accélération-temps en vue de compenser l'insuffisance ou le surplus de masse de certains conteneurs*

Lorsque la somme de la masse de la charge limite mise à l'essai, plus la masse à vide (tare) du conteneur à l'essai, est inférieure à la masse nominale maximale du conteneur à l'essai, appliquer un facteur d'échelle aux historiques accélération-temps mesurés pour le conteneur à l'essai comme suit :

Calculer les valeurs accélération-temps corrigées, $Acc(t)_{(corrigée)}$, d'après les valeurs accélération-temps mesurées en utilisant la formule suivante :

$$Acc(t)_{(corrigée)} = Acc(t)_{(mesurée)} \times \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{\Delta M}{M_1 + M_2}}}$$

où:

$Acc(t)_{(mesurée)}$ = valeur accélération-temps mesurée réelle
 M_1 = masse de la plate-forme d'essai, sans le conteneur à l'essai
 M_2 = masse d'essai réelle (incluant la tare) du conteneur à l'essai
 R = masse nominale maximale (incluant la tare) du conteneur à l'essai
 ΔM = $R - M_2$

Les valeurs d'essai du SRC doivent être générées à partir des valeurs de l' $Acc(t)_{(corrigée)}$.

41.3.6 *Instruments défectueux*

Si le signal reçu d'un accéléromètre n'est pas fiable, l'épreuve peut être confirmée en utilisant le SRC d'un accéléromètre fiable à la suite de trois impacts consécutifs, à condition que le SRC de chacun des trois impacts soit égal ou supérieur à la courbe SRC minimale.

41.3.7 *Méthode alternative de confirmation de la sévérité de l'épreuve*

41.3.7.1 Si la conception d'un prototype est notablement différente de celle d'autres citernes mobiles ou CGEM ayant réussi cet essai et que les courbes SRC obtenues présentent les caractéristiques voulues mais demeurent en dessous de la courbe SRC minimale, la sévérité de l'essai peut être jugée acceptable après trois chocs successifs exécutés comme suit :

- a) Premier impact à une vitesse supérieure à 90 % de la vitesse critique mentionnée au 41.3.7.2 ;
- b) Second et troisième impacts à une vitesse supérieure à 95 % de la vitesse critique mentionnée au 41.3.7.2.

41.3.7.2 La méthode alternative de confirmation énoncée au 41.3.7.1 n'est utilisée que si la « vitesse critique » de la plate-forme a été déterminée auparavant. La vitesse critique est la vitesse à laquelle les systèmes amortisseurs de la plate-forme atteignent leur course et leur capacité d'absorption d'énergie maximum au-delà desquelles la courbe minimale du SRC est normalement atteinte ou dépassée. La vitesse critique aura été déterminée à la suite de pas moins de cinq épreuves bien documentées exécutées sur cinq prototypes différents.

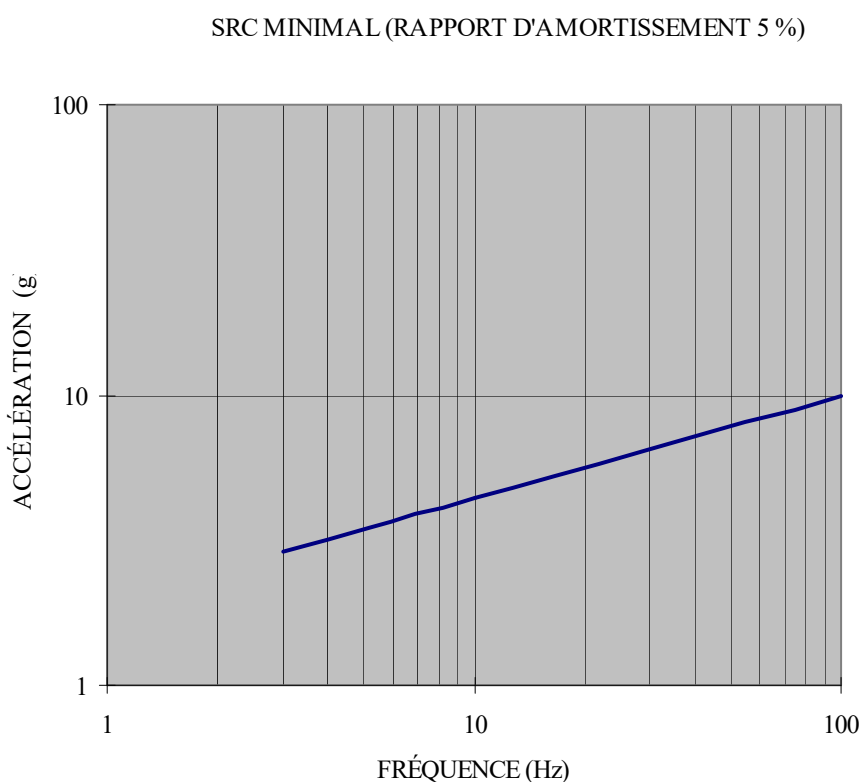
Chacun de ces essais aura été exécuté en utilisant le même équipement, le même système de mesure et le même mode opératoire.

41.3.8 *Enregistrement des données*

41.3.8.1 À tout le moins, enregistrer les données suivantes dans l'application de ce mode opératoire :

- a) Date, heure, température ambiante et emplacement de l'essai ;
- b) Masse à vide (tare) du prototype, masse nominale maximale et masse de la charge utile mise à l'essai ;
- c) Nom du fabricant du prototype, type de conteneur, numéro d'enregistrement s'il y a lieu, codes de conception homologués et approbations s'il y a lieu ;
- d) Masse de la plate-forme d'essai ;
- e) Vitesse (vélocité) de l'impact ;
- f) Orientation de l'impact par rapport au prototype ;
- g) Pour chacun des impacts, on doit enregistrer un historique accélération-temps pour chaque pièce de coin instrumentée :

Figure 41.3.5.1 : Courbe du SRC minimal



Équation pour générer la courbe du SRC minimal ci-dessus : $ACCÉL = 1,95 \text{ FRÉQ}^{0,355}$

Tableau 41.3.5.1 : Représentation tabulaire de certains points de données pour la courbe du SRC minimal ci-dessus

Fréquence (Hz)	Accélération (G)
3	2,88
10	4,42
100	10,0

CINQUIÈME PARTIE

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX SECTEURS AUTRES QUE LE TRANSPORT

TABLE DES MATIÈRES DE LA CINQUIÈME PARTIE

<u>Section</u>		Page
50.	INTRODUCTION À LA CINQUIÈME PARTIE	479
50.1	OBJET.....	479
50.2	DOMAINE D'APPLICATION	479
51.	PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES	481
51.1	OBJET.....	481
51.2	DOMAINE D'APPLICATION	481
51.3	PROCEDURE DE CLASSEMENT	481
51.4	ÉPREUVE DE VITESSE DE COMBUSTION (FEU EXTERIEUR)	482

SECTION 50

INTRODUCTION À LA CINQUIÈME PARTIE

50.1 Objet

La cinquième partie du Manuel d'épreuves et de critères présente les méthodes utilisées pour le classement des matières explosibles désensibilisées aux fins de distribution et d'utilisation (y compris le stockage) conformément au Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques (SGH).

50.2 Domaine d'application

Les méthodes d'épreuve décrites dans la présente partie doivent être appliquées lorsque le SGH le requiert.

SECTION 51

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES

51.1 **Objet**

51.1.1 La présente section présente le système ONU de classement des matières explosibles désensibilisées liquides et solides (voir le chapitre 2.17 du SGH). Le présent texte doit être utilisé parallèlement aux principes de classement énoncés dans le chapitre 2.17 du SGH et aux séries d'épreuves décrites aux sections 16.4 et 16.5 du présent Manuel.

Pour les épreuves relatives aux matières explosibles désensibilisées liquides à des fins de transport, se reporter à la section 32, sous-section 32.3.2 du présent Manuel et au chapitre 2.3, sous-section 2.3.1.4 du Règlement type. Pour les épreuves relatives aux matières explosibles désensibilisées solides à des fins de transport, se reporter à la section 33, sous-section 33.2.3 du présent Manuel et au chapitre 2.4, sous-section 2.4.2.4 du Règlement type.

51.2 **Domaine d'application**

51.2.1 Les matières explosibles désensibilisées sont des substances explosibles ou des mélanges explosibles de substances, solides ou liquides, qui ont été désensibilisés pour neutraliser leurs propriétés explosives de telle sorte qu'ils ne relèvent pas de la classe de danger « Matières et objets explosibles » (chapitre 2.1 du SGH). Les matières explosibles désensibilisées doivent d'abord être soumises aux épreuves des séries 1 (1 a)), 2 et 6 (6 a) et 6 b)) du présent Manuel¹.

51.2.2 Les procédures de classement appropriées applicables aux matières explosibles désensibilisées doivent être effectuées avant leur distribution et leur utilisation, sauf si, dans cet état :

- a) Elles sont destinées à produire un effet explosif ou pyrotechnique ;
- b) Elles présentent un danger d'explosion en masse, tel que défini par les épreuves 6 a) ou 6 b), ou si la vitesse de combustion corrigée, telle que définie par l'épreuve de vitesse de combustion décrite à la section 51.4 ci-dessous, est supérieure à 1200 kg/min ; ou
- c) L'énergie de décomposition exothermique est inférieure à 300 J/g².

51.3 **Procédure de classement**

51.3.1 Les matières, dans leur emballage, sont soumises aux épreuves 6 a) et 6 b), dans cet ordre, avant d'être soumises à l'épreuve de vitesse de combustion. Les matières, dans leur emballage, doivent d'abord être éprouvées à l'aide d'un détonateur normalisé (appendice 1 du Manuel) et, en l'absence d'explosion, avec

¹ *Il est possible qu'une matière explosible instable, telle que définie au chapitre 2.1 du SGH, soit stabilisée par désensibilisation et puisse alors être classée dans les matières explosibles désensibilisées, à condition qu'elle satisfasse à tous les critères énoncés au chapitre 2.17 du SGH. Une telle matière explosible désensibilisée doit être soumise aux épreuves de la série 3 (première partie du présent Manuel), les informations relatives à sa sensibilité mécanique étant susceptibles d'être importantes pour déterminer les conditions de sa manipulation et de son emploi en toute sécurité. Les résultats obtenus doivent être communiqués sur la fiche de données de sécurité.*

² *L'énergie de décomposition exothermique doit être déterminée en utilisant la matière explosible déjà désensibilisée (c'est-à-dire le mélange homogène, solide ou liquide, formé par la matière explosible et la ou les matière(s) utilisée(s) pour neutraliser ses propriétés explosives). Il est possible d'estimer l'énergie de décomposition exothermique en utilisant une technique calorimétrique appropriée (voir la section 20, sous-section 20.3.3.3 de la deuxième partie du présent Manuel).*

un inflammateur juste suffisant (30 g de poudre noire au maximum) pour assurer l'allumage. Le dispositif d'excitation qui aura fonctionné avec succès au cours de l'épreuve 6 a) devra être utilisé pour l'épreuve 6 b).

51.3.2 Cependant, il n'est pas toujours nécessaire de procéder à toutes les épreuves. L'épreuve 6 b) n'est pas obligatoire si, lors de chaque épreuve 6 a) :

- a) L'extérieur du colis n'est pas endommagé par une détonation ou un allumage internes ;
ou
- b) Le contenu du colis n'explose pas ou explose si faiblement qu'une propagation de l'effet explosif à un autre colis serait exclue lors de l'épreuve 6 b).

51.3.3 Si une matière donne un résultat négatif (absence de propagation de la détonation) lors de l'épreuve 1 a), l'épreuve 6 a) avec détonateur n'est plus obligatoire³. Si une matière donne un résultat négatif (absence de déflagration ou déflagration lente) lors de l'épreuve 2 c), l'épreuve 6 a) avec inflammateur n'est pas obligatoire.

51.3.4 L'épreuve de détermination de la vitesse de combustion à grande échelle n'est pas nécessaire si au cours de l'épreuve 6 b) on assiste à une explosion quasi instantanée de la presque totalité du contenu de la pile. Dans ce cas, la matière est affectée à la Division 1.1.

51.4 Épreuve de vitesse de combustion (feu extérieur)

51.4.1 Introduction

51.4.1.1 La méthode de détermination de la vitesse de combustion (pour une masse de 10 000 kg) doit être utilisée pour déterminer le comportement, en cas de feu extérieur, des matières emballées à des fins de stockage et d'utilisation. Cette épreuve est effectuée avec plusieurs colis contenant la matière, afin de déterminer :

- a) S'il existe un danger d'explosion en masse, de projection dangereuse ou de combustion violente ;
- b) La vitesse de combustion (pour une masse de 10 000 kg) qui dépend de la masse totale.

51.4.1.2 La vitesse de combustion pour une masse de 10 000 kg de matière emballée est déterminée en utilisant successivement un colis unique et des piles de colis, puis en appliquant aux résultats une procédure d'extrapolation. Les épreuves sont effectuées alors que la matière est emballée de la manière prévue aux fins de distribution et d'utilisation (y compris le stockage). Tous les types de colis sont soumis aux épreuves sauf si :

- a) La matière, tels qu'emballée aux fins de distribution et d'utilisation, peuvent se voir attribuer, sans risque d'erreur, une vitesse de combustion et une catégorie par une autorité compétente sur la base de résultats provenant d'autres épreuves ou d'autres renseignements ; ou
- b) La matière, tels qu'emballée aux fins de distribution et d'utilisation, est affectée à la classe de danger « Matières et objets explosibles » (Division 1.1).

51.4.1.3 La vitesse de combustion corrigée (pour une masse de 10 000 kg) sert à la classification en quatre catégories.

³ Si l'épreuve 1 a) n'a pas été effectuée, l'épreuve 6 a) est obligatoire.

51.4.2 *Appareillage et matériel*

51.4.2.1 L'épreuve doit porter sur des colis contenant la matière dans l'état dans lequel ils se trouveraient au moment de leur distribution et de leur utilisation (y compris le stockage). Sont nécessaires les éléments suivants :

- a) 1, 6 et 10 colis, contenant chacun une masse nette maximale de 25 kg de matière explosible désensibilisée ;
- b) 1, 3 et 6 colis, contenant chacun une masse nette comprise entre 25 et 50 kg de matière explosible désensibilisée ;
- c) De 1 à 6 colis, contenant chacun une masse nette supérieure à 50 kg de matière explosible désensibilisée, la masse nette maximale totale ne dépassant pas 500 kg ;
- d) 1 ou 2 bacs suffisamment grands et hauts pour contenir les palettes en bois et les colis et protéger le sol ;
- e) Des palettes en bois (conformes à la norme DIN 15146), avec de la laine de bois entre les colis, sous les colis et au-dessus ;
- f) Un mode d'allumage approprié garantissant l'inflammation des palettes en bois et de la laine de bois et ensuite des colis (il est recommandé d'employer un mélange d'essence et de fioul léger dans une proportion de 10/90, bien réparti sur les colis et la laine de bois) ;
- g) Des caméras cinématographiques ou de vidéo ainsi que tout l'équipement approprié pour mesurer la chaleur de la radiation, par exemple des capteurs infrarouge et/ou des caméras thermiques.

51.4.2.2 Le nombre d'épreuves et la masse totale soumise aux épreuves doivent être augmentés si les résultats des épreuves sont ambigus et que les dangers ne sont pas clairement définis.

51.4.3 *Mode opératoire*

51.4.3.1 Les épreuves portent d'abord sur un seul colis puis sur un nombre de colis de plus en plus grand, comme indiqué aux alinéas a), b) ou c) du 51.4.2.1. Normalement, l'épreuve de vitesse de combustion est effectuée une seule fois sur chaque lot de colis. Lesdits lots de colis, dans l'état et sous la forme où ils se trouveraient au moment d'être présentés pour la distribution et l'utilisation (y compris le stockage), sont placés de façon à produire les effets les plus destructeurs sur des palettes en bois disposées à plat. Les palettes sont à leur tour placées dans un bac (ou deux, si nécessaire). Chaque bac doit contenir au moins une palette complète plus un espace de 10 cm tout autour de la palette. Un matériau inflammable (par exemple de la laine de bois ou du papier) est placé sous les colis et autour de ceux-ci de façon à garantir le meilleur allumage possible (voir paragraphe 51.4.2.1 f)).

NOTA : *Une quantité d'environ 10 kg de laine de bois sèche est généralement suffisante. Les palettes en bois et la laine de bois doivent être imprégnées d'un mélange de carburants (environ 10 l, voir 51.4.2.1 f)).*

51.4.3.2 La chaleur du rayonnement est mesurée pendant l'épreuve au moyen d'un matériel approprié, en au moins trois endroits situés à des distances différentes du centre du foyer, distances qui doivent être déterminées avant l'épreuve en fonction de la sensibilité des instruments de mesure (capteurs, caméras thermiques, etc.).

51.4.3.3 Les signaux doivent être enregistrés en continu. Le début de l'incendie est défini comme le moment où la matière commence à réagir et sa fin est déterminée d'après les courbes du rayonnement.

51.4.3.4 S'il se produit une explosion en masse, des explosions séparées ou des projections de fragments métalliques, cela doit être consigné dans le rapport d'épreuve.

51.4.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

51.4.4.1 Les vitesses de combustion A et A_{10t} sont déterminées comme suit :

- Le début de l'incendie est défini comme le moment où la réaction de la matière devient perceptible, alors que la fin de l'incendie coïncide avec une diminution du rayonnement I (dû à l'incendie) jusqu'à moins de 5 % du niveau maximum (I_{max}) (voir figure 51.4.1) ;
- Le rayonnement dégagé par les restes de matière ou les matériaux en combustion, le cas échéant, doit être pris en considération dans l'évaluation ;
- La durée de combustion t est le temps qui s'écoule entre le début et la fin de l'incendie ;
- La vitesse de combustion A [kg/min] s'obtient pour chaque quantité éprouvée m [kg] et la durée de combustion correspondante t [min], au moyen de l'équation ci-dessous :

$$A = \frac{m}{t}$$

- Le logarithme ($\log A$) de la vitesse de combustion calculée A est reporté sur un graphique en fonction du logarithme ($\log m$) de la masse de matière m soumise à l'épreuve. Les résultats de l'épreuve sont extrapolés au moyen de ce graphique afin d'obtenir une vitesse de combustion non corrigée A_{10t} pour une masse de 10 000 kg, en appliquant la formule ci-dessous :

$$A_{10t} = \left(\frac{10\,000 \text{ kg}}{m} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot A$$

51.4.4.2 La vitesse de combustion corrigée A_c est calculée comme suit :

- L'énergie contenue dans la matière est partiellement convertie en rayonnement. L'intensité moyenne du rayonnement η mesurée à une certaine distance de l'incendie est égale au rayonnement mesuré ($dose_{mesurée}$) sur l'énergie maximum théorique ($dose_{calculée}$) :

$$\eta = \frac{dose_{mesurée}}{dose_{calculée}}$$

- L'énergie maximum théorique est obtenue en multipliant la masse m [kg] de la matière éprouvée par la chaleur H_v [kJ/kg] dégagée par la combustion⁴ :

$$dose_{calculée} = H_v \cdot m$$

- La quantité d'énergie qui semble être transférée par rayonnement est calculée par intégration de la zone située en dessous de la courbe du rayonnement mesuré :

$$dose_{mesurée} = f(t) = \left[\sum_{t=début}^{fin} \frac{(I_{(t+\Delta t)} + I_t)}{2} \cdot \Delta t \right] \cdot 4 \pi \cdot r^2$$

L'intégration numérique de l'intensité I_t du rayonnement [W/m²] pendant la totalité de la combustion donne le rayonnement mesuré ($dose_{mesurée}$) en kJ, à la distance r [m] ;

- À cette fin, un graphique est tracé pour représenter le niveau de rayonnement I [kW/m²] en fonction du temps. L'intensité totale du rayonnement est obtenue en intégrant la courbe lissée et corrigée jusqu'à une valeur comprise entre 1 et 5 % de I_{max} ;

⁴ La chaleur totale dégagée doit être déterminée à l'aide d'un instrument approprié, par exemple un calorimètre de combustion.

- e) $I_{pertinente}$ est obtenu à partir de l'intensité maximum de la courbe du rayonnement de chaleur calculée comme valeur moyenne du rayonnement en transformant la zone intégrée en un rectangle de dimension égale pendant le même laps de temps ;
- f) La valeur moyenne du coefficient de forme f qui doit être pris en considération au moment où l'incendie atteint son maximum d'intensité peut être obtenue à l'aide de la formule ci-dessous :

$$f = \frac{I_{pertinente}}{I_{calculée}}$$

- g) La vitesse de combustion corrigée A_c s'obtient grâce à l'équation suivante :

$$A_c = A_{10t} \cdot \frac{H_v}{33\,500} \cdot \frac{\eta}{0,25} \cdot \frac{f}{2,78}$$

Où H_v [kJ/kg] est la chaleur dégagée par la combustion de la matière (c'est-à-dire l'enthalpie de réaction de la combustion), η étant l'intensité du rayonnement et f le coefficient de forme. A_c [kg/min] représente la vitesse de combustion corrigée pour une quantité de matière de 10 000 kg.

51.4.4.3 S'il se produit une explosion en masse, des explosions isolées ou des projections de fragments métalliques, la matière est classée comme matière explosible.

51.4.4.4 Les résultats des épreuves sont évalués en fonction de la vitesse de combustion corrigée A_c pour une masse emballée de 10 000 kg de matière.

51.4.4.5 Les critères d'épreuve servant à déterminer la combustibilité des matières sont les suivants :

Catégorie 1 : Toute matière dont la vitesse de combustion corrigée A_c est au moins égale à 300 kg/min, sans dépasser 1 200 kg/min ;

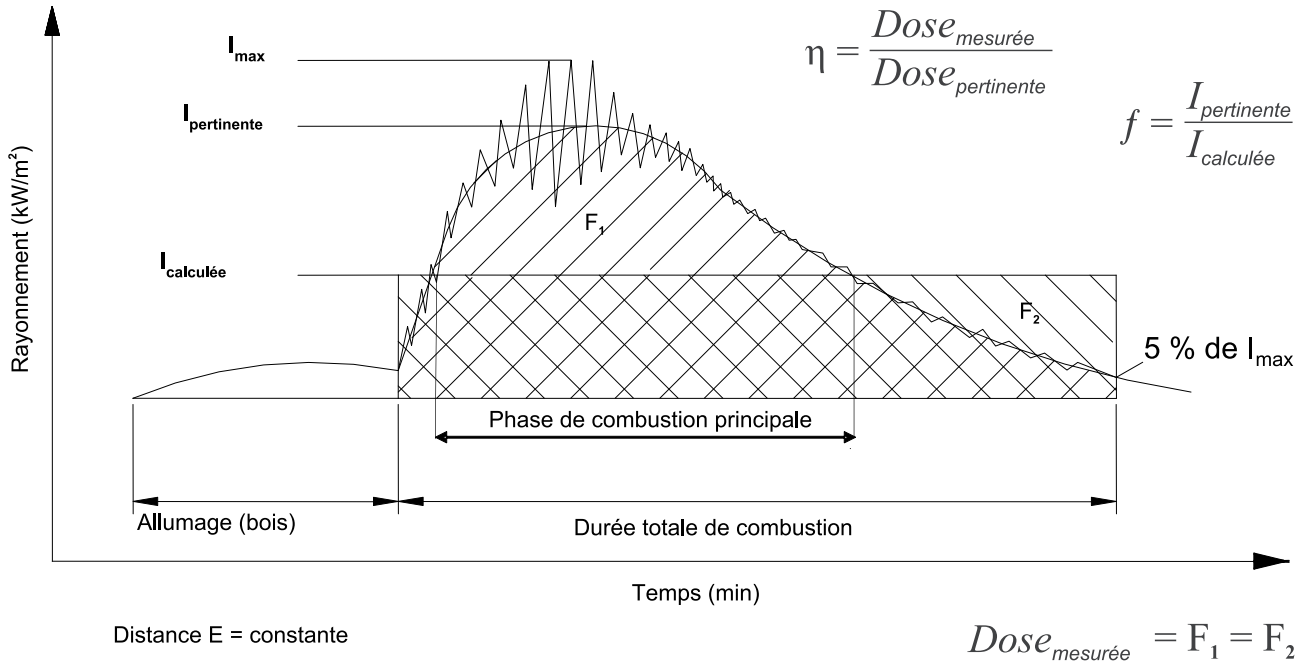
Catégorie 2 : Toute matière dont la vitesse de combustion corrigée A_c est au moins égale à 140 kg/min mais inférieure à 300 kg/min ;

Catégorie 3 : Toute matière dont la vitesse de combustion corrigée A_c est au moins égale à 60 kg/min mais inférieure à 140 kg/min ;

Catégorie 4 : Toute matière dont la vitesse de combustion corrigée A_c est inférieure à 60 kg/min.

Toute matière dont la vitesse de combustion corrigée A_c est supérieure à 1 200 kg/min est classée comme matière explosible (voir le chapitre 2.1 du SGH).

Figure 51.4.1: MESURE DU RAYONNEMENT EN FONCTION DU TEMPS



51.4.5 Exemples de résultats

51.4.5.1 Une synthèse des résultats d'épreuves et des données de classification pour plus de 200 produits à base de nitrocellulose industrielle figure à l'appendice 11.

51.4.6 Exemple de calculs

Préparations à base de nitrocellulose (teneur en azote comprise entre 10,7 % et 11,2 %) mouillées avec 30 % d'isopropanol :

Masse de la préparation soumise à l'épreuve : $m = 285 \text{ kg}$

Durée de combustion : $t = 9,7 \text{ min}$

Coefficient de forme : $f = 3,73$

Intensité du rayonnement : $\eta = 0,24$

Enthalpie de combustion : $H_v = 15\,626 \text{ kJ/kg}$

Calcul de la vitesse de combustion A :

$$A = \frac{m}{t} = \frac{285 \text{ kg}}{9,7 \text{ min}} = 29,4 \frac{\text{kg}}{\text{min}}$$

Calcul de la vitesse de combustion A_{10t} :

$$A_{10t} = \left(\frac{10\,000 \text{ kg}}{m} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot A = \left(\frac{10\,000 \text{ kg}}{285 \text{ kg}} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot 29,4 \frac{\text{kg}}{\text{min}} = 315 \frac{\text{kg}}{\text{min}}$$

Calcul de la vitesse de combustion corrigée A_c :

$$A_c = A_{10t} \cdot \frac{H_v}{33\,500} \cdot \frac{\eta}{0,25} \cdot \frac{f}{2,78} = 315 \frac{\text{kg}}{\text{min}} \cdot \frac{15\,626 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}}{33\,500 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}} \cdot \frac{0,24}{0,25} \cdot \frac{3,73}{2,78} = 189 \frac{\text{kg}}{\text{min}}$$

La matière explosible désensibilisée est classée dans la catégorie 2.

Bibliographie

[1] *German « Guideline for the assignment of substances which may show explosive properties to Storage Groups (SprengLR011) ».*

[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), Pays-Bas, 2006.*

[5] *The storage and handling of organic peroxides, Guidance Note CS21, Health and Safety Executive, 1998, Royaume-Uni.*

APPENDICES

SOMMAIRE DES APPENDICES

<u>Appendices</u>	<u>Page</u>
1 CARACTÉRISTIQUES DES DÉTONATEURS NORMALISÉS	493
2 MÉTHODE BRUCETON ET ESSAI DE COMPARAISON DES ÉCHANTILLONS	497
3 CAVITATION DES ÉCHANTILLONS.....	501
4 CORRESPONDANTS NATIONAUX POUVANT FOURNIR DES PRÉCISIONS SUR LES ÉPREUVES	505
5 EXEMPLE DE MÉTHODE D'ESSAI POUR LE DIMENSIONNEMENT DES DISPOSITIFS DE DÉCOMPRESSION	507
6 PROCÉDURES DE PRÉSÉLECTION	513
7 ÉPREUVES DES COMPOSITIONS ÉCLAIR.....	519
8 DESCRIPTEURS DE RÉACTIONS.....	531
9 ÉPREUVE BALISTIQUE DE PROJECTION D'ÉNERGIE POUR LES CARTOUCHES POUR ARMES DE PETIT CALIBRE (NUMERO ONU 0012).....	535
10 ÉPREUVES DE STABILITÉ POUR LES MÉLANGES DE NITROCELLULOSE.....	537
11 SYNTHÈSE DES RÉSULTATS DE CLASSIFICATION POUR LA NITROCELLULOSE INDUSTRIELLE AUX FINS DE LA DISTRIBUTION ET DE L'UTILISATION CONFORMÉMENT AU CHAPITRE 2.17 DU SGH, QUI PEUVENT ÊTRE APPLIQUÉES AUX PRODUITS À BASE DE NITROCELLULOSE INDUSTRIELLE	545

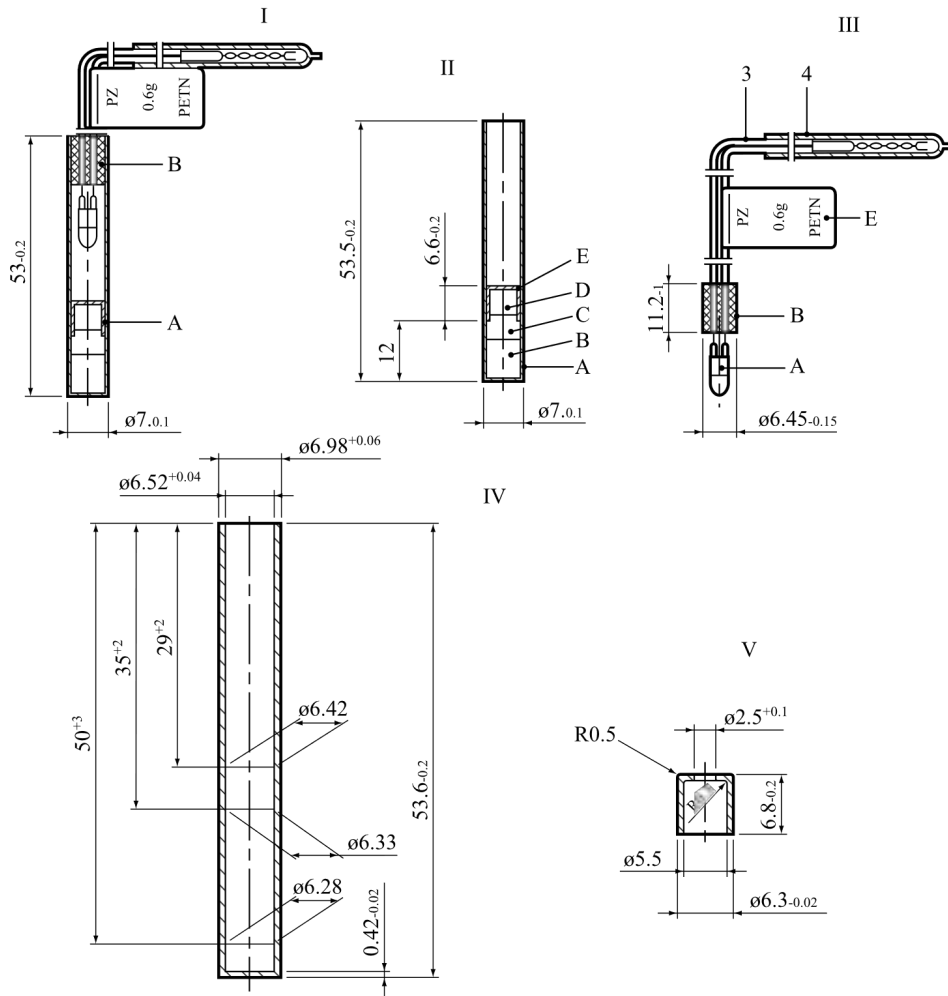
APPENDICE 1

CARACTÉRISTIQUES DES DÉTONATEURS NORMALISÉS

A1.1 Description du détonateur électrique normalisé à 0,6 g de penthrite

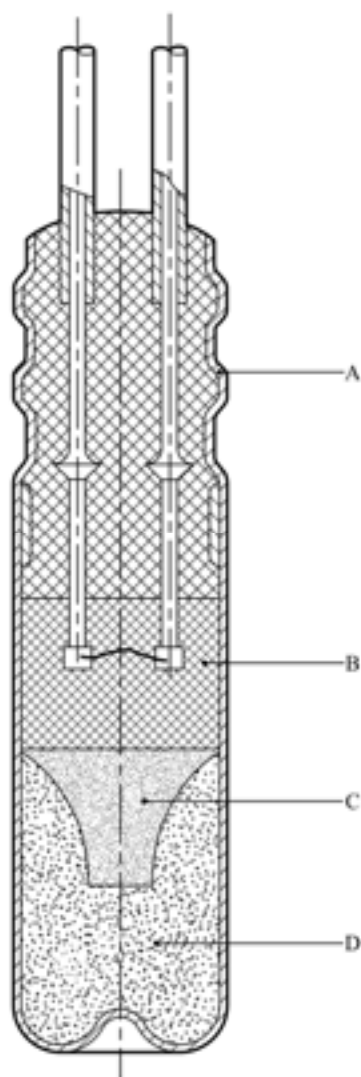
Schéma No	Elément	Pièce	Description	Remarques
I	A	Détonateur		
	B	Tête d'amorce	À protéger des compressions. Quantité recommandée de matières pyrotechniques formant la perle inflammable : 20 à 50 mg.	Exemple : Tête d'amorce électrique Fa. DNAG, Allemagne, T 10 - U - avec revêtement d'aluminium
II	A	Étui	Étui tubulaire étiré en cuivre pur (5 % de zinc) ou autre alliage dont la composition soit comprise entre celle de l'alliage ci-dessus et le cuivre pur. La figure montre les dimensions de l'étui. En cas de besoin, les étuis utilisés pour les détonateurs normalisés seront choisis par contrôle des dimensions exactes de chaque étui.	
	B	a) Charge secondaire	Charge de base 0,40 g ($\pm 0,01$ g) de penthrite ; comprimée sous 440 bar.	La penthrite peut contenir jusqu'à 0,5 % de matière carbonée pour éviter la formation de charges électrostatiques lors de la manipulation et améliorer les caractéristiques d'écoulement.
	C		Charge intermédiaire 0,20 g ($\pm 0,01$ g) de penthrite ; comprimée sous 20 bar.	Hauteur totale de la charge secondaire : 12,3 mm ($\pm 0,6$ mm)
	D	Charge primaire (d'amorçage)	La matière et sa quantité peuvent être choisies librement. Toutefois il faut utiliser au moins le double de la quantité minimale nécessaire pour l'amorçage. Le bilan total en oxygène de la charge primaire plus charge secondaire ne doit pas être plus négatif que - 9,5 % de O ₂ .	Exemple : 0,30 \pm 0,01 g d'azoture de plomb dextriné pur à 88 %, comprimé sous 440 bar.
	E	Opercule (percé)	-	Un opercule percé n'est pas exigé. Il n'est pas admis de presser la charge primaire sur une partie fortement comprimée de la charge secondaire.
III	A	Tête d'amorce	-	Exemple : Tête d'amorce électrique Fa. DNAG, Allemagne T 10 - U - avec revêtement d'aluminium
	B	Bouchon	-	Pas de dispositions particulières. Il doit cependant offrir un joint absolument étanche (pour éviter la formation d'azoture cuivreux et assurer la puissance d'amorçage voulue). Le modèle courant du commerce donne satisfaction.
	C	Fil	-	Au choix, à condition de tenir compte des risques électriques (électricité statique, courants vagabonds). Toutefois, l'emploi d'une gaine isolante en plastique, à l'intérieur du tube du détonateur, n'est pas admis.
	D	Tube de court-circuit	Tube en plastique	
	E	Étiquette		

Figure A1.1 : Détonateur normalisé (Européen)



I.	Détonateur électrique (détonateur normalisé)	II.	Détonateur (détonateur normalisé)
III.	Tête d'amorce	IV.	Étui
V.	Coupelle		
(A)	Détonateur	(B)	Tête d'amorce
(C)	Charge intermédiaire	(D)	Charge primaire d'amorçage
(E)	Coupelle		

Figure A1.2 : Détonateur No 8 (États-Unis d'Amérique)



-
- (A) Étui en aluminium (objet - alliage d'aluminium 5052; longueur : 31,8 mm; diamètre extérieur : 7,06 mm; épaisseur : 0,19 mm)
 - (B) Filament et charge d'allumage
 - (C) Charge d'amorçage, 0,195 g d'azoture de plomb dextriné
 - (D) Charge de base : $0,447 \pm 0,019$ g de penthrite comprimée sous 28 MPa
-

APPENDICE 2

MÉTHODE BRUCETON ET ESSAI DE COMPARAISON DES ÉCHANTILLONS

A2.1 Méthode Bruceton

Introduction : La méthode Bruceton sert à déterminer le niveau d'action auquel la possibilité d'obtenir un résultat positif est de 50 %.

Mode opératoire : La méthode consiste à appliquer différents niveaux d'action et à déterminer la présence ou l'absence d'une réaction positive. Dans l'exécution des essais on se concentre autour de la région critique en diminuant l'action d'un niveau lors de l'essai suivant en cas de résultat positif en accroissant celle-ci d'un niveau en cas de résultat négatif. On exécute généralement environ 5 essais préliminaires pour déterminer le niveau de départ dans la région droite approximativement, et ensuite au moins 25 essais pour fournir les données nécessaires aux calculs.

Calcul des résultats : Pour déterminer le niveau où la probabilité d'obtenir un résultat positif est de 50 % (H_{50}), ne sont pris en compte que les résultats positifs (+) ou que les résultats négatifs (-), en retenant ceux qui cumulent le total le moins élevé. Si les totaux sont égaux, on choisit indifféremment les uns ou les autres. Les résultats sont reportés dans un premier tableau (comme dans le tableau A2.1 par exemple) et ensuite groupés dans un deuxième tableau, comme le montre le tableau A2.2. La première colonne du tableau A2.2 indique les hauteurs de chute, en ordre croissant, en commençant par le niveau le plus bas pour lequel un résultat d'épreuves est relevé. Dans la deuxième colonne, i correspond au nombre d'intervalles égaux cumulés depuis la base ou le niveau zéro. La troisième colonne indique le nombre de résultats positifs ($n(+)$) ou négatifs ($n(-)$) pour chaque hauteur de chute. La quatrième colonne donne le produit de i par n et la cinquième colonne le produit du carré de i par n . La relation suivante donne la moyenne :

$$H_{50} = c + d \times \left(\frac{A}{N_s} \pm 0,5 \right)$$

où $N_s = \sum n_i$, $A = \sum (i \times n_i)$, c = hauteur de chute la plus basse, d = intervalle entre les chutes.

Si l'on utilise les résultats négatifs, le signe entre crochets est positif ; il est négatif si l'on utilise les résultats positifs.

L'écart type, s , est tiré de la formule suivante :

$$s = 1,62 \times d \times \left(\frac{N_s \times B - A^2}{N_s^2} + 0,029 \right)$$

où $B = \sum (i^2 \times n_i)$.

Exemple de résultats : Si l'on utilise les données du tableau A2.2, hauteur de chute la plus basse, 10 cm, intervalle entre les chutes, 5 cm, somme de $i.n$ (-) 16, somme de $i^2.n$ (-) 30 et somme de n (-) 12; la hauteur moyenne est la suivante :

$$H_{50} = 10 + 5 \times \left(\frac{16}{12} + 0,5 \right) = 19,2 \text{ cm}$$

L'écart type étant :

$$s = 1,62 \times 5 \times \left(\frac{12 \times 30 - 16^2}{12^2} + 0,029 \right) = 6,1$$

Source : W.J. Dixon et F.V. Massey, Jr., "Introduction to Statistical Analysis", McGraw-Hill Book Co., Toronto, 1969.

Tableau A2.1 : Données enregistrées

Hauteur de largage (cm)	RÉSULTATS CONSIGNÉS																									FRÉQUENCE		
	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	

Tableau A2.2 : Résumé des données

Hauteur (cm)	CALCULS AU MOYEN DES RÉSULTATS NÉGATIFS			
	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
TOTAUX		N _s = 12	A = 16	B = 30

A2.2 Essai de comparaison des échantillons

Introduction : Cette technique peut s'appliquer à toute épreuve faisant appel à la méthode Bruceton. L'essai de comparaison des échantillons est une opération non-paramétrique visant à donner un degré de confiance plus élevé pour différence de sensibilité quand les valeurs moyennes fournies par la méthode Bruceton sont proches les unes des autres.

Mode opératoire : Des échantillons d'une matière explosive A sont éprouvés en suivant une méthode Bruceton normale, mais ensuite ils sont mis à l'essai en alternance avec des échantillons de l'explosif B. Toutefois, au lieu de suivre le programme ascendant et descendant, chaque échantillon de l'explosif B est soumis au même niveau d'action que dans l'essai immédiatement précédent effectué sur l'échantillon A. Ainsi, au fur et à mesure que l'épreuve progresse, à chaque niveau d'action on exécute un essai avec l'échantillon A et un autre avec l'échantillon B. Si l'un et l'autre réagissent ou, au contraire, ne réagissent pas, on ne tient pas compte du résultat pour l'évaluation. On ne retient que les paires de résultats qui ont fourni des réponses différentes.

Calcul des résultats : Si l'on a n paires de résultats ayant fourni différentes réponses et si x est le nombre de réactions positives de l'échantillon le moins sensible de ces paires, c'est-à-dire si $x < (n - x)$, le degré de confiance, $K\%$, indiquant que cet échantillon est réellement moins sensible, est calculé en utilisant la statistique bernoullienne. K peut être estimé par la relation :

$$K = 100 \times \left(1 - 2^{-n} \times \left(\sum_{i=0}^x \frac{n!}{i! \times (n-i)!} \right) \right)$$

Le tableau ci-dessous donne différentes valeurs caractéristiques de K pour une série de valeurs de x et n .

$x \backslash n$	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

En l'absence de différences effectives entre deux échantillons, la proportion de cas où les paires de résultats sont les mêmes augmente alors que $(n - 2x)$ ne présente pas une tendance générale à s'accroître à mesure que l'épreuve progresse.

Exemples de résultats : L'octogène mélangé avec 0,01 % de poussière atmosphérique ayant une granulométrie de 45-63 µm, comparé avec l'octogène sans poussière, a donné une valeur de $x = 3$ pour $n = 13$, indiquant pour le premier une sensibilité supérieure au niveau de confiance de :

$$K = 100 \times \left(1 - 2^{-13} \times \left(\sum_{i=0}^3 \frac{13!}{i! \times (13-i)!} \right) \right)$$

$$= 100 \times \left(1 - \frac{1 + 13 + 78 + 286}{8192} \right) = 95,4\%$$

La comparaison d'un échantillon suspect d'octogène broyé avec un échantillon normal a donné $x = 6$, pour $n = 11$, indiquant une sensibilité plus élevée du premier, au niveau de confiance :

$$K = 100 \times \left(1 - 2^{-11} \times \left(\sum_{i=0}^6 \frac{11!}{i! \times (11-i)!} \right) \right)$$

$$= 100 \times \left(1 - \frac{1 + 11 + 55 + 165 + 330 + 462 + 462}{2048} \right) = 27,4\%$$

ne présentant pas d'indice d'anormalité pour l'échantillon suspect.

NOTA : Le moyen le plus simple d'estimer K est l'équation $K = 100 \times \{0,5 + G(z)\}$, où $G(z)$ est la surface gaussienne entre l'ordonnée centrale et l'ordonnée à l'abscisse z , où $z = n^{0,5} - (2x + 1)n^{0,5}$. Pour $n = 13$ et $x = 3$, $z = 1,6641$, $G(z) = 0,452$ et $K = 95,2\%$.

Source : J.J. Scullion, Journal of Applied Chemistry and Biotechnology, 1975, 25, p. 503 à 508.

APPENDICE 3

CAVITATION DES ÉCHANTILLONS

A3.1 Méthode allemande

Lorsqu'un liquide doit être éprouvé à l'état cavité, la cavitation peut être obtenue en faisant traverser cette matière par un courant constant de bulles de gaz. La méthode est modifiée (voir figure A3.1) comme suit :

Le fond du tube (allongé de 100 mm) est fermé par un bouchon fileté et une garniture de PTFE, au lieu de la plaque soudée habituelle. Un court tube d'acier d'environ 5 mm de diamètre intérieur est soudé dans un orifice central pratiqué dans ce bouchon. Un filtre de verre poreux est attaché à l'extrémité intérieure du tube grâce à un tuyau de plastique souple, de façon à le centrer et le positionner aussi près que possible du fond du bouchon. Le disque poreux doit avoir un diamètre d'au moins 35 mm et une dimension de pore entre 10 et 16 μm (porosité 4). Le débit d'air, d'oxygène ou d'azote doit être de 28 ± 5 litres par heure. Pour éviter les accumulations de pression, quatre orifices supplémentaires de diamètre 10 mm doivent être percés dans le bouchon supérieur.

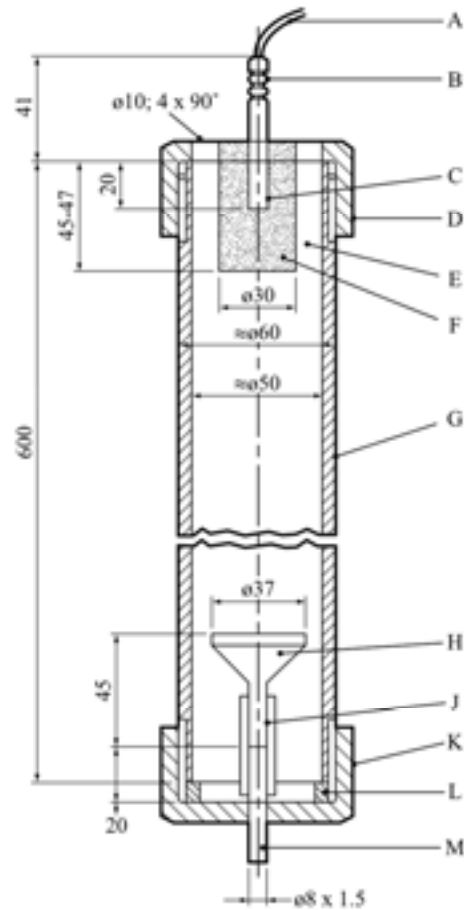
A3.2 Méthode des États-Unis

L'appareillage pour l'épreuve de détonation de liquides avec cavitation est la même que pour les solides et les liquides non cavités, si ce n'est qu'il comprend un dispositif permettant d'injecter des bulles dans le liquide. Un exemple de montage expérimental est indiqué à la figure A3.2. Les bulles sont injectées au moyen d'une boucle de 23,5 mm de diamètre, placée au fond de l'échantillon, en tuyau plastique de vinyle du type utilisé pour les cathéters médicaux, d'un diamètre extérieur de 1,8 mm et d'une épaisseur de paroi de 0,4 mm. Cette boucle est perforée de deux rangées de trous diamétralement opposés, les trous de chaque rangée étant espacés de 3,2 mm. Pour obtenir ces trous, on perce la paroi du tuyau avec une aiguille de 1,3 mm. Du fait de l'élasticité de la paroi, les trous se referment presque complètement lorsque l'aiguille est retirée, si bien que leur diamètre réel est très inférieur à 1 mm. Ce tube est fermé à une extrémité de la boucle avec de la colle époxyde, à l'autre extrémité de la boucle, il se prolonge vers l'extérieur, jusqu'à la source d'air, en passant par un trou dans la paroi du tube en acier, rendu étanche avec de la colle époxyde. L'air arrive sous une pression de 30 à 100 kPa, ce qui donne un débit de 1,2 litre/min.

A3.3 Méthode française

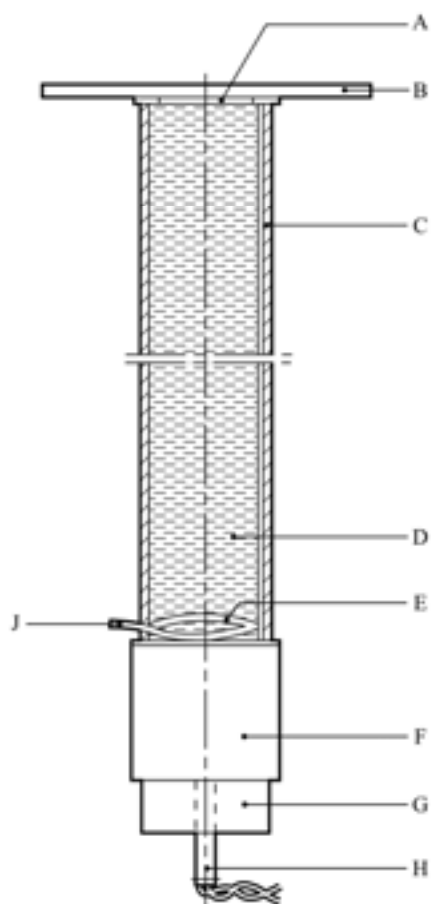
Cette méthode utilise des microsphères creuses, utilisées ordinairement pour sensibiliser les explosifs en émulsion ; elles peuvent être par exemple en verre borosilicaté à la chaux soudée, aux caractéristiques suivantes : masse volumique apparente 0,15, diamètre moyen 50 μm , diamètre maximal 200 μm , avec 25 % d'entre elles d'un diamètre inférieur à 30 μm . Méthode applicable aux liquides et aux matières pâteuses. Les microsphères creuses sont utilisées, additionnées en cas de besoin d'une petite quantité de dispersant compatible avec la matière à éprouver, à raison de 500 mg par litre d'échantillon. Avant d'être introduit dans le tube de mise à feu, le mélange est agité jusqu'à ce qu'il forme une dispersion stable et homogène.

Figure A3.1 : Méthode allemande de cavitation



(A)	Fils de plomb	(B)	Allumeur électrique
(C)	Détonateur	(D)	Bouchon fileté en fonte malléable
(E)	Matière à éprouver	(F)	Relais d'hexocire (95/5)
(G)	Tube d'acier à la norme DIN 2441, matériau St 37 à la norme DIN 1629	(H)	Filtre de verre poreux
(J)	Tube souple en plastique	(K)	Bouchon fileté en acier St 35
(L)	Joint en PTFE	(M)	Petit tube en acier

Figure A3.2 : Méthode de cavitation, Etats-Unis



(A)	Entretoises	(B)	Plaque témoin
(C)	Tube en acier	(D)	Matière éprouvée
(E)	Barboteur	(F)	Pastille de pentolite
(G)	Porte-détonateur	(H)	Détonateur
(J)	Air		

APPENDICE 4**CORRESPONDANTS NATIONAUX POUVANT FOURNIR
DES PRÉCISIONS SUR LES ÉPREUVES**

Pays	Code	Adresse
ALLEMAGNE	D	Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung Abteilung 2 Unter den Eichen 87 D - Berlin 12205 Allemagne
CANADA	C	Laboratoire canadien de recherche sur les explosifs Département de l'énergie, des mines et des ressources Complexe CANMET, Bells Corners Ontario, Canada K1A 0G1
ESPAGNE	E	Laboratorio Oficial J. M. Madariaga (LOM) Erik Kandel, 1 (Tecnogetafe) E-28906 Getafe (Madrid) Espagne
ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE	USA	Associate Administrator for Hazardous Materials Safety Pipeline and Hazardous Materials Safety Administration US Department of Transportation 1200 New Jersey Avenue, SE États-Unis, D.C. 20590
FÉDÉRATION DE RUSSIE	RUS	The State Committee of the Russian Federation on Defensive Branches of Industry Central Scientific and Design Bureau 20 Goncharnaya Street Moscow, 109240 Fédération de Russie
FRANCE	F	INERIS/ CERT Parc technologique ALATA B.P.2 60550 Verneuil-en-Halatte France
JAPON	J	Physical & Chemical Analysis Center Nippon Kaiji Kentei Kyokai (NKKK) 1-14-2 Sachiura, Kanazawa-ku Yokohama 236-0003 Japon
PAYS-BAS	NL	TNO P.O. Box 45 2280 AA Rijswijk Pays-Bas
POLOGNE	PL	Institute of Industrial Organic Chemistry Laboratory of Dangerous Properties of Materials 6, Annopol Street 03 - 236 Warsaw Pologne

**CORRESPONDANTS NATIONAUX POUVANT FOURNIR
DES PRÉCISIONS SUR LES ÉPREUVES (suite)**

Pays	Code	Adresse
ROYAUME-UNI	GB	HSE, Health and Safety Laboratory Harpur Hill, Buxton Derbyshire SK17 9JN Royaume-Uni
SUÈDE	S	Swedish Civil Contingencies Agency Section for the Safe Handling of Hazardous Substances S-651 81 Karlstad Suède Suède
SUISSE	CH	Inspection fédérale des marchandises dangereuses Richtistrasse 15 CH-8304 Wallisellen Suisse

APPENDICE 5

EXEMPLE DE MÉTHODE D'ESSAI POUR LE DIMENSIONNEMENT DES DISPOSITIFS DE DÉCOMPRESSION

A5.1 Introduction

L'objet de cette méthode d'essai pour le dimensionnement des dispositifs de décompression, présentée à titre d'exemple, est de déterminer la capacité que doivent avoir les dispositifs de décompression d'urgence dont doit être équipé un GRV affecté ou une citerne affectée au transport d'un peroxyde organique du type F ou d'une matière autoréactive du type F donné(e) ou de préparations à base de ceux-ci. La méthode est fondée sur des données expérimentales qui indiquent que, pour les préparations de peroxydes organiques ou de matières autoréactives, le rapport de la section minimale des dispositifs de décompression d'urgence à la capacité du GRV ou de la citerne est constant et peut être déterminé en utilisant une citerne à échelle réduite de 10 litres de capacité. Lors des essais, la citerne à échelle réduite est chauffée à une température représentative d'une immersion totale d'une citerne dans les flammes ou, dans le cas des GRV ou des citernes à isolation thermique, du transfert thermique à travers l'isolation qui en résulterait avec l'hypothèse d'une perte d'isolation sur 1 % de la surface (voir 4.2.1.13.8 et 4.2.1.13.9 du Règlement type). D'autres méthodes peuvent être utilisées à condition qu'elles reposent sur le principe d'un dimensionnement approprié des dispositifs de décompression d'urgence d'un GRV ou d'une citerne permettant le dégagement de tous les produits résultant d'une décomposition auto-accelérée ou d'une immersion totale de la citerne dans les flammes pour une durée d'au moins une heure.

Attention : *La présente méthode ne tient pas compte de la possibilité d'amorçage d'une déflagration. Si cette possibilité existe, en particulier si l'amorçage dans la phase vapeur peut se propager à la phase liquide, l'on doit exécuter des essais qui tiennent compte de cette éventualité.*

A5.2 Appareillage et matériels

La citerne à échelle réduite est constituée par un réservoir type en acier inoxydable d'un volume brut de 10 l. La partie supérieure de la citerne comporte soit un orifice d'1 mm de diamètre simulant la soupape de décompression du GRV ou de la citerne, soit une soupape de décompression réelle dont le diamètre est déterminé par réduction proportionnelle sur la base du rapport de la section de l'évent au volume de la citerne. Un second orifice représente l'orifice de dégagement d'urgence ; il est fermé par un disque de rupture. On peut donner à cet orifice un diamètre variable en utilisant des disques à lumière de différents diamètres. La pression d'éclatement des disques à installer sur le réservoir de 10 l doit être égale à la pression maximale d'éclatement des disques de rupture devant être installés sur le GRV ou la citerne. Cette pression doit être inférieure à la pression d'épreuve de la citerne en question. Normalement, la pression d'éclatement est fixée à une valeur telle que le disque puisse supporter les pressions rencontrées dans les conditions normales d'exploitation : pression hydrostatique du liquide en cas de retournement de la citerne, débordement du contenu, etc. Le réservoir de 10 l doit être muni d'un disque de rupture ayant une pression de tarage de l'ordre de celle du ou des disques équipant la citerne ou le GRV. Pour des raisons de sécurité, il est recommandé de munir le réservoir d'essai d'un disque de rupture supplémentaire (pression d'éclatement d'environ 80 % de la pression de calcul d'un réservoir d'essai de 10 l) avec une grande ouverture permettant un dégagement d'urgence supplémentaire pour le réservoir d'essai au cas où le diamètre de l'orifice choisi serait trop petit.

La surface extérieure du réservoir d'essai est munie, au-dessous du niveau du liquide, d'un enroulement chauffant électrique ou de cartouches chauffantes reliés à une alimentation. Les contenus des réservoirs doivent être chauffés, l'intensité du chauffage étant constante et indépendante de la chaleur produite par le peroxyde organique ou par la matière autoréactive. La résistance de l'enroulement chauffant doit être choisie en fonction de la puissance de l'alimentation disponible de manière à assurer que la vitesse d'échauffement déterminée par le calcul (voir section 3) puisse être atteinte. Tout le réservoir est calorifugé avec de la laine de roche, du verre cellulaire ou des fibres céramiques.

La température à l'intérieur de la citerne est mesurée au moyen de trois thermocouples dont deux situés dans la phase liquide (en haut et en bas de la phase liquide) et un dans la phase gazeuse. Les deux

thermocouples dans la phase liquide servent à vérifier l'homogénéité de l'échauffement. La pression est enregistrée au moyen d'un ou de plusieurs capteurs de pression permettant d'enregistrer aussi bien les variations lentes que les variations rapides (au moins 1 000 points/s) de la pression. Des exemples de réservoir type sont donnés schématiquement à la figure A5.1. Des informations supplémentaires peuvent être obtenues si la citerne est montée sur un plateau conçu pour recueillir toute matière liquide ou solide éjectée.

Les essais doivent être exécutés sur un site d'essai avec une zone de sécurité appropriée. Ils peuvent aussi être exécutés dans un abri bétonné qui doit être muni d'ouvertures permettant l'aération et le dégagement des gaz afin d'éviter une montée en pression à l'intérieur de l'abri. L'équipement électrique dans cet abri doit être antidéflagrant afin de minimiser tout risque d'inflammation. ***Cependant, les essais doivent être effectués en partant de l'hypothèse que les produits de la décomposition s'enflammeront.***

A5.3 Calcul de la vitesse d'échauffement à utiliser pour l'essai

Si le GRV ou la citerne ne sont pas thermiquement isolés, la densité de flux thermique du réservoir doit être celle définie au paragraphe 4.2.1.13.8 du Règlement type. Si le GRV ou la citerne sont thermiquement isolés, le Règlement type stipule que la densité de flux thermique du réservoir doit être équivalente au transfert de flux thermique à travers l'isolant plus la densité du flux thermique du réservoir en tenant compte d'une perte complète de l'isolation sur 1 % de la surface du réservoir.

Les renseignements ci-dessous concernant le GRV ou la citerne et le peroxyde organique ou la matière autoréactive sont nécessaires au calcul de la vitesse d'échauffement :

F_r	= Partie de la citerne directement chauffée (1 si elle n'est pas isolée et 0,01 si elle est isolée)	[-]
M_t	= Masse totale de peroxyde organique ou de matière autoréactive et de diluant	[kg]
K	= Conductivité thermique de la couche d'isolant	[W.m ⁻¹ .K ⁻¹]
L	= Épaisseur de la couche d'isolant	[m]
U	= K/L = Coefficient de transfert thermique	[W.m ⁻² .K ⁻¹]
A	= Surface mouillée du GRV ou de la citerne	[m ²]
C_p	= Chaleur spécifique de la préparation de peroxyde organique ou de matière autoréactive	[J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]
T_{po}	= Température de la préparation de peroxyde ou de matière autoréactive au moment de la décompression	[K]
q_i	= Apport indirect de chaleur	[W]
q_d	= Apport direct de chaleur	[W]
F	= Facteur d'isolation	[-]

L'apport de chaleur q_i , (W), par l'intermédiaire de la surface indirectement exposée (partie isolée), est obtenu au moyen des équations (1) et (2) :

$$q_i = 70961 \times F \times [(1 - F_r) \times A]^{0.82} \quad (1)$$

où: F = Facteur d'isolation ;

$F = 1$ Pour les réservoirs non isolés ; ou

$$F = 2 \times \frac{U(923 - T_{po})}{47032} \quad \text{pour les réservoirs isolés} \quad (2)$$

Dans le calcul de F , on introduit un coefficient multiplicateur de 2 pour tenir compte d'une perte d'efficacité de l'isolation de 50 % en cas d'accident.

L'apport de chaleur q_d (W), par l'intermédiaire de la surface exposée directement (partie non isolée), se calcule au moyen de l'équation (3) :

$$q_d = 70961 \times F \times [F_r \times A]^{0.82} \quad (3)$$

où: F = Facteur d'isolation = 1 (récipient non isolé)

La vitesse d'échauffement globale dT/dt (en K/min) résultant de l'immersion de la citerne dans les flammes s'obtient au moyen de l'équation (4) :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{(q_i + q_d)}{M_t C_p} 60 \quad (4)$$

Exemple 1 : citerne isolée

Pour une citerne isolée de 20 m³ :

F _r	=	Partie de la citerne directement chauffée	=	0,01
M _t	=	Masse totale de peroxyde organique et de diluant	=	16 268 kg
K	=	Conductivité thermique de la couche d'isolant	=	0,031 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
L	=	Épaisseur de la couche d'isolant	=	0,075 m
U	=	K/L = coefficient de transfert thermique	=	0,4 W.m ⁻² .K ⁻¹
A	=	Surface mouillée de la citerne	=	40 m ²
C _p	=	Chaleur spécifique de la préparation de peroxyde organique	=	2 000 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
T _{po}	=	Température du peroxyde au moment de la décompression	=	100 °C

et

$$q_i = 70961 \times 2 \times \frac{0,4 \times (923 - 373)}{47032} \times [(1 - 0,01) \times 40]^{0.82} = 13558 \text{ W}$$

$$q_d = 70961 \times 1 \times [0,01 \times 40]^{0.82} = 33474 \text{ W}$$

$$\frac{dT}{dt} = \frac{(13558 + 33474)}{16268 \times 2000} \times 60 = 0,086 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$$

Exemple 2 : GRV non isolé

Pour un GRV non isolé en acier de 1,2 m³ (apport direct de chaleur q_d, seulement) :

F _r	=	Partie de la citerne directement chauffée	=	1
M _t	=	Masse totale de peroxyde organique et de diluant	=	1 012 kg
A	=	Surface mouillée du GRV	=	5,04 m ²
C _p	=	Chaleur spécifique de la préparation de peroxyde organique	=	2 190 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹

et

$$q_d = 70961 \times 1 \times [1 \times 5,04]^{0.82} = 267308 \text{ W}$$

$$q_i = 0$$

$$\frac{dT}{dt} = \frac{(0 + 267308)}{1012 \times 2190} \times 60 = 7,2 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$$

A5.4 Mode opératoire

On remplit le réservoir d'essai de la quantité de peroxyde organique ou de matière autoréactive nécessaire pour obtenir le même degré de remplissage (en pourcentage du volume du réservoir) que celui prévu

pour la citerne (taux de remplissage maximal : 90 % en volume). Puis, on met en place le disque à lumière¹ et le disque de rupture requis. Il, par exemple, est d'usage d'installer quatre disques de rupture de 250 mm de diamètre sur une citerne de 20 tonnes, ce qui se traduit, pour le réservoir d'essai, par un orifice d'un diamètre de 11 mm.

Le réservoir est chauffé à la vitesse voulue au moyen de l'enroulement chauffant. On peut d'abord utiliser une vitesse d'échauffement supérieure à celle déterminée par calcul, jusqu'à ce que l'on atteigne une température de 5 °C supérieure à la température de décomposition auto-accélérée (pour un colis de 50 kg) du peroxyde organique ou de la matière autoréactive. Une fois cette température atteinte, on doit utiliser la vitesse d'échauffement déterminée par calcul. La température et la pression dans le réservoir sont enregistrées pendant tout l'essai. Après éclatement du disque de rupture, on doit poursuivre le chauffage pendant environ 30 minutes supplémentaires afin d'être sûr que tous les effets dangereux ont été mesurés. ***On doit rester à distance du réservoir pendant et après l'exécution de l'essai et ne pas s'en approcher avant refroidissement du contenu.***

On fait varier le diamètre d'orifice (si nécessaire) jusqu'à ce que l'on ait déterminé une ouverture convenable pour laquelle la pression maximale enregistrée ne dépasse pas la pression mentionnée à la section 5 intitulée « Critères d'essai et méthodes d'évaluation des résultats ». La dimension retenue doit être en rapport avec les options disponibles en pratique sur la citerne, c'est-à-dire des dimensions d'évent plus grandes ou davantage d'évents. Si nécessaire, la concentration du peroxyde organique ou des matières autoréactives peut être diminuée. L'essai doit être exécuté deux fois au niveau pour lequel la surface totale d'évent a une capacité suffisante.

A5.5 Critères d'essai et méthode d'évaluation des résultats

La surface minimale ou appropriée (s'il est acceptable d'utiliser une dimension des orifices de dégagement supérieure à la dimension minimale) des orifices de dégagement d'un GRV (A_{GRV}) ou d'une citerne ($A_{citerne}$) peut être calculée à partir de la surface minimale ou appropriée de l'orifice de dégagement qui a été éprouvée au cours de l'essai du réservoir de 10 litres, pour lequel la pression maximale pendant la décompression est :

- a) Pour les citernes, inférieure ou égale à la pression d'épreuve de la citerne (conformément au 4.2.1.13.4 du Règlement type, la citerne sera conçue pour une pression d'épreuve d'au moins 0,4 MPa),
 - b) Pour les GRV, inférieure ou égale à la pression manométrique de 200 kPa, lorsqu'elle est mesurée conformément au 6.5.6.8.4 du Règlement type, ou supérieure à cette pression, sous réserve d'agrément par l'autorité compétente,
- et les volumes ceux du réservoir type et du GRV ou de la citerne.

La surface totale minimale des orifices de dégagement d'un GRV ou d'une citerne est donnée par les formules suivantes :

$$\text{Pour les GRV : } A_{GRV} = V_{GRV} \times \left(\frac{A_{\text{réservoir d'essai}}}{V_{\text{réservoir d'essai}}} \right)$$

$$\text{Pour les citernes : } A_{citerne} = V_{citerne} \times \left(\frac{A_{\text{réservoir d'essai}}}{V_{\text{réservoir d'essai}}} \right)$$

où :

¹ Il est recommandé d'effectuer des essais à petite échelle (100-200 ml) ou des essais en utilisant un réservoir très résistant (pressions de plus de 100 bar) avant d'exécuter l'essai sur le réservoir de 10 litres afin d'obtenir des informations sur l'effet de pression maximum exercé par la matière à l'essai et sur le diamètre de l'orifice qu'il faut prévoir pour le premier essai à l'échelle du réservoir de 10 l.

$A_{\text{réservoir d'essai}}$	=	Surface des orifices de dégagement d'un réservoir type de 10 l	=	$[\text{m}^2]$
A_{GRV}	=	Surface des orifices de dégagement d'un GRV	=	$[\text{m}^2]$
A_{citerne}	=	Surface des orifices de dégagement d'une citerne	=	$[\text{m}^2]$
$V_{\text{réservoir d'essai}}$	=	Volume d'un réservoir type de 10 l	=	$[\text{m}^3]$
V_{GRV}	=	Volume d'un GRV	=	$[\text{m}^3]$
V_{citerne}	=	Volume d'une citerne	=	$[\text{m}^3]$

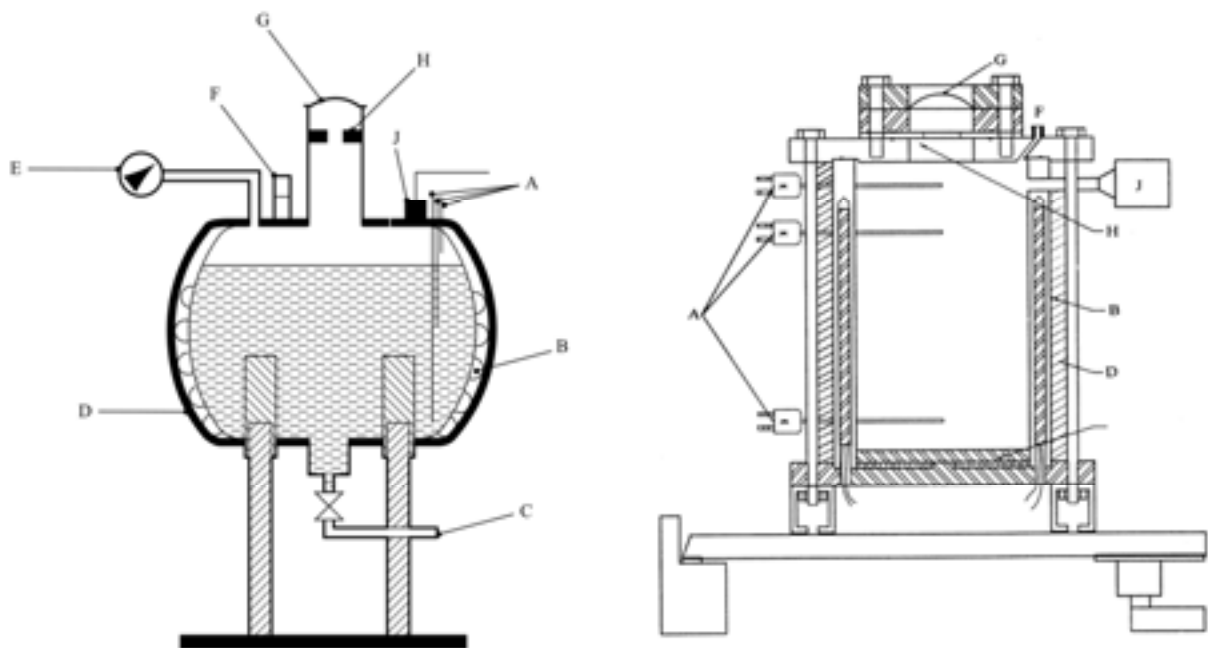
Exemple :

Pour un peroxyde organique type dans une citerne calorifugée de 20 m³:

$A_{\text{réservoir d'essai}}$	=	Surface minimale appropriée trouvée par l'essai	=	$9,5 \times 10^{-5} \text{ m}^2$
V_{citerne}	=	Volume de la citerne	=	20 m ³
$V_{\text{réservoir d'essai}}$	=	Volume du réservoir d'essai	=	0,01 m ³

$$A_{\text{citerne}} = 20 \times \left(9,5 \times 10^{-5} / 0,01 \right) = 0,19 \text{ m}^2$$

Figure A5.1 : Réservoirs type de 10 l utilisés pour les essais des dispositifs de décompression



-
- (A) Thermocouples (deux dans la phase liquide et un dans la phase vapeur)
 - (B) Enroulement chauffant/cartouche chauffante
 - (C) Conduite de vidange (facultative)
 - (D) Isolation thermique
 - (E) Manomètre (facultatif)
 - (F) Soupape de décompression (facultative)
 - (G) Disque de rupture
 - (H) Disque à lumière
 - (J) Capteur de pression ou soupape de décompression et capteur en T
-

APPENDICE 6

PROCÉDURES DE PRÉSÉLECTION

A6.1 Objet

A6.1.1 Dans l'industrie, des procédures de présélection sont appliquées pour déterminer les risques potentiels des matières premières, des mélanges réactifs, des produits intermédiaires, des produits finals et des sous-produits. Leur utilisation est essentielle du point de vue de la sécurité des activités de recherche et d'essais, mais aussi pour la mise au point de produits et procédés nouveaux présentant le moins de risques possible. La procédure consiste généralement en une combinaison d'évaluations théoriques et d'épreuves à petite échelle, et bien souvent elle permet d'évaluer correctement les risques sans avoir à recourir à des épreuves de classement à pleine échelle. Elle offre donc notamment comme avantages de consommer moins de matières, de causer moins de pollution et d'éviter les épreuves inutiles.

A6.1.2 Le présent appendice donne des exemples de procédures de présélection. Il doit être utilisé parallèlement aux procédures de présélection figurant dans l'introduction de certaines des séries d'épreuves pertinentes. Les résultats que donnent ces procédures permettent de prédire avec une bonne certitude qu'il est inutile d'effectuer une épreuve de classement car elle donnera certainement un résultat négatif. Elles doivent seulement servir de guide et elles ne doivent pas obligatoirement être utilisées. On peut appliquer d'autres procédures à condition qu'elles offrent une corrélation satisfaisante avec les épreuves de classement pour une gamme représentative de matières et une marge de sécurité suffisante.

A6.2 Domaine d'application

A6.2.1 Avant d'être présentées pour la classification, les nouvelles matières devraient faire l'objet d'une évaluation concernant les dangers qu'elles présentent. Dans un premier temps on peut appliquer les procédures de présélection décrites dans le présent appendice. Si celles-ci montrent qu'il existe un danger, on doit alors exécuter la procédure complète de classement.

A6.2.2 Les procédures de présélection sont seulement applicables directement aux matières et aux mélanges qui sont stables et homogènes compte tenu de leur physique (nanomatériaux solides, par exemple). Si un mélange est susceptible de se dissocier, chacun de ses éléments réactifs doit être soumis à la procédure de présélection, outre le mélange lui-même. Certains matériaux potentiellement corrosifs peuvent ne pas être corrosifs à l'état solide, mais peuvent se liquéfier durant les opérations normales d'exploitation. Dans le cas de ces matériaux, il s'agit de faire preuve de bon sens au moment de déterminer s'il est nécessaire de procéder aux opérations d'épreuve et de classement.

A6.2.3 Comme il est dit dans le paragraphe 1.1.2 (section 1 - Introduction générale), l'organisme chargé des épreuves est censé avoir la compétence technique voulue.

A6.3 Procédure de présélection pour les matières susceptibles d'avoir des propriétés explosives

A6.3.1 La procédure de présélection peut être utilisée pour les nouvelles matières qui sont soupçonnées d'avoir des propriétés explosives. Pour les propriétés explosives des matières autoréactives ou des peroxydes organiques, on devra se reporter à la deuxième partie du présent Manuel et à la section 5.1 du présent appendice. La procédure de présélection ne devrait pas être utilisée pour les matières fabriquées dans l'intention d'obtenir un effet pratique explosif ou pyrotechnique.

A6.3.2 Les propriétés explosives sont liées à la présence, dans une molécule, de certains groupes chimiques capables de réagir pour produire de très rapides augmentations de température ou de pression. La procédure de présélection a pour but de détecter la présence de ces groupes réactifs et leur capacité à libérer rapidement de l'énergie. Si la procédure de présélection indique que la matière est une matière potentiellement explosive, il convient d'appliquer la procédure d'acceptation (voir 10.3).

NOTA : Si l'énergie de décomposition exothermique des matières organiques est inférieure à 800 J/g, il n'est nécessaire d'exécuter ni l'épreuve d'amorçage de la détonation de la série 1, type a), ni l'épreuve de sensibilité à l'onde de choc de la série 2, type a). Pour les matières organiques et les mélanges de matières organiques dont l'énergie de décomposition est supérieure ou égale à 800 J/g, il n'est pas nécessaire d'exécuter l'épreuve de la série 1, type a) ni l'épreuve de la série 2, type a) si le résultat de l'épreuve de tir au mortier balistique Mk.III d (épreuve F.1), de l'épreuve du mortier balistique (épreuve F.2) ou de l'épreuve de Trauzl BAM (épreuve F.3) avec amorçage par un détonateur normalisé No 8 (voir appendice 1) est « Réaction nulle ». Dans ce cas, les résultats de l'épreuve de la série 1, type a), et de l'épreuve de la série 2, type a), sont réputés être négatifs (-).

A6.3.3 Il n'est pas nécessaire d'exécuter la procédure d'acceptation pour les matières et objets explosifs si :

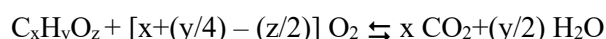
- a) La molécule ne contient aucun groupe chimique possédant des propriétés explosives (des exemples de tels groupes sont donnés dans le tableau A6.1) ; ou

Tableau A6.1 : Exemples de groupes chimiques dont la présence indique des propriétés explosives dans les matières organiques

Structure	Exemples
C-C insaturés	Acétylènes, acétylides, diènes-1,2
C-métal, N-métal	Réactifs de Grignard et composés organiques du lithium
Atomes d'azote contigus	Azides, composés azo-aliphatiques, sels de diazonium, hydrazines et sulfonylhydrazides
Atomes d'oxygène contigus	Peroxydes et ozonides
N-O	Hydroxylamines, nitrates, composés nitrés, composés nitreux, N-oxydes et oxazoles-1,2
N-halogène	Chloramines et fluoramines
O-halogène	Chlorates, perchlorates et composés iodylés

- b) La matière contient des groupes chimiques ayant des propriétés explosives et contenant de l'oxygène, mais le bilan oxygène calculé est inférieur à -200.

Le bilan oxygène s'obtient au moyen de la réaction ci-dessous :



au moyen de la formule :

$$\text{bilan oxygène} = -1600 \times \frac{\left(2x + \frac{y}{2} - z\right)}{\text{poids moléculaire}} ; \text{ ou}$$

- c) Pour la matière organique ou un mélange homogène de matières organiques contenant des groupes chimiques possédant des propriétés explosives :

- i) l'énergie de décomposition exothermique est inférieure à 500 J/g ; ou
 ii) la température initiale de décomposition exothermique est inférieure au moins égale à 500 °C ;

comme indiqué dans le tableau A6.2.

Tableau A6.2 : Décision d'exécuter la procédure d'acceptation dans la classe 1 pour une matière organique ou un mélange homogène de matières organiques

Énergie de décomposition (J/g)	Température initiale de décomposition (°C)	Épreuves ou autre procédure de présélection
< 500	< 500	Non
< 500	≥ 500	Non
≥ 500	< 500	Oui
≥ 500	≥ 500	Non

L'énergie de décomposition exothermique peut être déterminée au moyen d'un procédé calorimétrique approprié (voir 20.3.3.3) ; ou

- d) Pour les mélanges de matières comburantes inorganiques contenant des matières organiques, la concentration de matière comburante inorganique est :
- i) Inférieure à 15 %, en masse, si elle est affectée au groupe d'emballage I/à la catégorie 1 (matières très dangereuses) ou groupe d'emballage II/catégorie 2 (matières moyennement dangereuses) ;
 - ii) Inférieure à 30 %, en masse, si elle est affectée au groupe d'emballage III/à la catégorie 3 (matières faiblement dangereuses).

A6.3.4 Lorsque la matière est un mélange contenant une matière explosive connue, il y a lieu d'exécuter la procédure d'acceptation.

A6.4 Procédure de présélection pour les matières susceptibles d'être des liquides inflammables

A6.4.1 Dans le cas des mélanges¹ contenant des liquides inflammables connus en concentration définie, même s'ils peuvent contenir des composants non volatils tels que polymères ou additifs, il n'est pas nécessaire de déterminer le point d'éclair par des épreuves si le point d'éclair du mélange calculé selon la méthode mentionnée au paragraphe 4.2 est supérieur d'au moins 5 °C² aux critères de classification applicables (23 °C et 60 °C, respectivement) et à condition :

- a) Que la composition du mélange soit connue avec précision (si la matière a une gamme précise de compositions, c'est la composition ayant le point d'éclair calculé le plus bas qui doit être retenue) ;
- b) Que la limite inférieure d'explosivité de chaque composant soit connue (une méthode de corrélation appropriée doit être appliquée pour l'extrapolation de ces données à d'autres températures que les conditions d'épreuve), de même qu'une méthode de calcul de la limite inférieure d'explosivité du mélange ;

¹ À ce jour, la méthode de calcul est validée pour des mélanges contenant jusqu'à six composants volatils. Ces composants peuvent être des liquides inflammables tels que des hydrocarbures, des éthers, des alcools, des esters (à l'exception des acrylates) et de l'eau. En revanche, la méthode n'est pas encore validée pour les mélanges contenant par exemple des composants halogénés, sulfureux et/ou phosphoriques, ainsi que des acrylates réactifs.

² Si le point d'éclair calculé est supérieur de moins de 5 °C aux critères de classification applicables, la méthode de calcul ne peut pas être utilisée et le point d'éclair devrait être déterminé au moyen d'épreuves.

- c) Que la mesure dans laquelle la pression de vapeur saturée et le coefficient d'activité dépendent de la température soit connue pour chaque composant tel qu'il est présent dans le mélange ;
- d) Que la phase liquide soit homogène.

A6.4.2 Gmehling et Rasmussen ont défini une méthode appropriée (Ind. Eng. Chem. Fundament, 21, 186, (1982)). Dans le cas d'un mélange contenant des éléments non volatils, par exemple des polymères ou des additifs, le point d'éclair est à déterminer en fonction du point d'éclair des éléments volatils. On considère qu'un élément non volatil n'abaisse que faiblement la pression partielle des solvants et que le point d'éclair calculé est à peine inférieur à la valeur mesurée.

A6.5 Procédure de présélection pour les matières susceptibles d'être des matières solides inflammables

A6.5.1 *Matières susceptibles d'être des matières autoréactives*

Il n'est pas nécessaire d'exécuter les procédures de classement (voir la section 20.4) des matières autoréactives si :

- a) La molécule ne contient aucun groupe chimique possédant des propriétés explosives ou autoréactives (des exemples de tels groupes sont donnés dans les tableaux A6.1 et A6.3) ; ou

Tableau A6.3 : Exemples de groupes chimiques dont la présence indique des propriétés réactives dans les matières organiques

Structure	Exemples
Groupes mutuellement réactifs	Aminonitriles, haloanilines, sels organiques d'acides oxydants
S=O	Sulfonylhalogénures, sulfonylcyanures, sulfonylhydrazides
P-O	Phosphites
Cycles tendus	Époxydes et aziridines
Insaturés	Oléfines et cyanates

- b) Pour une matière organique ou un mélange homogène de matières organiques, la température de décomposition exothermique (TDAA) estimée est supérieure à 75 °C ou l'énergie de décomposition exothermique est inférieure à 300 J/g. La température initiale et l'énergie de décomposition peuvent être déterminées au moyen d'une analyse calorimétrique (voir 20.3.3.3).

A6.5.2 *Matières pouvant être des matières qui polymérisent*

À condition que la matière concernée ne soit pas prévue pour polymériser, il n'est pas nécessaire d'exécuter la procédure de classement des matières qui polymérisent si :

- a) La structure chimique de la matière ne contient aucune liaison double ou triple ni aucun cycle tendu ;
- b) Malgré la présence de liaisons doubles ou triples ou de cycles tendus, la masse moléculaire $M(\text{CHON})$, en ne comptant que les atomes C, H, O et N, est supérieure à 150 ; ou
- c) Il s'agit d'une matière solide ayant un point de fusion supérieur à 50 °C.

A6.5.3 *Matières susceptibles d'inflammation spontanée*

A6.5.3.1 Il n'est pas nécessaire d'exécuter la procédure de classement des *matières solides et des liquides pyrophoriques* lorsque l'expérience de la production ou de la manutention indique que la matière ne s'enflamme pas spontanément au contact de l'air à des températures normales (c'est-à-dire que la matière est considérée comme stable à la température ambiante pendant de longues durées (plusieurs jours)).

A6.5.3.2 Il n'est pas nécessaire d'exécuter la procédure de classement des *matières auto-échauffantes* si les résultats d'une épreuve de présélection offrent une corrélation satisfaisante avec les résultats d'une épreuve de classement et qu'une marge de sécurité suffisante est appliquée. Comme exemples d'épreuves de présélection on peut citer :

- a) L'épreuve à l'étuve de Grewer (VDI guideline 2263, part 1, 1990, *Test Methods for the Determination of the Safety Characteristics of Dusts*), avec une température initiale de 80 K au-dessus de la température de référence pour un volume de 1 l (33.3.1.6) ;
- b) L'épreuve de présélection dite Bulk Powder Test (poudre en vrac) (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), avec une température initiale de 60 K au-dessus de la température critique pour un volume de 1 l (33.3.1.6).

A6.5.4 *Matières susceptibles de réagir au contact de l'eau en libérant des gaz inflammables (division 4.3)*

Il n'est pas nécessaire d'exécuter la procédure de classement des matières susceptibles de réagir au contact de l'eau en libérant des gaz inflammables si :

- a) La structure chimique de la matière ne contient ni métaux, ni métalloïdes ;
- b) L'expérience de la production ou de la manutention indique que la matière ne réagit pas au contact de l'eau : c'est le cas par exemple si elle est fabriquée dans l'eau ou lavée à l'eau ;
- c) La matière est connue pour être soluble dans l'eau et former un mélange stable.

A6.6 Procédure de présélection pour les matières susceptibles d'être des matières comburantes ou d'être des peroxydes organiques

A6.6.1 *Matières susceptibles d'être des matières comburantes*

A6.6.1.1 Pour les *composés organiques*, il n'est pas nécessaire d'exécuter la procédure de classement des matières comburantes :

- a) Si le composé ne contient ni oxygène, ni fluor, ni chlore ; ou
- b) Si le composé contient de l'oxygène, du fluor ou du chlore et si ces éléments ne sont liés chimiquement qu'au carbone ou à l'hydrogène.

A6.6.1.2 Pour les *matières inorganiques*, il n'est pas nécessaire d'exécuter la procédure d'épreuve de la section 34 si la matière ne contient ni atomes d'oxygène, ni atomes d'halogène.

A6.6.2 *Matières susceptibles d'être des peroxydes organiques*

A6.6.2.1 Les peroxydes organiques sont classés par définition en fonction de leur structure chimique et de leur teneur en oxygène et en peroxyde d'hydrogène (voir 20.2.2).

APPENDICE 7

ÉPREUVES DES COMPOSITIONS ÉCLAIR

A7.1 Épreuve HSL des compositions éclair

A7.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer s'il faut considérer comme étant des compositions éclair les matières pyrotechniques, sous forme de poudre ou en tant que composant pyrotechnique élémentaire, telles que présentées dans les artifices de divertissement, qui sont utilisées dans les cascades, ou pour produire un effet sonore, ou utilisées en tant que charge d'éclatement ou en tant que charge propulsive, aux fins du classement des artifices de divertissement à l'aide du tableau de classification par défaut des artifices de divertissement au 2.1.3.5.5 du Règlement type.

A7.1.2 *Appareillage et matériels*

A7.1.2.1 Le dispositif d'essai (représenté à la figure A7.2) est constitué par une bombe cylindrique en acier de 89 mm de long et 60 mm de diamètre extérieur. La bombe comporte deux plats usinés en des points diamétralement opposés (ce qui réduit sa largeur à cet endroit à 50 mm), ce qui permet de l'immobiliser pour le serrage du bouchon de mise à feu à évidement conique et du bouchon à évent. Elle est alésée intérieurement à 20 mm et comporte aux deux extrémités un chambrage de 19 mm de profondeur taraudé au pas de 1 in. British Standard Pipe (BSP). Une prise de pression est vissée latéralement dans le corps de la bombe à 35 mm d'une extrémité, et à un angle de 90° par rapport aux plats. Elle se visse dans un chambrage de 12 mm de profondeur taraudé au pas de 1/2 in. British Standard Pipe. Un joint en cuivre est utilisé pour assurer l'étanchéité aux gaz. La prise de pression fait saillie latéralement de 55 mm par rapport au corps de la bombe et est percée d'un trou axial de 6 mm. Elle comporte à son extrémité extérieure un chambrage taraudé pour recevoir un capteur de pression du type à diaphragme ; on peut utiliser à cette fin tout dispositif de mesure de pression, à condition qu'il résiste aux gaz chauds et aux produits de décomposition et qu'il puisse répondre à des accroissements de pression de 690 à 2 070 kPa en moins de 1 ms.

A7.1.2.2 L'extrémité de la bombe la plus éloignée du raccord est fermée par un bouchon de mise à feu à évidement conique qui porte deux électrodes, dont l'une est isolée du corps du bouchon et l'autre mise à la masse. L'autre extrémité est fermée par un disque de rupture en laiton ou aluminium de 0,2 mm d'épaisseur (réglé pour une pression de rupture d'environ 2 200 kPa), maintenu en place par un bouchon portant un évent de 20 mm de diamètre. Un joint en plomb mou ou en autre matériau déformable (polyoxyméthylène par exemple) est utilisé avec chaque bouchon pour assurer une bonne étanchéité.

A7.1.2.3 Un porte-bombe spécial (figure A7.8) permet de maintenir la bombe dans la position voulue pendant les essais. Il est constitué par une plaque d'embase en acier doux de 235 mm × 184 mm × 6 mm, sur laquelle est soudé obliquement un tube de section carrée (70 mm × 70 mm × 4 mm) de 185 mm de long. À une extrémité du tube carré, on a enlevé une certaine longueur de métal sur deux faces opposées, ce qui laisse une longueur de 86 mm de tube carré prolongée par deux côtés plats. Les extrémités de ces plats sont coupées à 60° par rapport à l'axe du tube et soudées à la plaque d'embase.

A7.1.2.4 Une encoche de 22 mm de large et de 46 mm de profondeur est découpée sur un côté en haut du tube carré, de telle manière que lorsque la bombe est posée dans le support, bouchon de mise à feu vers le bas, le raccord de prise de pression vienne s'y loger. Une entretoise en acier de 30 mm de large et 6 mm d'épaisseur est soudée sur la paroi intérieure du tube du côté orienté vers le bas. Deux trous taraudés dans le côté opposé reçoivent des vis à molettes de 7 mm, qui servent à fixer la bombe. Deux rebords en acier de 12 mm de large et de 6 mm d'épaisseur soudés sur les flancs du support à la base de la section carrée soutiennent la bombe par le fond.

A7.1.2.5 Le dispositif d'inflammation comprend une tête d'amorce électrique Vulcan, avec fils en plomb, du type couramment utilisé pour enflammer les matières pyrotechniques. D'autres têtes d'amorce ayant des caractéristiques équivalentes peuvent être utilisées.

A7.1.2.6 Les fils de la tête d'amorce sont sectionnés à une longueur telle que la tête d'amorce soit située à 10 mm au dessus du sommet du cône du bouchon de mise à feu (voir figure A7.1). Les fils de la tête d'amorce sont maintenus en position à l'aide de vis sans tête (voir figure A7.3).

A7.1.3 Mode opératoire

A7.1.3.1 La bombe montée, avec son capteur de pression, mais non fermée par son disque de rupture, est posée bouchon d'allumage vers le bas dans son support. On introduit alors 0,5 g de matière dans le cône du bouchon de mise à feu. Lorsque la masse de la matière pyrotechnique, sous sa forme compacte, dépasse 0,5 g, on en brise un morceau pour que la masse se rapproche le plus possible de 0,5 g. Lorsque la masse de la matière pyrotechnique, sous sa forme compacte, est inférieure à 0,5 g, on choisit des morceaux entiers et brisés de manière à obtenir 0,5 g de matière pyrotechnique. On pose ensuite le joint de plomb et le disque de rupture en aluminium ou en cuivre, puis on visse solidement le bouchon. La bombe chargée est alors introduite dans son support, disque de rupture vers le haut, et l'ensemble est placé dans une sorbonne blindée ou dans une chambre de tir. Un exploseur est raccordé aux bornes extérieures du bouchon et la charge est mise à feu. Le signal émis par le capteur de pression est enregistré avec un appareillage approprié, permettant à la fois d'effectuer une analyse des phénomènes rapides et d'obtenir un enregistrement permanent de la courbe pression/temps (enregistreur de signaux transitoires couplé avec un enregistreur à bande de papier).

A7.1.3.2 On exécute trois essais. On note le temps nécessaire pour que la pression passe de 690 kPa à 2 070 kPa (pression manométrique). On retient, aux fins du classement, le plus court intervalle obtenu pour trois mises à feu.

A7.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

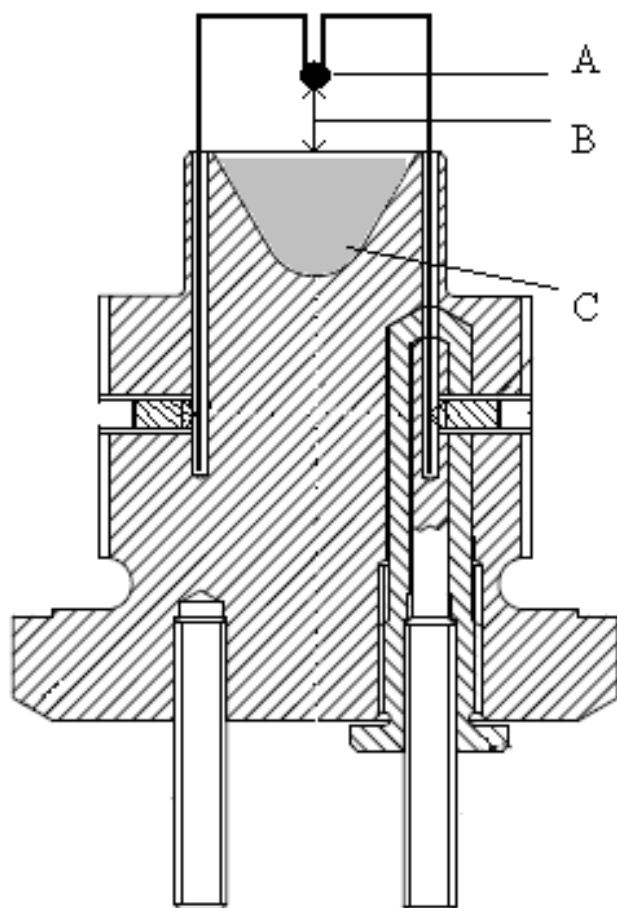
Pour l'évaluation des résultats on détermine si la pression de 2 070 kPa a été atteinte, et, dans ce cas, le temps nécessaire pour l'accroissement de pression de 690 kPa à 2 070 kPa. Le résultat est considéré comme positif (+) et les matières pyrotechniques, sous forme de poudre ou en tant que composant pyrotechnique élémentaire, telles que présentées dans les artifices de divertissement, qui sont utilisées en tant que cascade ou pour produire un effet sonore, ou utilisées en tant que charge d'éclatement ou en tant que charge propulsive, sont à considérer comme des compositions éclair s'il est démontré que le temps de montée en pression minimal de ces matières est inférieur ou égal à 6 ms pour 0,5 g de matière pyrotechnique.

Exemples de résultats :

Composition (pourcentage en masse)	Usage ou effet	Temps minimal d'une montée en pression de 690 à 2 070 kPa (ms)	Résultat
Perchlorate de potassium/aluminium (77/23)	Sonore (détonation)	0,48	Composition éclair
Perchlorate de potassium/nitrate de barium/aluminium/magnésium (20/20/45/15)	Sonore (détonation)	2,15	Composition éclair
Perchlorate de potassium/benzoate de potassium (71/29)	Sonore (sifflement)	0,89	Composition éclair
Perchlorate de potassium/hydrogénéotéréphtalate de potassium/titane (62/25/13)	Sonore (sifflement)	1,67	Composition éclair
Perchlorate de potassium/aluminium (P2000)/aluminium (P50) (53/16/31)	Cascade	2,73	Composition éclair
Perchlorate de potassium/aluminium (P2000)/aluminium (P50)/sulfure d'antimoine (50/15/30/5)	Cascade	1,19	Composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon (80/20)	Éclatement	0,85	Composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon (60/40)	Éclatement	2,80	Composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon (50/50)	Éclatement	9,26	Pas une composition éclair
Perchlorate de potassium/nitrate de potassium/charbon (53/26/21)	Éclatement	1,09	Composition éclair

Composition (pourcentage en masse)	Usage ou effet	Temps minimal d'une montée en pression de 690 à 2 070 kPa (ms)	Résultat
Perchlorate de potassium/nitrate de potassium/charbon (53/26/21) (âme de graines de coton)	Éclatement	7,39	Pas une composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon/aluminium (59/23/18)	Éclatement	1,14	Composition éclair

Figure A7.1 : Exemple de montage



-
- (A) Tête d'amorce
 - (B) Écart de 10 mm
 - (C) Matière éprouvée
-

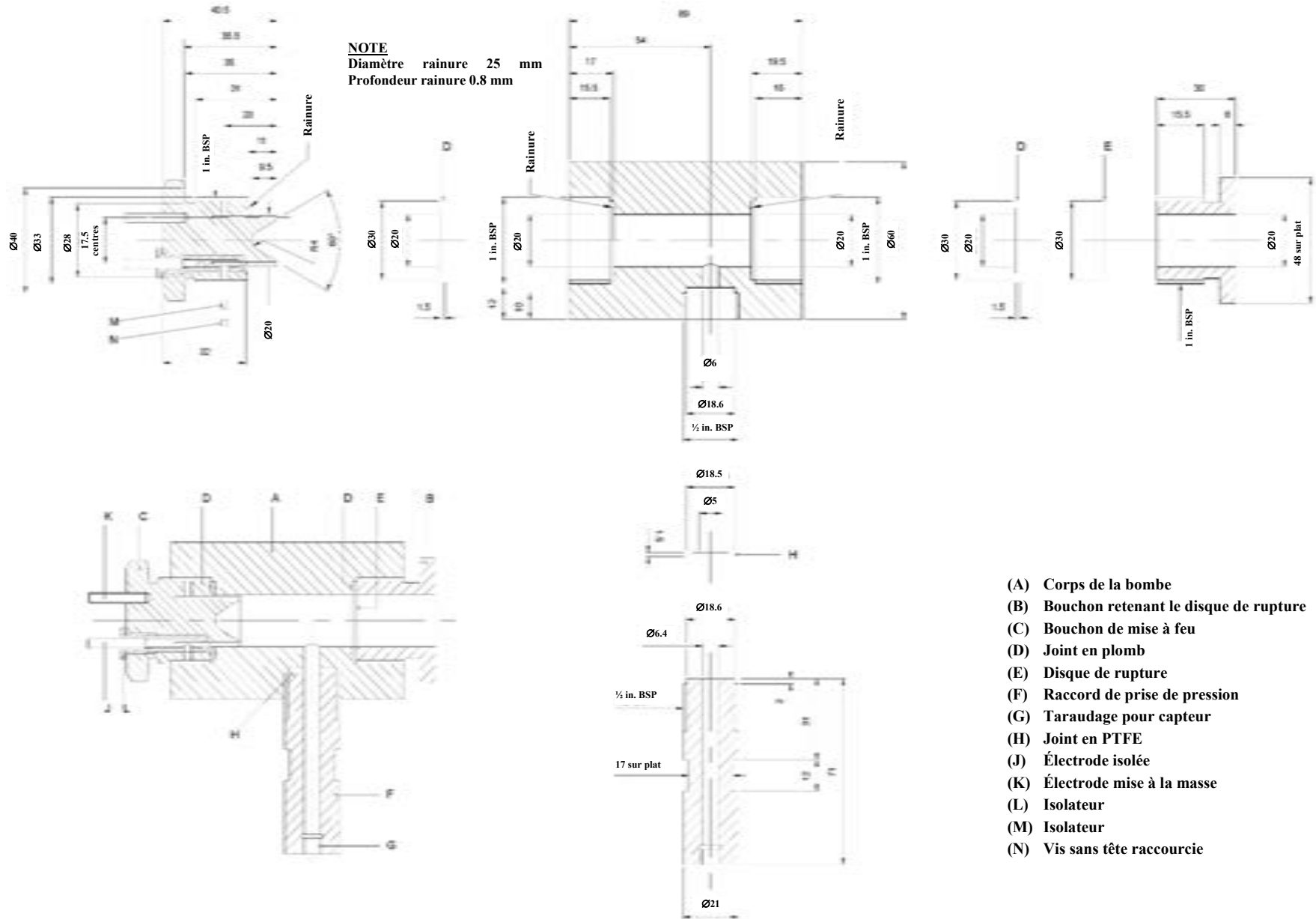


Figure A7.3 : Assemblage

ÉTAPES D'USINAGE ET D'ASSEMBLAGE

1. VISSER JN0003490:B2 DANS LE BOUCHON
2. VISSER JN0003490:A2 DANS JN0003490:B2
3. PERCER ET TARAUDER UN TROU À M³ * 0.5P * 7
4. FILETER LE BOUCHON (FILETAGE CYLINDRIQUE) À 1 in. BSP

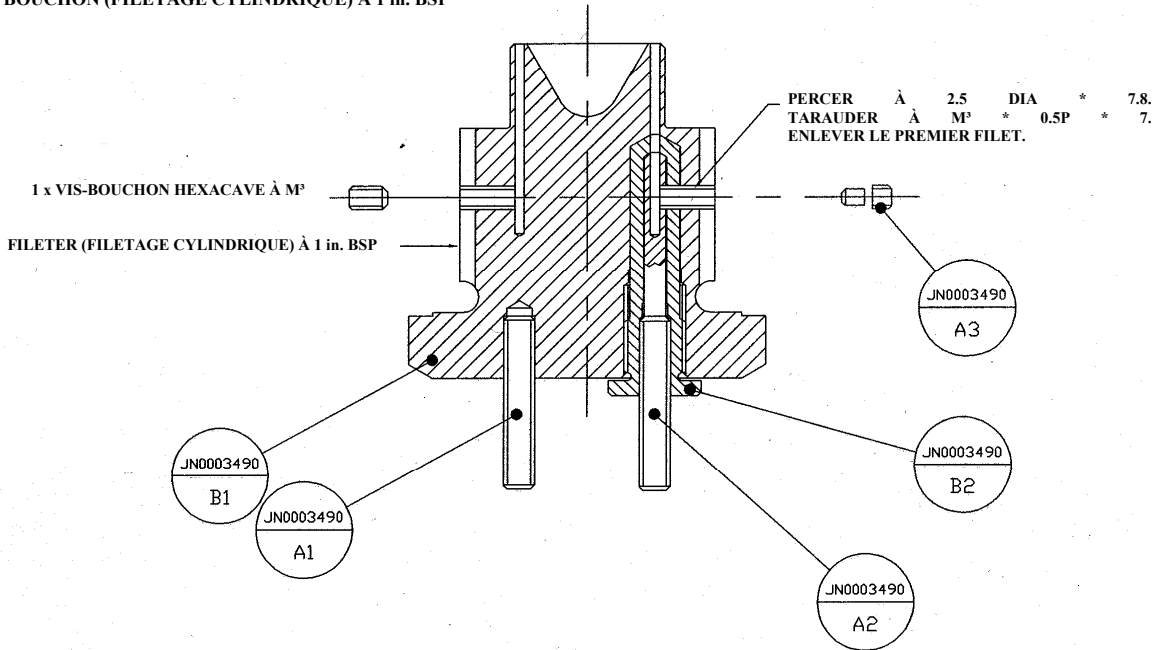


Figure A7.4 : Partie B1

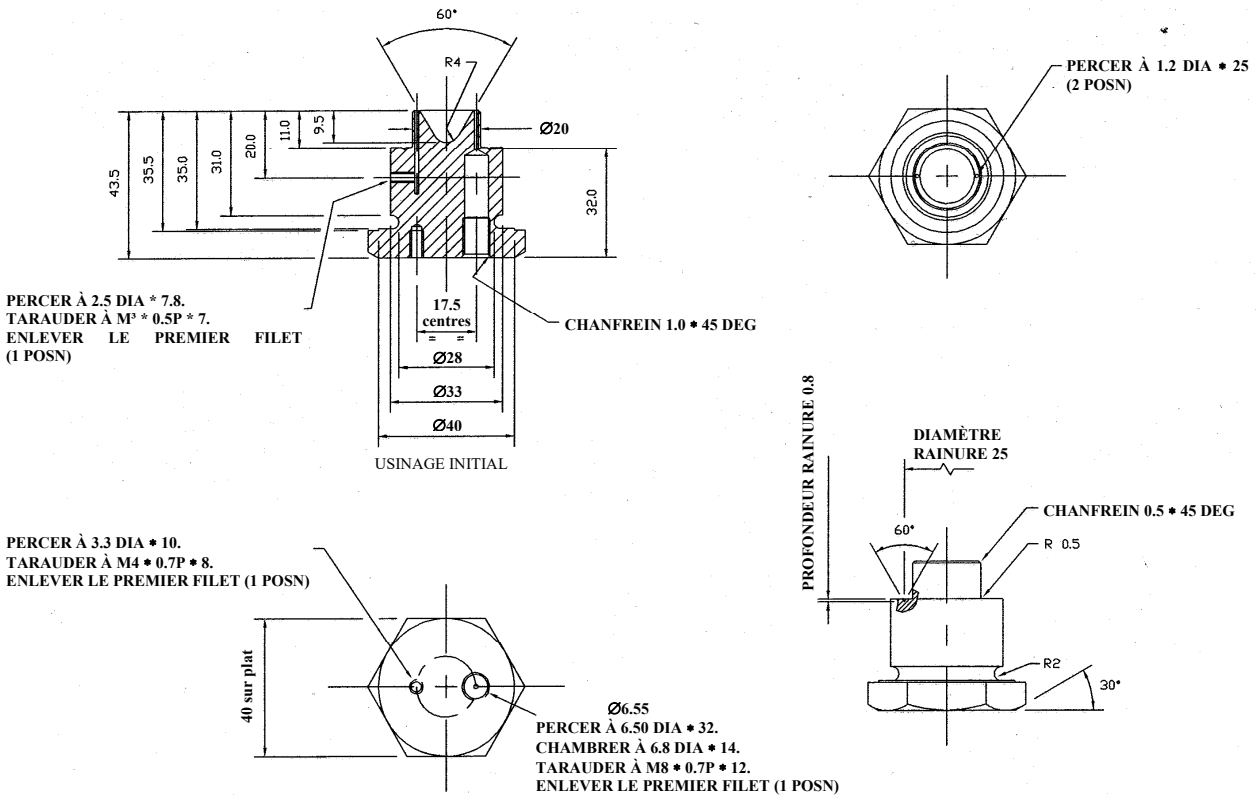


Figure A7.5 : Parties A3 et A2

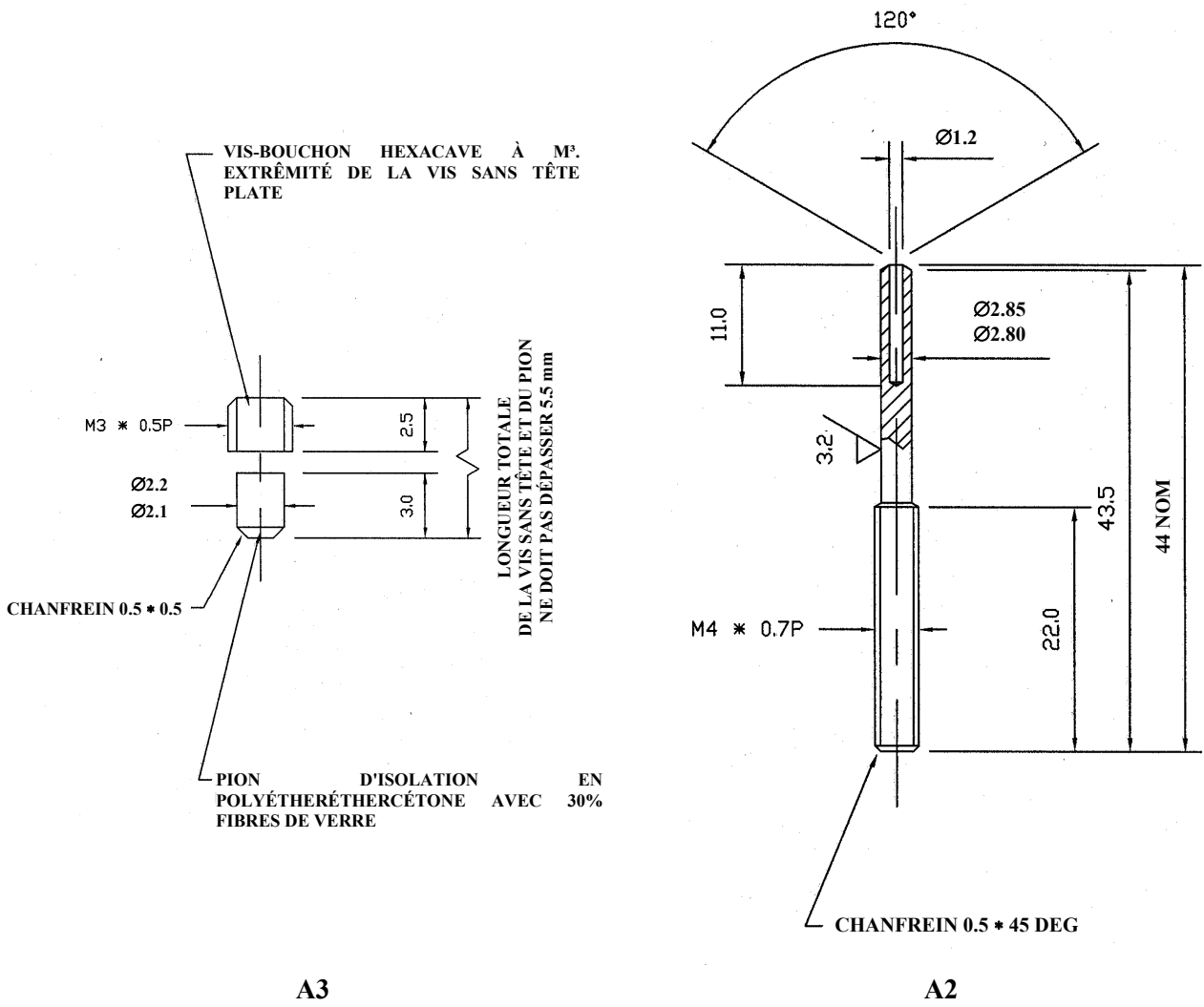


Figure A7.6 : Partie B2

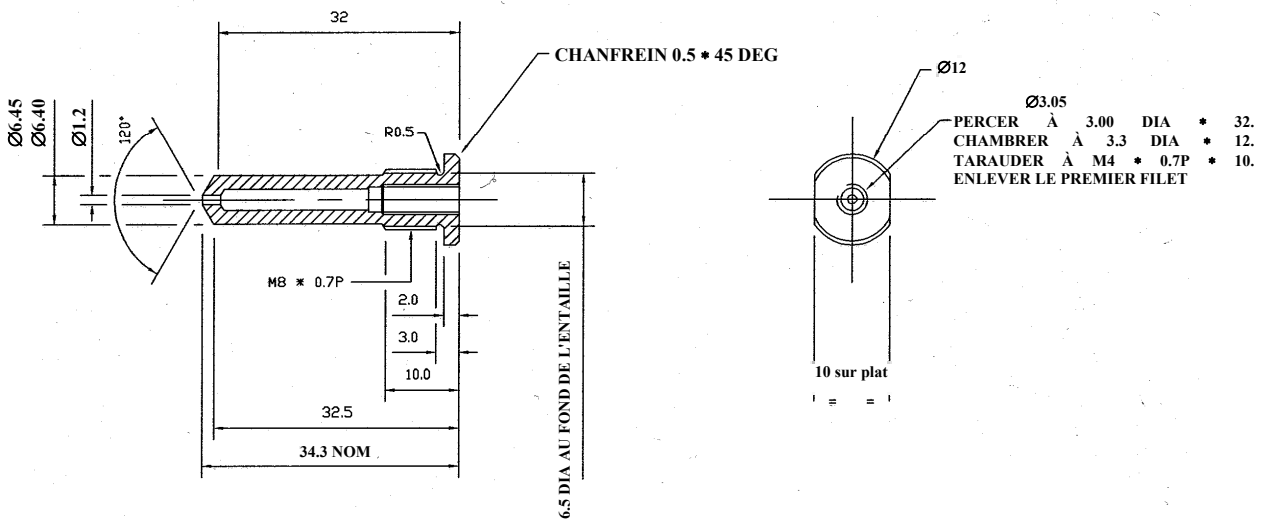
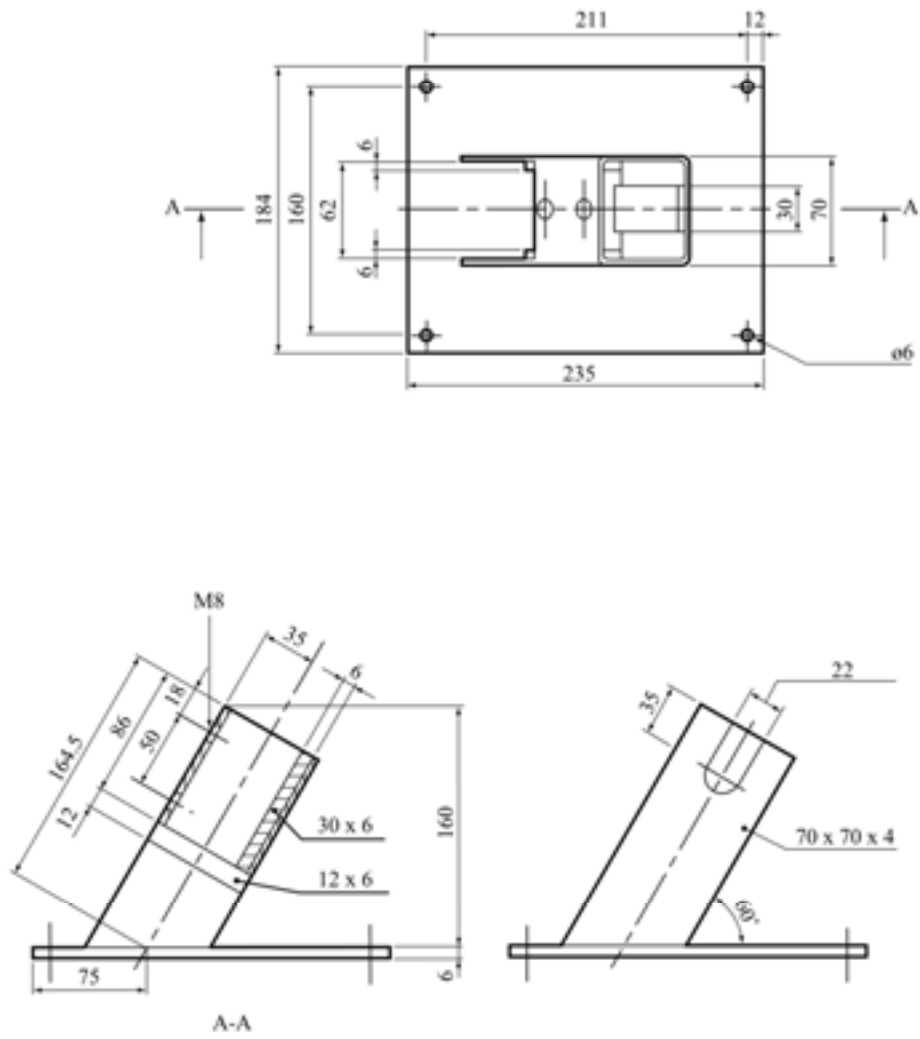


Figure A7.9 : Porte-bombe



A7.2 Épreuve des compositions éclair des États-Unis

A7.2.1 Introduction

Cette épreuve peut être utilisée pour déterminer si une matière pyrotechnique, sous forme de poudre ou en tant que composant pyrotechnique élémentaire, telle que présentée dans les artifices de divertissement, qui est utilisée dans les cascades, ou pour produire un effet sonore, ou utilisée en tant que charge d'éclatement ou en tant que charge propulsive, peut être considérée comme une « composition éclair » aux fins du Tableau de classification par défaut des artifices de divertissement, qui figure au paragraphe 2.1.3.5.5 du Règlement type.

A7.2.2 Appareillage et matériel

Le dispositif d'essai se compose des éléments suivants :

Un tube porte-échantillon en carton épais, d'un diamètre intérieur d'au moins 25 mm et d'une hauteur maximale de 154 mm, l'épaisseur maximale de la paroi étant de 3,8 mm, et fermé à la base par un disque, un bouchon ou une capsule en papier ou en carton fin, suffisant pour maintenir l'échantillon ;

Une plaque témoin de 1,0 mm d'épaisseur et de 160 mm de côté en acier conforme à la norme S235JR (EN10025) ou ST37-2 (DIN17100) ou SPCC (JIS G 3141) ou à une norme équivalente, ayant une limite d'élasticité (ou de résistance à la rupture) de 185-355 N/mm², une force de traction ultime de 336-379 N/mm² et un taux d'élongation après rupture de 26-46 % ;

Un allumeur électrique, par exemple une tête d'amorce électrique, avec des fils en plomb d'une longueur minimale de 30 cm ;

Un manchon de confinement en acier doux (pesant environ 3 kg) d'un diamètre extérieur de 63 mm et d'une longueur minimale de 165 mm, avec un alésage rond à fond plat dont les dimensions intérieures sont 38 mm de diamètre et 155 mm de profondeur, qui comporte une entaille ou une rainure dans un rayon de l'extrémité ouverte suffisant pour permettre le passage des fils de l'allumeur (une poignée en acier peut être fixée au manchon de confinement pour faciliter la manipulation) ;

Une entretoise annulaire en acier d'une hauteur de 50 mm environ et d'un diamètre intérieur d'environ 95 mm ; et

Une base métallique solide, par exemple une plaque de forme carrée d'environ 25 mm d'épaisseur et de 150 mm de côté.

A7.2.3 Mode opératoire

A7.2.3.1 Avant l'épreuve, la matière pyrotechnique est placée pendant au moins vingt-quatre heures dans un dessiccateur à une température comprise entre 20 et 30 °C. Vingt-cinq (25) grammes de masse nette de la matière pyrotechnique soumise à l'épreuve, sous forme de poudre ou de granulés ou comme enduit sur un substrat, est pesée puis versée avec précaution dans un tube porte-échantillon en carton dont l'extrémité inférieure est fermée au moyen du disque, du bouchon ou de la capsule en carton. Après le remplissage, le disque, le bouchon ou la capsule supérieure en carton peut être introduit sans forcer pour éviter le déversement de l'échantillon pendant son transport jusqu'au banc d'essai. La hauteur de la matière dans le tube varie selon sa densité. On doit d'abord tasser l'échantillon en tapant légèrement le tube sur une surface non susceptible de produire des étincelles. La densité finale de la matière pyrotechnique dans le tube devrait être aussi proche que possible de sa densité lorsqu'il est contenu dans un dispositif pour artifices de divertissement.

A7.2.3.2 La plaque témoin est placée sur l'entretoise annulaire. S'il y a lieu, le disque, le bouchon ou la capsule en carton qui avait été posé éventuellement sur le tube porte-échantillon est enlevé et l'allumeur électrique est introduit au sommet de la matière pyrotechnique soumise à l'épreuve et placé visuellement à une profondeur approximative de 10 mm. Le disque, le bouchon ou la capsule en carton de l'extrémité supérieure est inséré ou réinséré, ce qui fixe la position de l'allumeur dans le tube porte-échantillon et sa profondeur. Les fils sont recourbés et descendus le long de la paroi puis, dans la partie inférieure, dirigés vers l'extérieur. Le

tube porte-échantillon est placé verticalement et centré sur la plaque témoin en acier. Le manchon de confinement en acier est placé au-dessus du tube porte-échantillon. Les fils sont placés de manière à passer par la rainure pratiquée sur le bord inférieur du manchon de confinement en acier, prêts à être reliés au circuit de mise à feu. Voir la figure A7.10 comme exemple du dispositif d'essai. Le disque, le bouchon ou la capsule en carton de l'extrémité inférieure du tube porte-échantillon doit être placé correctement afin d'éviter qu'il y ait un espace entre la plaque témoin et l'extrémité inférieure de la matière soumise à l'épreuve.

A7.2.3.3 L'allumeur électrique est ensuite amorcé à partir d'un emplacement sûr. Après l'amorçage et un temps d'attente approprié, la plaque témoin est récupérée et examinée. L'épreuve doit être exécutée trois fois à moins qu'un résultat positif ne soit observé la première ou la deuxième fois.

A7.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

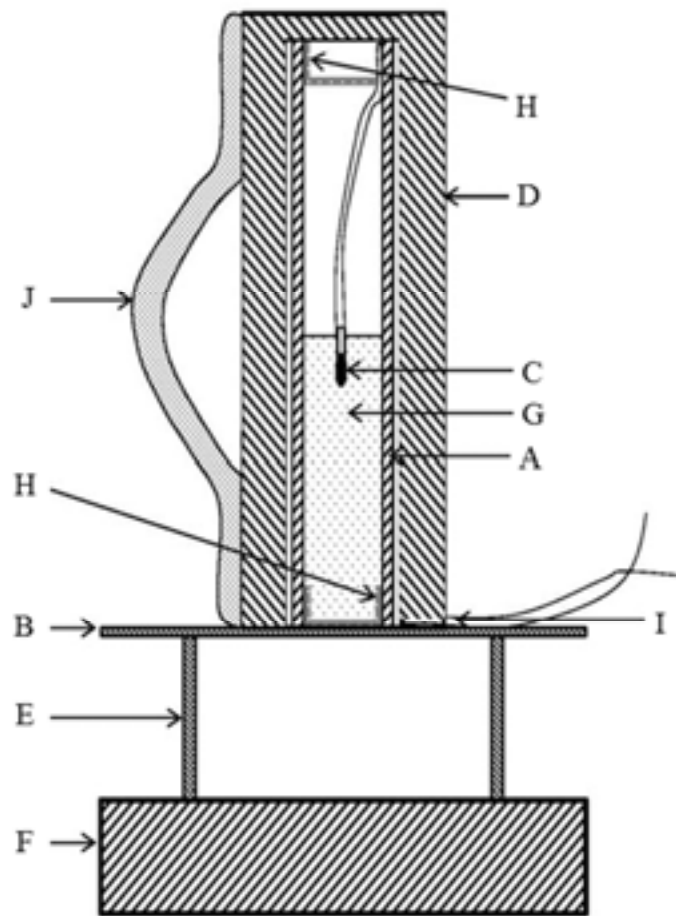
Le résultat est considéré comme positif (+) et les matières pyrotechniques, sous forme de poudre ou en tant que composant pyrotechnique élémentaire qui sont présentées dans les artifices de divertissement et utilisées dans les cascades ou pour produire un effet sonore, ou encore en tant que charge d'éclatement ou charge propulsive, doivent être considérées comme des compositions éclair si :

- Lors d'un essai, la plaque témoin est arrachée, perforée, percée ou pénétrée ; ou
- La profondeur moyenne de la profondeur maximale des indentations des plaques témoin en acier épais de 1,0 mm des trois essais est supérieure à 15 mm.

Exemples de résultats

Composition (pourcentage en masse)	Usage ou effet	Observation de la plaque témoin ou de la profondeur moyenne de l'indentation (mm)	Résultat
Perchlorate de potassium/aluminium (77/23)	Sonore (détonation)	Percée	Composition éclair
Perchlorate de potassium/ nitrate de barium/ aluminium/magnalium (20/20/45/15)	Sonore (détonation)	11,3	Pas de composition éclair
Perchlorate de potassium/benzoate de potassium (71/29)	Sonore (sifflement)	Percée	Composition éclair
Perchlorate de potassium/ hydrogenotéréphtalate de potassium/titane (62/25/13)	Sonore (sifflement)	Percée	Composition éclair
Perchlorate de potassium/aluminium (P2000)/aluminium (P50) (53/16/31)	Cascade	Percée	Composition éclair
Perchlorate de potassium/aluminium (P2000)/aluminium (P50)/sulfure d'antimoine (50/15/30/5)	Cascade	Percée	Composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon (80/20)	Éclatement	Percée	Composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon (60/40)	Éclatement	17,7	Composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon (50/50)	Éclatement	6,7	Pas de composition éclair
Perchlorate de potassium/nitrate de potassium/charbon (53/26/21)	Éclatement	Percée	Composition éclair
Perchlorate de potassium/nitrate de potassium /charbon (53/26/21) (âme de graines de coton)	Éclatement	12,7	Pas de composition éclair
Perchlorate de potassium/charbon/aluminium (59/23/18)	Éclatement	Percée	Composition éclair

Figure A7.10 : Dispositif



-
- | | |
|---------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| (A) Tube porte-échantillon en carton épais | (B) Plaque témoin en acier |
| (C) Allumeur électrique | (D) Manchon de confinement en acier doux |
| (E) Entretoise annulaire | (F) Base métallique solide |
| (G) Matière soumise à l'épreuve | (H) Disque, bouchon ou capsule en papier ou en carton fin |
| (I) Rainure dans le manchon pour les fils de l'allumeur | (J) Poignée soudée (facultatif) |
-

APPENDICE 8

DESCRIPTEURS DE REACTIONS

Ces descripteurs de réactions sont destinés à être utilisés pour les besoins des critères de la Série d'épreuves 7 et conçus pour l'autorité compétente pour déterminer le type de réaction des objets. Les objets sont par exemple très variables, s'agissant de la dimension, du type, de l'emballage et des matières explosibles ; il faut tenir compte de ces différences. Pour une réaction qui doit être considérée comme étant d'un type particulier, la preuve primaire (désignée par la lettre P dans le tableau ci-après) doit être observée. La totalité du faisceau de preuves (tant primaires que secondaires) doit être soupesée soigneusement et utilisée dans son ensemble par l'autorité compétente lors de l'évaluation de la réaction. La preuve secondaire donne d'autres indications sur ce qui peut être observé.

Effets observés ou mesurés					
Degré de réaction	Matières explosibles	Douille	Souffle	Projection de fragments ou de matières explosibles	Autres
Détonation	Destruction très rapide par le feu de toutes les matières explosibles dès le début de la réaction	(P) Déformation plastique rapide de la douille métallique contenant les matières explosibles et fragmentation à fort taux de cisaillement	(P) Onde de choc d'amplitude et de période égale à la valeur calculée ou mesurée lors de l'épreuve d'étalonnage	Perforation, fragmentation et/ou déformation plastique des plaques témoins	Cratères dans le sol d'une dimension correspondant à la quantité de matières explosibles dans l'objet
Détonation partielle		(P) Déformation plastique rapide d'une partie de la douille métallique contenant les matières explosibles et fragmentation à fort taux de cisaillement	(P) Onde de choc d'amplitude et de période inférieure à la valeur calculée ou mesurée lors de l'épreuve d'étalonnage des dégâts aux structures voisines	Perforation, déformation plastique et/ou fragmentation des plaques témoins adjacentes. Dispersion des matières explosibles ayant brûlé ou non.	Cratères dans le sol d'une dimension correspondant à la quantité de matières explosibles qui a détoné.
Explosion	(P) Combustion rapide de certains ou de tous les matières explosibles dès le début de la réaction de l'objet	(P) Fracture importante de la douille métallique, sans signe de fragmentation à fort taux de cisaillement, produisant des fragments plus grands et moins nombreux que ceux observés lors des épreuves d'étalonnage de détonation délibérée.*	Observation ou mesure d'une onde de pression à travers la zone d'épreuve, de faible amplitude et de durée bien supérieure à la valeur mesurée lors de l'épreuve d'étalonnage	Endommagement des plaques témoins. Dispersion importante à grande distance des matières explosibles ayant brûlé ou non.	Cratères dans le sol
Déflagration	(P) Combustion de certains ou de toutes les matières explosibles	(P) Rupture de la douille produisant quelques grands fragments pouvant comprendre l'enveloppe et les fixations.*	Indication d'une pression dans la zone d'épreuve, qui peut varier dans le temps ou l'espace.	(P) Projection d'au moins un fragment (douille, enveloppe ou fixation) au-delà de 15 m avec une énergie > 20 J, sur la base de la relation distance/masse de la figure 16.6.1.1. Dispersion importante des matières explosibles ayant brûlé ou non, généralement au-delà de 15 m.	(P) Absence de preuve primaire d'une réaction plus forte et observation d'une poussée capable de projeter l'objet au-delà de 15 m. Temps de réaction supérieur à celui prévu lors d'une explosion.

Degré de réaction	Effets observés ou mesurés				
	Matières explosibles	Douille	Souffle	Projection de fragments ou de matières explosibles	Autres
Combustion	(P) Combustion à basse pression de certains ou de toutes les matières explosibles	(P) Rupture possible de la douille produisant quelques grands fragments pouvant comprendre l'enveloppe et les fixations.*	Indication d'une pression peu importante dans la zone d'épreuve	(P) Aucune projection d'objet (douille, enveloppe, fixation ou matière explosible) au-delà de 15 m avec une énergie > 20 J, sur la base de la relation distance/masse de la figure 16.6.1.1. (P) Dispersion éventuelle d'une petite quantité de matières explosibles ayant brûlé ou non par rapport à la quantité totale dans l'objet, généralement à moins de 15 m, mais pas au-delà de 30 m.	(P) Absence de poussée capable de projeter l'objet au-delà de 15 m. Temps de réaction pour un moteur-fusée bien supérieur à celui observé s'il avait été amorcé dans sa version courante.
Pas de réaction	(P) Pas de réaction des matières explosibles sans sollicitation extérieure continue. (P) Récupération de tous ou presque toutes les matières explosibles n'ayant pas réagi, sans indication d'une combustion entretenue.	(P) Pas de fragmentation de la douille ni d'un emballage plus grand que celui d'un objet d'épreuve inerte comparable.*	Néant	Néant	Néant

* Les contraintes mécaniques induiront directement des dégâts, notamment la dislocation de l'objet ou même une réaction de souffle provoquant la projection des pièces, en particulier les fermetures. Cette observation peut être mal interprétée et jugée comme étant la réaction des matières explosibles contenues dans l'objet, ce qui peut conduire à l'attribution d'un descripteur de réaction plus forte. La comparaison des faits observés avec ceux qui sont observés pour un objet inerte correspondant peut être utile et aider à déterminer la réaction d'un objet.

APPENDICE 9

ÉPREUVE BALISTIQUE DE PROJECTION D'ÉNERGIE POUR LES CARTOUCHES POUR ARMES DE PETIT CALIBRE (NUMERO ONU 0012)

A9.1 Introduction

Cette épreuve, effectuée sur des cartouches susceptibles d'appartenir au numéro ONU 0012 (cartouches pour armes de petit calibre), sert à déterminer l'énergie maximum d'une projection en cas d'éclatement pendant le transport. L'épreuve est effectuée dans les conditions les plus défavorables puisque aucun emballage n'absorbe l'énergie du projectile et que la cartouche est assujettie à une enclume fixe. Il est inutile d'inverser le montage d'essai pour obtenir une propulsion de la cartouche car l'expérience montre que l'énergie transmise par la poudre à la balle est au moins égale à celle transmise à la douille.

A9.2 Appareillage et matériel

Les éléments nécessaires sont les suivants :

- a) Un dispositif de tir approprié ; et
- b) Un pendule balistique équipé d'un dispositif d'interception pour déterminer l'énergie du projectile ou une caméra rapide et un fond gradué permettant de déterminer la vitesse du projectile.

A9.3 Mode opératoire

L'épreuve est effectuée sur une seule cartouche, qui est tirée par l'action d'un percuteur sur la capsule d'amorçage. La cartouche, le dispositif de tir et le dispositif de mesure sont disposés le long de la trajectoire du projectile de manière à réduire au minimum les erreurs d'angle. L'épreuve est exécutée trois fois.

A9.4. Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

L'énergie du projectile est calculée soit à partir de l'amplitude maximum du pendule balistique, soit de la vitesse (v) indiquée par la caméra rapide compte tenu de la masse (m) du projectile. L'énergie (E) peut être calculée d'après l'équation suivante :

$$E = \frac{1}{2} mv^2$$

Si l'énergie du projectile n'est supérieure à 8 J dans aucune des épreuves, l'objet, placé dans l'emballage conforme au chapitre 3.2 du Règlement type, peut être affecté au numéro ONU 0012 (cartouche pour arme de petit calibre).

APPENDICE 10

ÉPREUVES DE STABILITÉ POUR LES MÉLANGES DE NITROCELLULOSE

A10.1 Introduction

A10.1.1 L'épreuve de Bergmann-Junk et l'épreuve au papier réactif au violet de méthyle sont utilisées pour déterminer si les mélanges de nitrocellulose peuvent être considérées comme stables pour le transport.

A10.1.2 L'épreuve au papier réactif au violet de méthyle est une épreuve qualitative qui permet de déterminer la stabilité d'un mélange de nitrocellulose en examinant le changement de couleur du papier réactif sur une période de temps.

A10.1.3 L'épreuve de Bergmann-Junk est une épreuve quantitative applicable à tous les types de mélanges de nitrocellulose (NC). Elle consiste à mesurer la quantité de gaz NO dégagée par gramme de nitrocellulose chauffée pendant 2 heures à 132 °C, qui est déterminée par titrage en milieu alcalin. L'expression « gaz NO » désigne tous les types de gaz NO formés pendant les 2 heures de chauffage à 132 °C. La méthode d'épreuve de Bergmann-Junk permet une évaluation quantitative fiable et reproductible de la stabilité chimique. Cette épreuve est donc la méthode privilégiée.

A10.2 Épreuve de Bergmann-Junk

A10.2.1 Introduction

L'épreuve de Bergmann-Junk est une épreuve quantitative applicable à tous les types de nitrocellulose (NC). Elle consiste à mesurer la quantité de gaz NO dégagée par 1 ou 2 grammes de nitrocellulose chauffée pendant 2 heures à 132 °C ± 1 °C (Nitrocellulose plastifiée : 3 grammes chauffés pendant 1 h), qui est déterminée par titrage en milieu alcalin.

A10.2.2 Appareils et matériel

A10.2.2.1 Balance analytique, de précision égale ou supérieure à 10 mg.

A10.2.2.2 Éprouvette de Bergmann-Junk en verre transparent de 17,5 mm de diamètre intérieur, de 19,5 mm de diamètre extérieur et d'une longueur comprise entre 270 mm et 350 mm munie d'une chambre de condensation. Plusieurs types de chambres de condensation appropriées sont disponibles sur le marché (voir par exemple les figures A10.1 et A10.2).

A10.2.2.3 Bain de stabilité : bain d'huile ou d'un liquide approprié ou bloc de métal capable de maintenir la température des éprouvettes à 132 °C ± 1 °C ou mieux. La température du bain doit être contrôlée en permanence à l'aide d'un thermomètre ou d'un thermocouple étalonné (précision 0,1 °C) placé dans l'un des puits d'essai.

A10.2.2.4 Le matériel suivant est nécessaire :

- a) Pipette semi-automatique de 10 cm³ ou équivalente ;
- b) Erlenmeyer de 250 cm³ à large col ;
- c) Éprouvette de 50 cm³ ;
- d) Burette de titration de 10 ml à 25 ml ; ou appareil de titrage potentiométrique automatisé avec électrode indicatrice de pH et burette calibrée de classe A.

A10.2.2.5 Solution d'hydroxide de sodium (NaOH) à 0,01 mol/l, de spécification 0,009998 à 0,01002 mol/l pour titrage manuel avec une burette standard, ou 0,1 mol/l pour titrage à l'aide d'un appareil de titrage potentiométrique automatisé avec électrode indicatrice de pH et burette calibrée de classe A, avec un facteur déterminé pour obtenir la molarité exacte de la solution d'hydroxide de sodium.

A10.2.2.6 Indicateur de pH approprié (méthylorange, rouge de méthyle, rouge de méthyle/bleu de méthylène ou liquide indicateur coloré R8 B3 (réactif de Tacchiro : solution alcoolique à 0,1 % d'un mélange de 8 g de rouge de méthyle et de 3 g de bleu de méthylène (en cas de titration manuelle).

A10.2.2.7 Eau complètement déminéralisée ou distillée de conductivité inférieure à 1 µS/cm (micro Siemens /cm).

A10.2.3 *Mode opératoire*

A10.2.3.1 Peser 1 ou 2 grammes de nitrocellulose sèche avec une précision de 0,001 g. (Peser 3 grammes de nitrocellulose plastifiée avec une précision de 0,001 g). Le taux d'humidité de l'échantillon doit être inférieur à 1 % après le processus de séchage et au moment où il est introduit dans l'éprouvette. (Les conditions de séchage doivent être choisies de manière à éviter la décomposition de la nitrocellulose, par exemple à 50 °C dans une étuve sous vide.) À l'aide d'un entonnoir, introduire l'échantillon dans l'éprouvette qui doit être sèche et propre. Essuyer soigneusement le support et ajuster la chambre de condensation en veillant à ce qu'elle soit bien graissée à l'aide d'une graisse à base de silicone ; on peut aussi ne pas la graisser.

A10.2.3.2 Selon le type de condenseur, verser entre 15 ml et 50 ml d'eau distillée dans une éprouvette et l'introduire dans les boules du condenseur. Veiller à ce qu'il n'y ait pas d'eau qui pénètre dans le tube de stabilité.

A10.2.3.3 S'assurer que le bain de stabilité a atteint une température de 132 °C ± 1 °C puis introduire chacune des éprouvettes dans une des ouvertures du bain. La profondeur d'immersion de l'éprouvette dépendra du type de bain de stabilité utilisé mais doit être comprise entre 110 mm et 220 mm. Consigner l'heure de début de l'expérience.

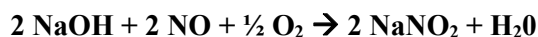
A10.2.3.4 Maintenir les éprouvettes à une température de 132 °C ± 1 °C pendant 2 heures jusqu'à ce que le dégagement de vapeur soit nettement visible. Si tel est le cas, il convient d'arrêter immédiatement l'épreuve et de consigner la durée de la période de chauffage.

A10.2.3.5 Après 2 heures à 132 °C (1 heure pour la nitrocellulose plastifiée) retirer l'éprouvette du bain, la placer sur son support et la laisser refroidir derrière un écran de sécurité. Pendant ce laps de temps, un peu d'eau peut passer dans le tube inférieur. Au bout de 30 minutes de refroidissement, transférer le contenu de la chambre de condensation dans le tube inférieur et la rincer avec de l'eau distillée.

A10.2.3.6 Verser le contenu du tube inférieur dans l'erenmeyer et rincer avec de l'eau distillée. La quantité totale de liquide ne doit pas dépasser 175 ml.

A10.2.3.7 Titrer avec une solution d'hydroxyde de sodium cNaOH = 0,01 mol/l jusqu'au changement de couleur de l'indicateur.

A10.2.3.8 *Calculs*



$$V_{\text{NO}} = \frac{c_{\text{NaOH}} \times C_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NO,m}}}{m_{\text{NC}}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \times 0,224}{m_{\text{NC}}} = C_{\text{NaOH}} \times 0,224$$

Où :

V_{NO}	=	volume d'oxyde d'azote dégagé en cm ³ /g de nitrocellulose.
c_{NaOH}	=	concentration de la solution d'hydroxyde de sodium = 0,01 mol/l.
C_{NaOH}	=	consommation de solution d'hydroxyde de sodium en ml.
$V_{\text{NO,m}}$	=	volume molaire de gaz NO = 22,4 l/mol.
m_{NC}	=	masse de nitrocellulose en g.

Si l'on utilise une concentration de la solution d'hydroxyde de sodium dont la concentration c_{NaOH} est égale à 0,1 mol/l, la formule est :

$$V_{\text{NO}} = C_{\text{NaOH}} \times 2,24$$

Cette formule repose sur l'hypothèse que l'oxyde d'azote est libéré sous forme de NO et que ce NO est un gaz parfait ; en vertu de la loi des gaz parfaits, une mole de gaz occupe un volume de 22,4 l.

L'absence totale d'acidité dans l'eau est vérifiée par une épreuve simulée ; sinon la valeur déterminée par cette épreuve simulée est soustraite.

On peut aussi utiliser des parties aliquotes de l'eau contenant le gaz NO, ce qui modifie les facteurs dans la formule.

A10.2.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

A10.2.4.1 Le résultat de l'épreuve est considéré positif (+) et la matière est considérée comme instable si la quantité de gaz NO dégagée est supérieure à 2,5 ml de NO par g de nitrocellulose. Si la quantité de gaz NO dégagée est inférieure ou égale à 2,5 ml de NO par g de nitrocellulose, le résultat de l'épreuve est considéré négatif (-) et la matière soumise à l'épreuve est réputée stable.

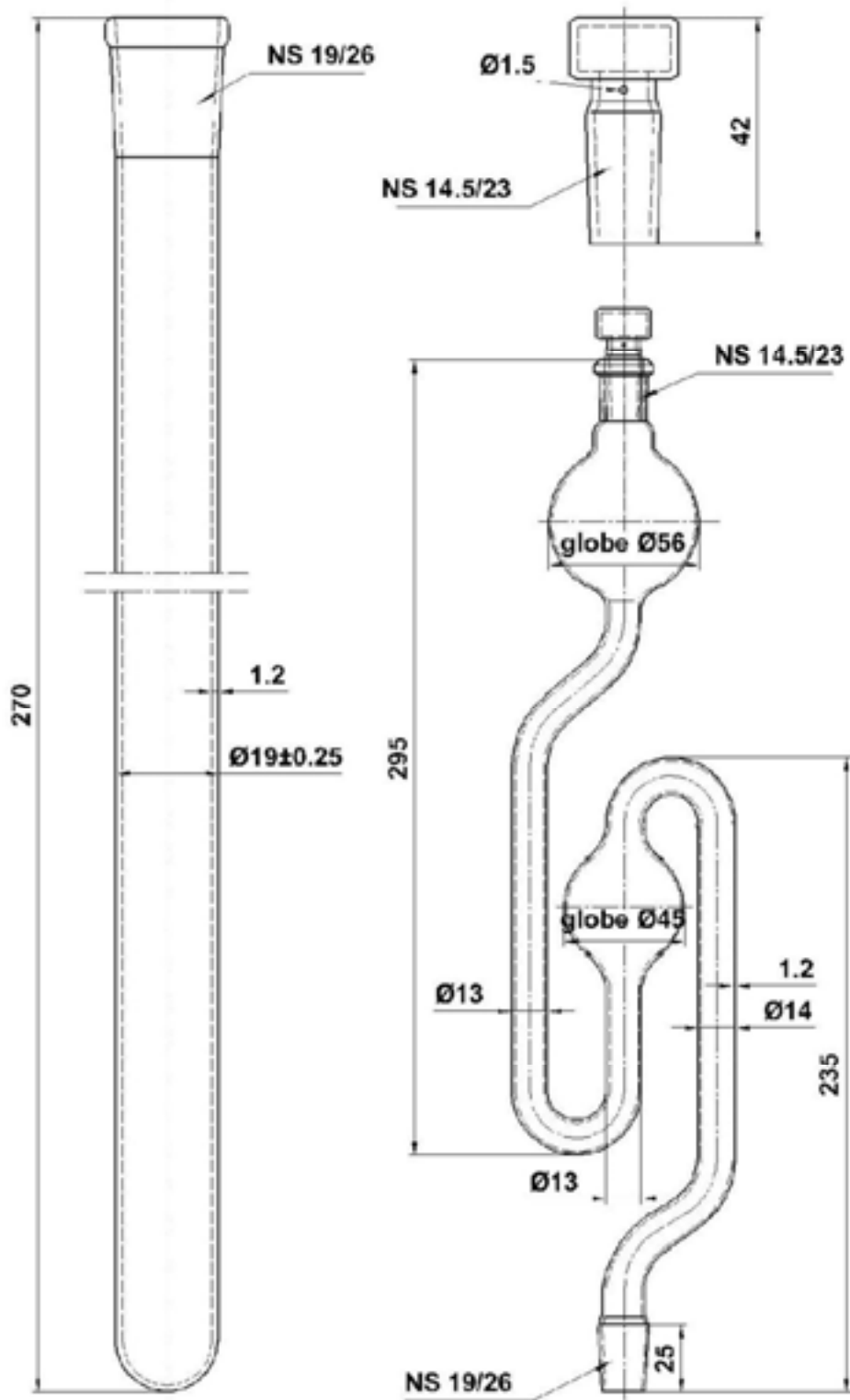
A10.2.5 *Exemples de résultats*

Quantité de gaz NO dégagée par g de nitrocellulose	Résultat
2,6 ml	+
2,5 ml	-

Figure A10.1 : Chambre de condensation pour l'épreuve de Bergmann-Junk (exemple 1)



Figure A10.2 : Chambre de condensation pour l'épreuve de Bergmann-Junk (exemple 2)



A10.3 Épreuve au papier réactif au violet de méthyle (épreuve d'échauffement spontané à 134,5 °C)

A10.3.1 Introduction

On éprouve la stabilité de la nitrocellulose en examinant le changement de couleur du papier réactif sur une durée donnée.

A10.3.2 Appareils et matériel

A10.3.2.1 Appareils

Le matériel suivant doit être utilisé pour effectuer l'épreuve d'échauffement spontané à 134,5 °C (épreuve au papier réactif au violet de méthyle) :

- a) Balance analytique, de précision égale ou supérieure à 0,01 g ;
- b) Bain de stabilité : bain d'eau-éthylèneglycol, bain d'huile ou bloc de métal capable de maintenir la température des éprouvettes à 134,5 °C ± 0,5 °C. La température du bain doit être contrôlée en permanence à l'aide d'un thermomètre ou d'un thermocouple étalonné (précision 0,1 °C) placé dans une éprouvette remplie d'un matériau inerte (par exemple du sable) ; l'éprouvette soit être placée dans l'une des sondes thermométriques. Le diamètre intérieur de chacune des sondes thermométriques de l'appareil doit être de 19 ± 0,5 mm. La profondeur d'immersion des éprouvettes de mesure de la stabilité doit être telle qu'elles ne dépassent pas de plus de 6 à 7 mm le niveau du bain ;
- c) Éprouvettes en verre transparent de 15 mm de diamètre intérieur, de 18 mm de diamètre extérieur et d'une longueur de 290 mm ;
- d) Entonnoir à poudre en métal ou en plastique conducteur, à longue tige (pour éviter toute charge électrostatique) ;
- e) Bouchons munis chacun d'un trou d'évent de 4 mm de diamètre (ou d'une échancrure de superficie équivalente).

A10.3.2.2 Matériel

A10.3.2.2.1 Un échantillon de nitrocellulose sèche de 2,50 ± 0,01 g. Le taux d'humidité de l'échantillon doit être inférieur à 1 % après le processus de séchage et au moment où il est introduit dans l'éprouvette. Les conditions de séchage doivent être choisies de manière à éviter la décomposition de la nitrocellulose, par exemple à 50 °C dans une étuve sous vide.

A10.3.2.2.2 Des bandelettes de papier réactif au violet de méthyle normalisées longues d'environ 70 ± 1,0 mm et larges de 20 ± 0,6 mm ou préparées et testées selon la méthode suivante :

A10.3.2.2.1 Préparation de la solution d'indicateur

Pour préparer 100 ml de solution d'indicateur (*note* : si une quantité différente est nécessaire, il suffit de conserver les proportions indiquées) : on pèse 0,250 g de rosaniline basique (équivalent au numéro CAS 632-99-5) dans une nacelle en porcelaine et on ajoute environ 10 ml d'acide acétique de qualité analytique. On chauffe la nacelle sur un bain d'eau jusqu'à ce que l'excès d'acide soit éliminé. Dans un cylindre gradué de 100 ml, on dissout 0,168 g de cristal violet (équivalent au numéro CAS 548-62-9) dans 30 ml d'eau ultra-pure et l'on ajoute 5,0 g (4 ml) de glycérine de qualité analytique. On ajoute le contenu de la nacelle de porcelaine au cylindre en utilisant de l'éthanol (minimum 95 % v/v) et on ajuste pour obtenir 100 ml de solution. On mélange soigneusement la solution.

A10.3.2.2.2 Préparation du papier réactif au violet de méthyle

On prépare des feuilles en découpant des filtres en papier (équivalent à Whatman 597, généralement de 580 mm × 580 mm et d'environ 8,5 mg/cm²) en carrés qui puissent s'ajuster au fond d'une cuvette à bords peu relevés suffisamment grande pour accueillir la feuille découpée (généralement quatre carrés d'environ 290 mm × 290 mm). Sous une hotte d'aspiration, on verse la solution de violet de méthyle dans cette cuvette. Chaque bande de papier découpée est plongée dans la solution pendant 30 secondes environ. On la retire ensuite de la solution et on lui imprime un mouvement de rotation vertical jusqu'à l'arrêt de l'égouttement (l'excès d'alcool met environ une minute à s'évaporer). On la laisse ensuite suspendue pendant une nuit dans un local exempt de vapeurs nuisibles pour qu'elle sèche. Une fois sèches les bandes sont découpées en bandelettes longues de 70 ± 1,0 mm et larges de 20 ± 0,6 mm. Après avoir été certifiées, elles sont conservées dans des flacons en verre ambré bien fermés contenant au maximum 200 bandelettes par flacon. Ces flacons doivent être conservés hermétiquement fermés dans un local à température ambiante et en tout temps à l'abri de la lumière directe, sauf lorsqu'on en retire brièvement des bandelettes de papier indicateur.

A10.3.2.2.3 Certification du papier réactif au violet de méthyle

A10.3.2.2.3.1 Pour au moins une bandelette de chacun des flacons qui en contiennent 200 au maximum on détermine, par passage à l'étuve, sa teneur en eau qui doit être comprise entre 7,5 et 15 %. En cas de besoin on peut réhydrater le papier en le maintenant dans une chambre dont l'humidité relative est contrôlée entre 60 et 80 % jusqu'à ce que la teneur en eau correcte soit rétablie.

A10.3.2.2.3.2 Pour confirmer que la réactivité du papier indicateur au violet de méthyle est acceptable, on teste au moins une bandelette de chacun des flacons qui en contiennent 200 au maximum en utilisant du dioxyde d'azote de concentration dans l'air connue et comprise entre 1 500 et 2 500 ppm (v/v). On peut utiliser du gaz déjà dilué et certifié ou l'obtenir par dilution en utilisant du dioxyde d'azote pur. La concentration du gaz doit être connue avec une précision de ±2,5 %.

A10.3.2.2.3.3 Sur la base de la concentration du dioxyde d'azote, le débit requis pour un point de virage centré à 55 minutes est le suivant :

Débit (ml/min) = 83 636/concentration en ppm (v/v) de dioxyde d'azote

A10.3.2.2.3.4 Ce débit doit être maintenu dans les limites de ±1,5 ml/m de la valeur calculée durant la certification du papier. On teste ce papier à l'aide du gaz standard et d'une cuve à circulation cylindrique d'environ 30 ml contenant une bandelette de papier (le diamètre de la cuve à circulation correspond à la largeur de la bandelette de papier réactif au violet de méthyle). Le point de virage est obtenu lorsque le papier est devenu entièrement rose saumon au bout de 55 ± 7 minutes.

A10.3.2.2.3.5 Seuls les lots qui respectent ces deux critères (teneur en eau et temps de réaction) seront considérés comme du papier indicateur au violet de méthyle. Ces papiers doivent être stockés à température ambiante et à l'abri de la lumière. Leur durée maximale de conservation dans un flacon scellé est de 5 ans. Une fois que le flacon a été ouvert, cette durée est réduite à 1 an. Au bout de 1 an, la teneur en eau du papier doit être vérifiée et ajustée si nécessaire. Le flacon contenant les papiers indicateurs se voit alors accorder une durée de conservation supplémentaire de 1 an. En aucun cas des papiers indicateurs ne doivent être conservés plus de 5 ans après leur fabrication.

A10.3.3 *Mode opératoire*

A10.3.3.1 Il ne faut pas toucher à mains nues l'échantillon ni l'intérieur des éprouvettes. L'épreuve doit être effectuée deux fois et répétée si les résultats des deux mesures diffèrent de plus de 5 minutes.

A10.3.3.2 Deux portions de 2,5 ± 0,01 g chacune de l'échantillon de nitrocellulose sèche sont placées dans les éprouvettes utilisées pour l'épreuve de stabilité, de préférence à l'aide d'un entonnoir à poudre. On tapote légèrement chaque éprouvette pour tasser la substance qui s'y trouve et on élimine par brossage toute trace de substance adhérant aux parois des éprouvettes. Si la nitrocellulose occupe une longueur supérieure à

5 cm il convient de la tasser à l'aide d'une baguette à tête plate pour la réduire à cette longueur. Une bandelette de papier indicateur est placée verticalement dans chaque éprouvette de telle sorte que son extrémité inférieure se trouve à 25 mm au-dessus de l'échantillon. On place ensuite un bouchon dans chaque éprouvette. Les deux éprouvettes sont plongées dans le bain et maintenues à la température de $134,5 \pm 0,5$ °C.

A10.3.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

A10.3.4.1 Afin de déterminer la durée de l'épreuve, les papiers indicateurs sont examinés au bout des 20 premières minutes passées dans le bain, puis toutes les 5 minutes. Lors de chaque examen des papiers indicateurs on soulève à moitié les éprouvettes hors du bain pour observer le changement de couleur du papier indicateur avant de les y replonger rapidement.

A10.3.4.2 Lorsque la couleur du papier indicateur de l'une des éprouvettes est devenue complètement rose saumon l'épreuve est considérée comme terminée.

A10.3.4.3 La durée de l'épreuve est alors consignée (si, par exemple, le papier réactif au violet de méthyle n'a pas complètement changé de couleur au bout de 25 minutes mais l'a fait au bout de 30 minutes, la durée consignée est de 30 minutes). L'épreuve est terminée lorsque le point de virage au rose saumon est atteint pour n'importe lequel des papiers indicateurs.

A10.3.4.4 Le résultat de l'épreuve est considéré comme positif (+) et la matière est classée comme instable si le papier indicateur change de couleur en moins de 30 minutes. Si la couleur change après plus de 30 minutes, le résultat est négatif (-) et la matière est classée comme stable.

A10.3.5 *Exemples de résultats*

Durée	Résultat
25 min	+
35 min	-

APPENDICE 11

SYNTHÈSE DES RÉSULTATS DE CLASSIFICATION POUR LA NITROCELLULOSE INDUSTRIELLE AUX FINS DE LA DISTRIBUTION ET DE L'UTILISATION CONFORMÉMENT AU CHAPITRE 2.17 DU SGH, QUI PEUVENT ÊTRE APPLIQUÉES AUX PRODUITS À BASE DE NITROCELLULOSE INDUSTRIELLE

A11.1 Prescriptions relatives à l'utilisation des résultats d'épreuves pour la classification des produits à base de nitrocellulose industrielle

A11.1.1 Les résultats d'épreuves figurant dans le présent appendice ne peuvent être utilisés que pour la classification des produits à base de nitrocellulose industrielle emballés dans des caisses en carton (4G) ou des fûts en carton (1G), conformément à l'instruction d'emballage P406. Ils ne peuvent pas être utilisés pour la classification des produits à base de nitrocellulose présentés dans d'autres emballages résistant à la pression, tels que les fûts en acier.

A11.1.2 Les résultats d'épreuves figurant dans le présent appendice ne peuvent être utilisés que pour les produits à base de nitrocellulose industrielle qui satisfont aux prescriptions de l'épreuve de Bergmann-Junk en ce qui concerne la stabilité thermique, laquelle est établie lorsque la quantité de vapeurs nitreuses dégagée n'est pas supérieure à 2,5 ml de NO par g à 132 °C. Cette épreuve est décrite à l'appendice 10.

A11.2 Résultats des essais

A11.2.1 Tous les produits à base de nitrocellulose industrielle fabriqués dans le monde peuvent être comparés sur la base de leur teneur en azote et de leur viscosité selon la norme ISO 14446. Cette méthode a été utilisée pour obtenir les résultats d'épreuves présentés dans les tableaux ci-après. Il convient de noter que les indices de viscosité sont également utilisés dans les classifications par groupe de stockage, qui concernent le stockage de la nitrocellulose industrielle dans les entrepôts.

A11.2.2 Trois types de produits à base de nitrocellulose industrielle ont été définis d'après leur teneur en azote :

- a) Type E, produits solubles dans des esters, d'une teneur en azote comprise entre 11,8 et 12,3 % ;
- b) Type M, produits solubles en milieu alcoolique, d'une teneur en azote comprise entre 11,3 et 11,8 % ;
- c) Type A, produits solubles dans l'alcool, d'une teneur en azote comprise entre 10,7 et 11,3 %.

Les résultats des essais ont donc été regroupés en trois tableaux distincts (A11.1 à A11.3).

A11.2.3 La première colonne de ces tableaux indique le type de nitrocellulose industrielle, identifié conformément à la norme ISO 14446 par deux éléments :

- a) Un numéro à un ou deux chiffres qui indique la concentration de la solution de nitrocellulose requise pour obtenir une viscosité de 400 ± 25 mPa.s ; et
- b) Une lettre qui identifie le solvant dans lequel ce produit est soluble :
 - i) E : soluble dans les esters ;
 - ii) M : soluble en milieu alcoolique ;
 - iii) A : soluble dans l'alcool.

Par exemple, pour le type 4E dans le premier tableau, on obtient une viscosité de 400 ± 25 mPa.s avec une concentration de 4 %.

Les viscosités sont mesurées dans un mélange contenant 95 % d'acétone et 5 % d'eau au moyen d'un viscosimètre Höppler. Historiquement, les divers types de nitrocellulose industrielle ont été mis au point seulement pour quelques-unes des viscosités prévues dans la norme. Étant donné qu'il est techniquement possible de fabriquer des produits présentant toutes les viscosités indiquées dans la norme, celles-ci ont été incluses en totalité dans les tableaux mais certaines cases demeurent vides.

A11.2.4 Les résultats de ces essais sont présentés en fonction de la teneur en flegmatisant pour l'isopropanol, l'éthanol, le butanol, l'eau et les chips de nitrocellulose contenant du plastifiant.

A11.3 Classification par catégorie pour les qualités de nitrocellulose définies par la norme, conformément au chapitre 2.17 du SGH (Matières explosives désensibilisées)

Tableau A11.1 : Type E, soluble dans les esters, d'une teneur en azote comprise entre 11,8 et 12,3 %^a

Type de nitrocellulose	Isopropanol 35 %	Isopropanol 30 %	Éthanol 35 %	Éthanol 30 %	Butanol 35 %	Butanol 30 %	Eau 35 %	Chips de nitrocellulose contenant 20 % de plastifiant
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 Source : Essais effectués par l'Institut fédéral de recherche et d'essais sur les matières (BAM) entre 1981 et 2011.

Tableau A11.2 : Type M, soluble en milieu alcoolique, d'une teneur en azote comprise entre 11,3 et 11,8 %^a

Type de nitrocellulose	Isopropanol 35 %	Isopropanol 30 %	Éthanol 35 %	Éthanol 30 %	Butanol 35 %	Butanol 30 %	Eau 35 %	Chips de nitrocellulose contenant 20 % de plastifiant
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)

^a Source : Essais effectués par l'Institut fédéral de recherche et d'essais sur les matières (BAM) entre 1981 et 2011.

Tableau A11.3 : Type A, soluble dans l'alcool, d'une teneur en azote comprise entre 10,7 et 11,3 %^a

Type de nitrocellulose	Isopropanol 35 %	Isopropanol 30 %	Éthanol 35 %	Éthanol 30 %	Butanol 35 %	Butanol 30 %	Eau 35 %	Chips de nitrocellulose contenant 20 % de plastifiant
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								

^a Source : Essais effectués par l'Institut fédéral de recherche et d'essais sur les matières (BAM) entre 1981 et 2011.