

## **TROISIÈME PARTIE**

# **PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX CLASSES 3 ET 4, À LA DIVISION 5.1 ET À LA CLASSE 9**



## 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 : 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>	<u>Page</u>
<b>30. INTRODUCTION À LA TROISIÈME PARTIE .....</b>	<b>333</b>
30.1 OBJET .....	333
30.2 DOMAINE D'APPLICATION .....	333
 <b>31. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX AÉROSOLS INFLAMMABLES DE LA CLASSE 2 .....</b>	 <b>335</b>
31.1 OBJET .....	335
31.2 DOMAINE D'APPLICATION .....	335
31.3 PROCÉDURES DE CLASSEMENT DES AÉROSOLS INFLAMMABLES .....	336
31.4 ÉPREUVE D'INFLAMMATION A DISTANCE POUR LES AÉROSOLS VAPORISÉS.....	340
31.5 ÉPREUVE D'INFLAMMATION DANS UN ESPACE CLOS.....	344
31.6 ÉPREUVE D'INFLAMMATION DES MOUSSES AÉROSOLS.....	348
 <b>32. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES LIQUIDES ET AUX LIQUIDES INFLAMMABLES DE LA CLASSE 3.....</b>	 <b>351</b>
32.1 OBJET .....	351
32.2 DOMAINE D'APPLICATION .....	351
32.3 PROCÉDURES DE CLASSEMENT.....	351
32.4 MÉTHODES D'ÉPREUVE UTILISÉES POUR DÉTERMINER LE POINT D'ÉCLAIR ET LA VISCOSITÉ .....	354
32.5 MÉTHODES D'ÉPREUVE POUR DÉTERMINER LA SÉPARATION DU SOLVANT ET LA COMBUSTION ENTRETENUE.....	356
32.5.1 Épreuve L.1 : Épreuve de séparation du solvant (ONU).....	356
32.5.2 Épreuve L.2 : Épreuve de combustion entretenue (ONU) .....	356

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

<u>Section</u>	<u>Page</u>
<b>33. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À LA CLASSE 4.....</b>	<b>361</b>
33.1 Introduction .....	361
33.2 <b>DIVISION 4.1</b> .....	361
33.2.1 MATIÈRES SOLIDES INFLAMMABLES .....	361
33.2.1.1 Objet .....	361
33.2.1.2 Domaine d'application.....	361
33.2.1.3 Procédure de classement pour les matières solides facilement inflammables.....	361
33.2.1.4 Épreuve N.1 : Méthode d'épreuve pour les matières solides facilement inflammables (ONU).....	363
33.2.2 (Réservé) .....	366
33.2.3 MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES SOLIDES DE LA DIVISION 4.1 .....	366
33.3 <b>DIVISION 4.2</b> .....	367
33.3.1 MATIÈRES SPONTANÉMENT INFLAMMABLES .....	367
33.3.1.1 Objet.....	367
33.3.1.2 Domaine d'application.....	367
33.3.1.3 Procédure de classement pour les matières sujettes à l'inflammation spontanée .....	367
33.3.1.4 Épreuve N.2 : Méthode d'épreuve pour les matières solides pyrophoriques (ONU).....	370
33.3.1.5 Épreuve N.3 : Méthode d'épreuve pour les liquides pyrophoriques (ONU).....	371
33.3.1.6 Épreuve N.4 : Méthode d'épreuve pour les matières auto-échauffantes (ONU).....	372
33.4 <b>DIVISION 4.3</b> .....	375
33.4.1 MATIÈRES QUI, AU CONTACT DE L'EAU, DÉGAGENT DES GAZ INFLAMMABLES.....	375
33.4.1.1 Objet.....	375
33.4.1.2 Domaine d'application.....	375
33.4.1.3 Procédure de classement pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables .....	375
33.4.1.4 Épreuve N.5 : Méthode d'épreuve pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables (ONU).....	375
<b>34. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES COMBURANTES DE LA DIVISION 5.1 .....</b>	<b>379</b>
34.1 OBJET .....	379
34.2 DOMAINE D'APPLICATION .....	379
34.3 PROCÉDURE DE CLASSEMENT.....	379
34.4 Méthodes d'épreuve pour les matières comburantes .....	380
34.4.1 Épreuve O.1 : Épreuve pour les matières comburantes solides (ONU).....	380
34.4.2 Épreuve O.2 : Épreuve pour les liquides comburants (ONU) .....	384
<b>35. Réservée pour les procédures de classement, les méthodes d'épreuve et les critères relatifs à la classe 6 .....</b>	<b>391</b>

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

<u>Section</u>	<u>Page</u>
36. Réservée pour les procédures de classement, les méthodes d'épreuve et les critères relatifs à la classe 7 .....	393
<b>37. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES DE LA CLASSE 8 .....</b>	<b>395</b>
37.1 OBJET .....	395
37.2 DOMAINE D'APPLICATION .....	395
37.3 PROCÉDURE DE CLASSEMENT .....	395
37.4 Méthodes d'épreuve pour les déterminer la corrosivité des métaux.....	395
37.4.1.1 Épreuve C.1 : Épreuve de détermination des propriétés corrosives des matières liquides et des matières solides qui peuvent se liquéfier au cours du transport en tant que marchandises dangereuses de la classe 8, groupe d'emballage III. ....	395
<b>38. PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À LA CLASSE 9 .....</b>	<b>399</b>
38.1 INTRODUCTION.....	399
38.2 Engrais au nitrate d'ammonium sujets à une décomposition autonome .....	399
38.2.1 Objet.....	399
38.2.2 Domaine d'application.....	399
38.2.3 Procédure de classement .....	399
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) .....	400
38.3 <b>PILES ET BATTERIES AU LITHIUM .....</b>	<b>404</b>
38.3.1 Objet.....	404
38.3.2 Domaine d'application.....	404
38.3.4 Mode opératoire .....	408
38.3.4.1 Épreuve T.1 : Simulation d'altitude.....	408
38.3.4.2 Épreuve T.2 : Épreuve thermique.....	408
38.3.4.3 Épreuve T.3 : Vibrations .....	409
38.3.4.4 Épreuve T.4 : Choc.....	409
38.3.4.5 Épreuve T.5 : Court-circuit externe.....	410
38.3.4.6 Épreuve T.6 : Impact.....	410
38.3.4.7 Épreuve T.7 : Surcharge.....	411
38.3.4.8 Épreuve T.8 : Décharge forcée.....	411



## 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 et disposition spéciale 63 du chapitre 3.3 du Règlement type);
- b) liquides inflammables et matières explosibles désensibilisées liquides de la classe 3 (voir la section 32 du présent Manuel et le chapitre 2.3 du Règlement type);
- c) matières solides facilement inflammables et matières explosibles désensibilisées solides de la division 4.1 (voir la sous-section 33.2 du présent Manuel et le chapitre 2.4 du Règlement type);
- d) matières pyrophoriques et matières auto-échauffantes de la division 4.2 (voir la sous-section 33.3 du présent Manuel et le chapitre 2.4 du Règlement type);
- e) matières de la division 4.3 qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables (voir la sous-section 33.4 du présent Manuel et le chapitre 2.4 du Règlement type);
- f) matières comburantes de la division 5.1 (voir la section 34 du présent Manuel et le chapitre 2.5 du Règlement type);
- g) propriétés corrosives des matières de la classe 8 (voir la section 37 du présent Manuel et le chapitre 2.8 du Règlement type);
- h) engrais au nitrate d'ammonium sujets à une décomposition autonome de la classe 9 (voir la sous-section 38.2 du présent Manuel);
- i) piles et batteries au lithium de la classe 9 (voir la sous-section 38.3 du présent Manuel).

30.1.2 La troisième partie contient quelques procédures de classement, méthodes d'épreuve et critères qui figurent également dans le Règlement type. Les sections 35 et 36 sont réservées, en vue d'une expansion future éventuelle concernant les classes 6 et 7 respectivement.

#### 30.2 **Domaine d'application**

La procédure de classement appropriée doit être entreprise avant qu'un nouveau produit soit présenté au transport. 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 risque subsidiaire.





## SECTION 31

### PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX AÉROSOLS INFLAMMABLES DE LA CLASSE 2

#### 31.1 Objet

31.1.1 La présente section présente le système ONU de classement des aérosols inflammables. 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, 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 le danger relatif que représentent les aérosols inflammables, 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 répondant aux prescriptions de la section 6.2.4 du Règlement type, 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;

*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. Les procédures de classement, méthodes d'épreuve et critères relatifs aux solides inflammables de la division 4.1 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 présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement énoncées au chapitre 3.3 (disposition spéciale 63) du Règlement type, et, en ce qui concerne l'inflammabilité, devraient être soumis à la procédure de classement de la présente section. La procédure de classement doit être appliquée avant que le nouveau produit ne soit présenté au transport.

**NOTA:** Les générateurs d'aérosols qui ne sont pas soumis aux procédures de classement de la présente sous-section doivent être classés comme extrêmement inflammables.

### 31.3 Procédure de classement des aérosols inflammables

31.3.1 Les aérosols doivent être classés comme 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 s'il contient au moins 85 % de composants inflammables et si la chaleur chimique de combustion est égale ou supérieure à 30 kJ/g;
- b) Un aérosol est classé comme ininflammable 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 être faite sur la base de la valeur de la chaleur chimique de combustion et des résultats de l'épreuve d'inflammation à distance, comme suit:

- a) Si la chaleur chimique de combustion est inférieure à 20 kJ/g:
  - i) L'aérosol est classé comme inflammable si l'inflammation se produit à une distance égale ou supérieure à 15 cm mais inférieure à 75 cm;
  - ii) L'aérosol est classé comme extrêmement inflammable si l'inflammation se produit à une distance égale ou supérieure à 75 cm;
  - iii) Si aucune inflammation ne se produit, il faut recourir à l'épreuve d'inflammation dans un espace clos et dans ce cas, l'aérosol est classé comme inflammable si le temps d'inflammation est inférieur ou égal à 300 s/m<sup>3</sup> ou si la densité de déflagration est inférieure ou égale à 300 g/m<sup>3</sup>; dans le cas contraire, l'aérosol est classé comme ininflammable;
- b) Si la chaleur effective de combustion est égale ou supérieure à 20 kJ/g, l'aérosol est classé comme extrêmement inflammable si l'inflammation se produit à une distance égale ou supérieure à 75 cm; dans le cas contraire, l'aérosol est classé comme inflammable.

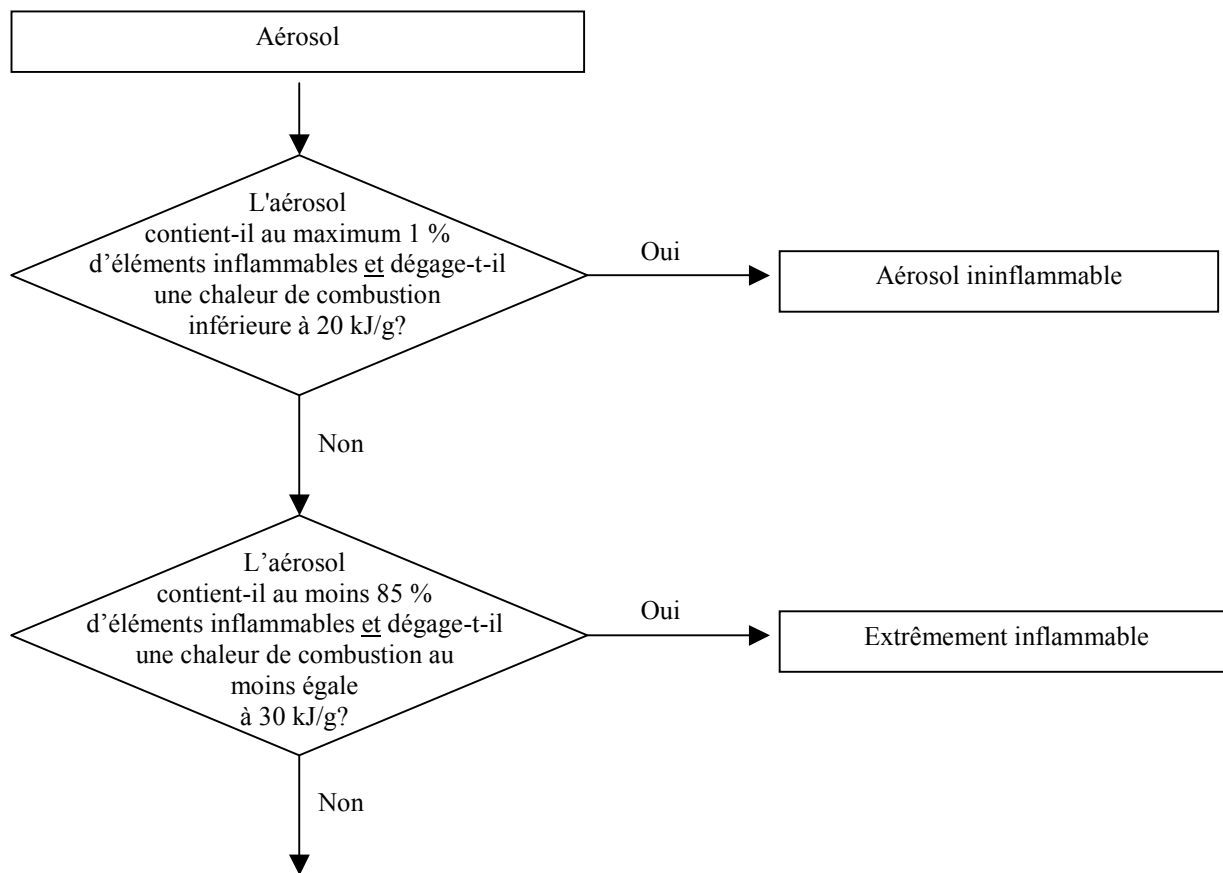
31.3.3 La chaleur chimique de combustion doit être déterminée conformément à une des méthodes décrites dans les normes suivantes: ASTM D 240, ISO/FDIS 13943:1999 (E/F) 86.1 à 86.3 et NFPA 30B.

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).

- a) L'aérosol doit être classé comme extrêmement inflammable:
  - i) Si la flamme a une hauteur égale ou supérieure à 20 cm et si sa durée est égale ou supérieure à 2 s; ou
  - ii) Si la flamme a une hauteur égale ou supérieure à 4 cm et si sa durée est égale ou supérieure à 7 s;
- b) Les aérosols qui ne satisfont pas à la condition a) sont classés comme inflammables si la flamme a une hauteur égale ou supérieure à 4 cm et si sa durée est égale ou supérieure à 2 secondes.

31.3.5 Les critères de classement pour les aérosols, les aérosols vaporisés et les mousses d'aérosols sont résumés 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**



Pour les aérosols vaporisés, passer à la Figure 31.2.  
Pour les mousses d'aérosols, passer à la Figure 31.3.

**Figure 31.2 : PROCÉDURE POUR LE CLASSEMENT DES AÉROSOLS VAPORISÉS**

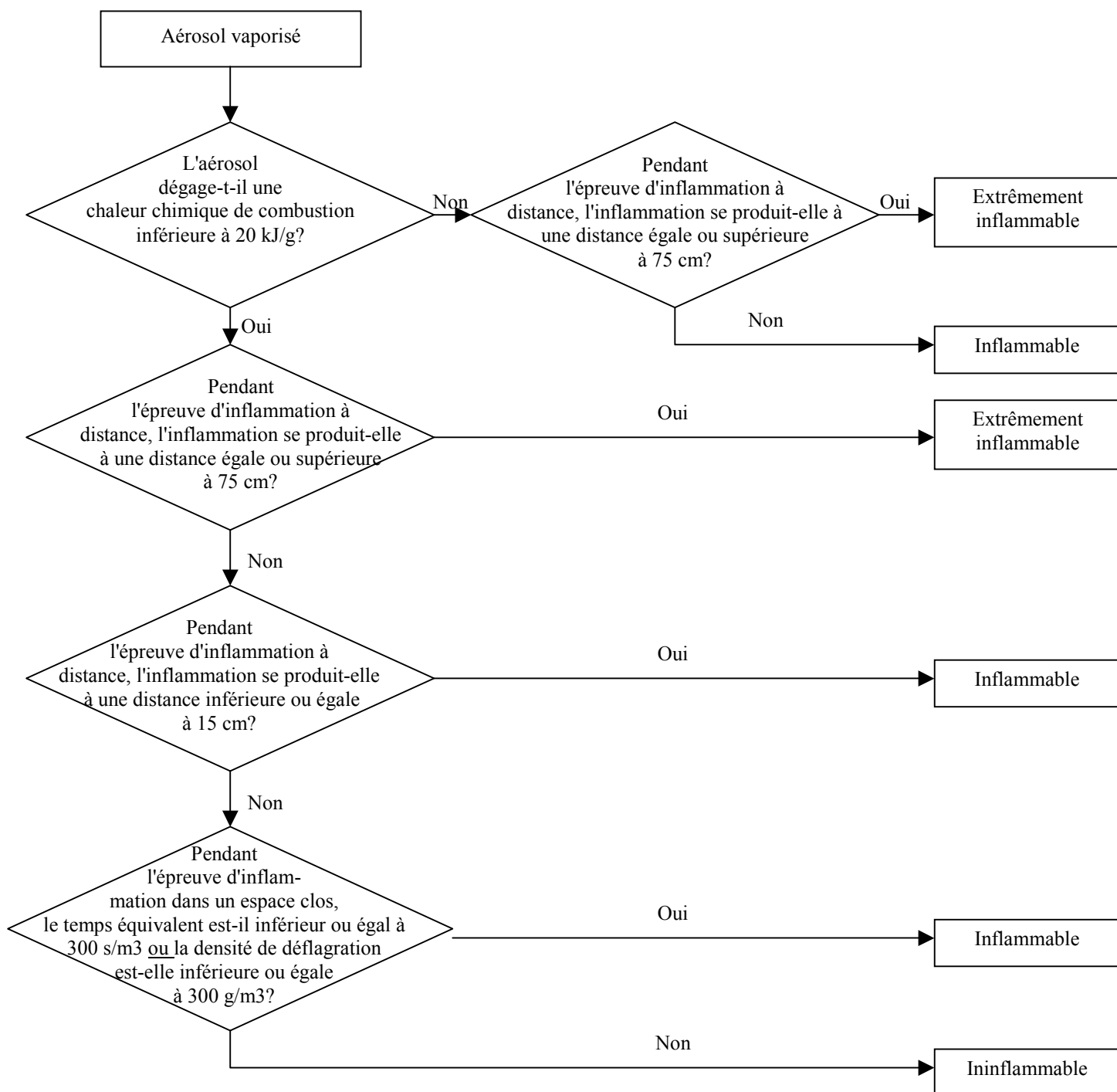
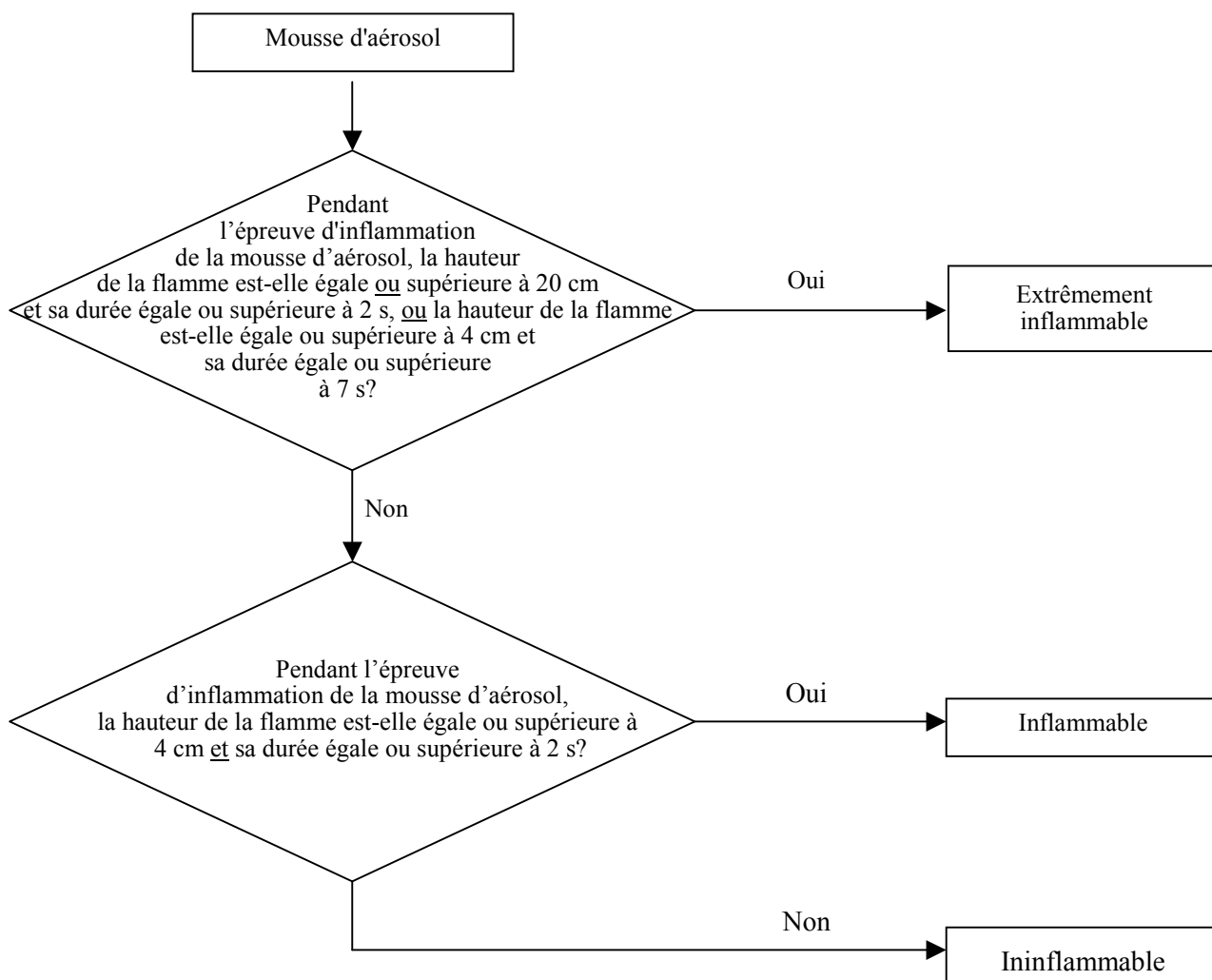


Figure 31.3 : PROCÉDURE POUR LE CLASSEMENT DES MOUSSES D'AÉROSOLS



## 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  $20 \pm 5$  °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  $20^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , 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  $20^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$  (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									°C
		Humidité relative									%
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 comme inflammables, extrêmement inflammables ou ininflammables conformément aux critères suivants:

- a) Un aérosol avec une chaleur chimique de combustion inférieure à 20 kJ/g est classé comme inflammable si l'inflammation se produit à une distance supérieure ou égale à 15 cm mais inférieure à 75 cm;
- b) Un aérosol avec une chaleur chimique de combustion inférieure à 20 kJ/g est classé comme extrêmement inflammable si l'inflammation se produit à une distance supérieure ou égale à 75 cm;
- c) Si pour un aérosol avec une chaleur chimique de combustion inférieure à 20 kJ/g aucune inflammation ne se produit, il faut recourir à l'épreuve d'inflammation dans un espace clos énoncée à la sous-section 31.5 du présent Manuel;
- d) Un aérosol avec une chaleur chimique de combustion supérieure ou égale à 20 kJ/g, est classé comme extrêmement inflammable si l'inflammation se produit à une distance supérieure ou égale à 75 cm; dans le cas contraire, l'aérosol est classé comme inflammable.

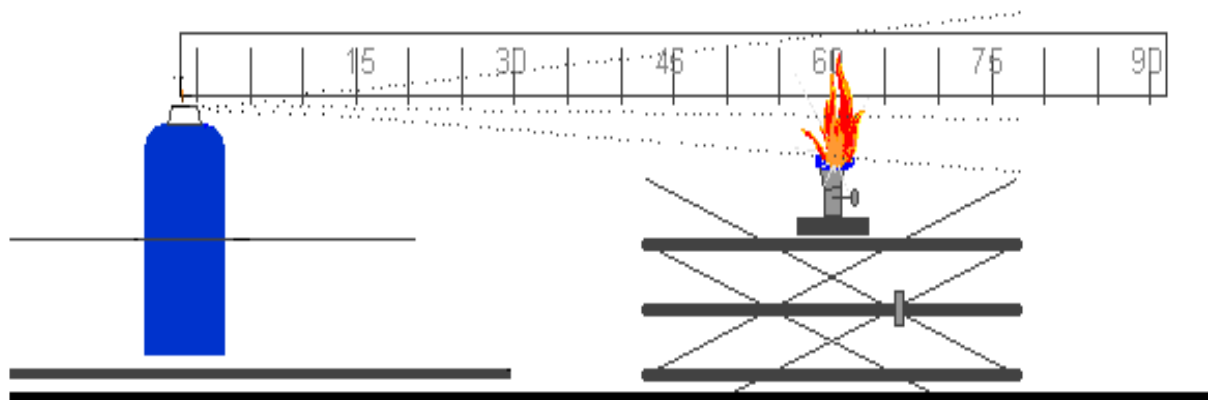


Figure 31.4.1 : INSTALLATION POUR L'ÉPREUVE D'INFLAMMATION À DISTANCE

### 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: $\pm 1$ °C)
Balance de laboratoire étalonnée	(précision: $\pm 0,1$ g)
Thermomètre	(précision: $\pm 1$ °C)
Hygromètre	(précision: $\pm 5$ %)
Baromètre	(précision: $\pm 0,1$ bar)
Récipient d'essai cylindrique	(voir ci-dessous).

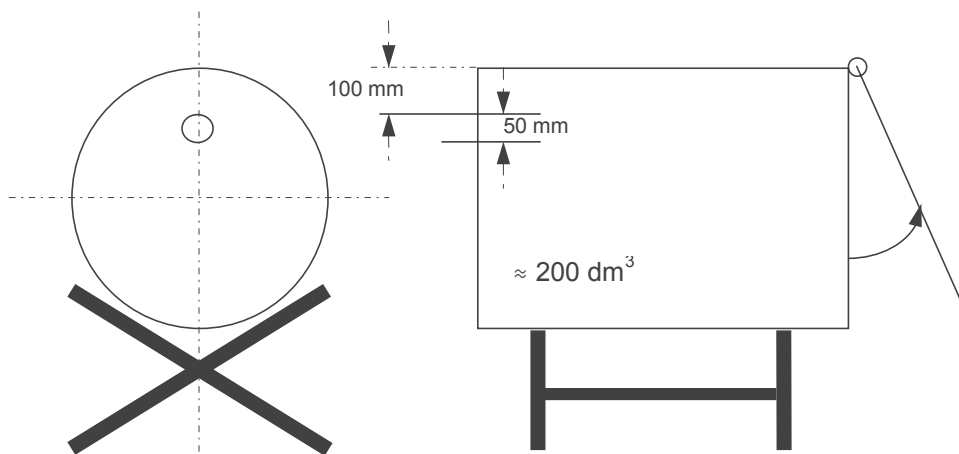
#### 31.5.2.2 Préparation de l'appareillage pour l'épreuve

31.5.2.2.1 Un récipient cylindrique d'une contenance d'environ 200 dm<sup>3</sup> (55 gallons) et d'environ 600 mm de diamètre par 720 mm de long, ouvert à une extrémité, doit être modifié comme suit:

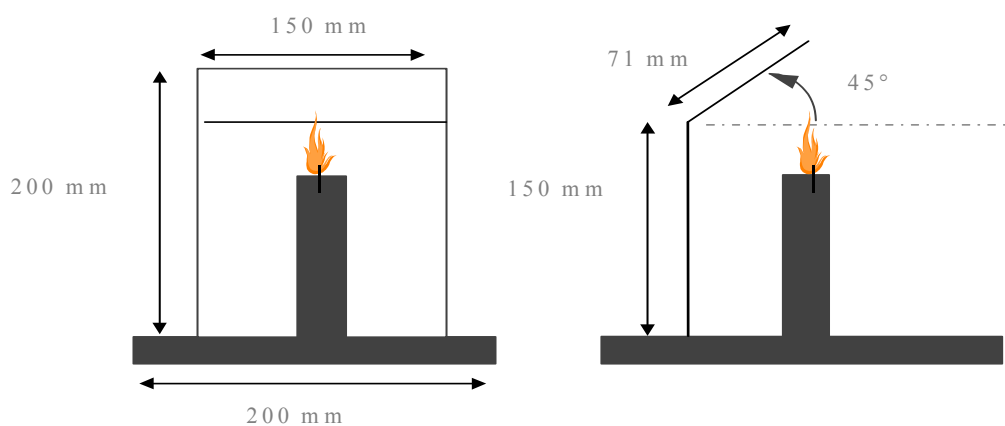
- Un couvercle articulé doit être adapté à l'extrémité ouverte du récipient; ou
- Un film plastique de 0,01 à 0,02 mm d'épaisseur peut aussi être utilisé comme système de fermeture. Si tel est le cas, le film plastique doit être utilisé comme suit:

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;

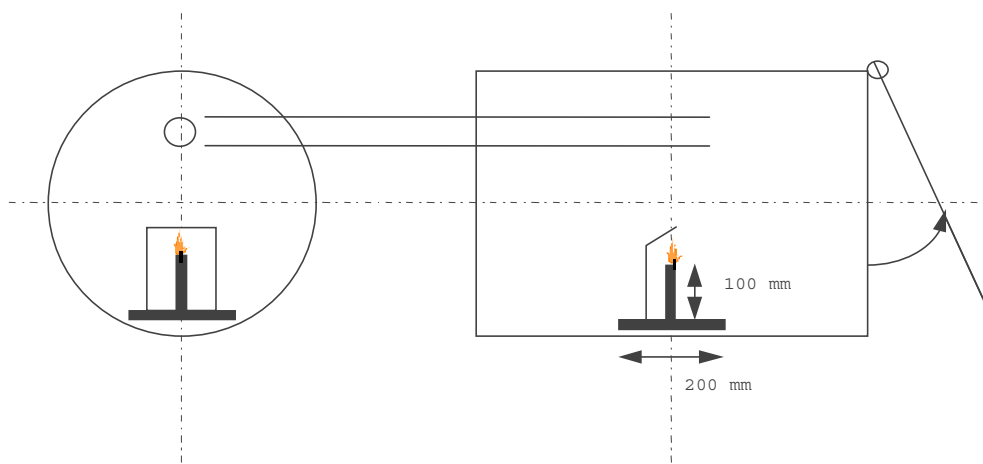
- c) À l'autre extrémité du fût, percer un trou de 50 mm de diamètre, à 100 mm du bord, de telle sorte que cet orifice soit le point le plus haut lorsque le récipient est posé à plat et prêt pour l'épreuve (figure 31.5.1);
- d) Sur un support métallique de 200 mm × 200 mm, placer une bougie à la cire 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);
- e) La bougie placée sur le support métallique doit être située à mi-distance entre les deux extrémités du fût (Figure 31.5.3);
- f) Le fût est posé à même le sol ou sur un support, dans un endroit où la température est comprise entre 15° et 25 °C. L'aérosol soumis à l'épreuve est vaporisé à l'intérieur du fût, d'une contenance approximative de 200 dm<sup>3</sup>, dans lequel sera placée la source d'inflammation.



**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**

31.5.2.2.2 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.

### **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  $20 \pm 5$  °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  $20 \pm 1$  °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 dm<sup>3</sup>;
- 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  $20 \pm 1$  °C (afin d'éliminer les générateur 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 dm<sup>3</sup>);

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 Un aérosol avec une chaleur chimique de combustion inférieure à 20 kJ/g pour lequel aucune inflammation ne se produit lors de l'épreuve d'inflammation à distance (voir sous-section 31.4 du présent Manuel) est classé comme inflammable si le temps équivalent est inférieur ou égal à 300 s/m<sup>3</sup> ou si la densité de déflagration est inférieure ou égale à 300 g/m<sup>3</sup>; dans le cas contraire, l'aérosol est classé comme ininflammable.

## 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: $\pm 0,2$ s)
Bougie, allumette ou briquet, par exemple	
Balance de laboratoire étalonnée	(précision: $\pm 0,1$ g)
Bain d'eau maintenu à 20 °C	(précision: $\pm 1$ °C)
Thermomètre	(précision: $\pm 1$ °C)
Hygromètre	(précision: $\pm 5$ %)
Baromètre	(précision: $\pm 0,1$ 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  $20^{\circ} \pm 5$  °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  $20^{\circ} \pm 1$  °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  $20 \pm 1$  °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 L'aérosol doit être classé comme extrêmement inflammable si la hauteur de flamme est supérieure ou égale à 20 cm et la durée de flamme est supérieure ou égale à 2 s; ou si la durée de flamme est supérieure ou égale à 7 s et la hauteur de flamme est supérieure ou égale à 4 cm.



## SECTION 32

### PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES EXPLOSIBLES DÉSENSIBILISÉES LIQUIDES ET AUX LIQUIDES INFLAMMABLES DE LA CLASSE 3

#### 32.1 **Objet**

Cette section présente le système ONU de classement des matières explosibles désensibilisées liquides et des liquides inflammables de la classe 3 (voir le chapitre 2.3 du Règlement type). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés au chapitre 2.3 du Règlement type et les méthodes d'épreuve décrites aux sections 32.4 et 32.5 du présent Manuel.

#### 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 inscrites dans cette classe comme liquides inflammables que les matières dont le point d'éclair ne dépasse pas 60,5 °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 qui n'entretiennent pas la combustion ne sont pas à considérer comme des liquides inflammables aux fins du Règlement type.

32.2.3 Les liquides inflammables inscrits par leur nom (chapitre 3.2 du Règlement type) dans cette classe 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 60,5 °C en creuset fermé ou plus de 65,6 °C en creuset ouvert soient présentés au transport en tant que produits commerciaux 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 relèvent en fait du groupe d'emballage II 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 des matières en question.

32.2.5 Les liquides sont tenus pour non combustibles aux fins du Règlement type (c'est-à-dire qu'ils n'entretiennent pas la combustion dans des conditions d'épreuve définies) s'ils ont satisfait à une 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 dans un groupe d'emballage, selon le degré de danger, les liquides présentant un risque du fait de leur inflammabilité.

32.3.1.2 Pour les liquides dont le seul risque 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 risques, il faudra prendre en considération le groupe indiqué au tableau 32.1 et le groupe lié à la gravité du ou des risques supplémentaires. Pour classer correctement ce liquide, 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 risque le plus grave qui sera retenu.

**Tableau 32.1 : CLASSEMENT PAR GROUPE EN FONCTION DE L'INFLAMMABILITÉ**

Groupe d'emballage	Point d'éclair (en creuset fermé)	Point initial d'ébullition
I	-	≤35 °C
II	< 23 °C	> 35 °C
III	≥ 23 °C, ≤60,5 °C	> 35 °C

32.3.1.4 Les matières classées parmi les liquides inflammables du fait qu'elles sont transportées ou présentées au transport à des températures élevées sont affectées au groupe d'emballage III.

32.3.1.5 Les matières visqueuses dont le point d'éclair est de moins de 23 °C peuvent être classées dans le groupe d'emballage III, conformément aux paragraphes 32.3.1.7 et 32.4.2.

32.3.1.6 Les matières visqueuses :

- a) dont le point d'éclair est égal ou supérieur à 23 °C et égal ou inférieur à 60,5 °C;
- b) qui ne sont ni toxiques ni corrosives;
- c) qui ne contiennent pas plus de 20 % de nitrocellulose à condition que la nitrocellulose ne contienne pas plus de 12,6 % d'azote (masse sèche); et
- d) qui sont emballées dans des récipients de contenance inférieure ou égale à 450 litres;

ne sont pas soumises au Règlement type si :

- a) Dans l'épreuve de séparation du solvant (voir 32.5.1), la hauteur de la couche séparée de solvant est inférieure à 3 % de la hauteur totale; et
- b) Le temps d'écoulement dans l'épreuve de viscosité (voir 32.4.3) avec un ajutage de 6 mm est égal ou supérieur à :
  - i) 60 secondes; ou
  - ii) 40 secondes si les matières visqueuses contiennent au plus 60 % de matières de la classe 3.

32.3.1.7 Les liquides inflammables visqueux tels que les peintures, vernis, émaux, laques, adhésifs, produits de polissage ayant un point d'éclair de moins de 23 °C sont affectés au groupe d'emballage III, à condition que :

- a) dans l'épreuve de séparation du solvant la couche de solvant soit de moins de 3 %;
- b) le mélange ne contienne aucune matière présentant un risque principal ou un risque subsidiaire de la division 6.1 ou de la classe 8;

c) la viscosité et le point d'éclair soient conformes au tableau suivant :

Temps d'écoulement (secondes)	Diamètre d'ajutage (mm)	Point d'éclair (°C)
$20 < t \leq 60$	4	Plus de 17
$60 < t \leq 100$	4	Plus de 10
$20 < t \leq 32$	6	Plus de 5
$32 < t \leq 44$	6	Plus de -1
$44 < t \leq 100$	6	Plus de -5
$100 < t$	6	-5 et moins

d) la contenance du récipient utilisé ne dépasse pas 450 litres.

### 32.3.2 *Matières explosibles désensibilisées liquides*

32.3.2.1 Cette sous-section présente le système ONU de classement des matières désensibilisées liquides de la classe 3 (voir le paragraphe 2.3.1.4 du Règlement type). 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 Les nouveaux produits qui sont thermiquement stables et possèdent, ou sont présumés posséder, des propriétés explosives doivent d'abord être considérés comme susceptibles d'être affectés à la classe 1 et faire l'objet, en cas de besoin, d'une procédure d'affectation à la classe 1.

32.3.2.3 Lorsqu'une matière est affectée à la classe 1 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 classement ou à la définition d'une autre classe ou division, doit être classée dans cette classe ou division à la concentration la plus élevée qui l'exempte de la classe 1. Suffisamment diluées, ces matières peuvent être réputées non dangereuses (voir aussi le paragraphe 2.1.3.5.3 du Règlement type).

## 32.4 Méthodes d'épreuve utilisées pour déterminer le point d'éclair et la viscosité

### 32.4.1 *Liquides inflammables non visqueux*

La liste suivante énumère des documents qui décrivent les méthodes utilisées dans certains pays pour déterminer le point d'éclair des matières de la classe 3 :

Allemagne (Deutsches Institut für Normung, Burggrafenstr 6, D-10787 Berlin) :

Norme DIN 51755 (points d'éclair inférieurs à 65 °C)

Norme DIN EN 22719 (points d'éclair supérieurs à 5 °C)

Norme DIN 53213 (pour les vernis, laques et autres liquides visqueux analogues dont le point d'éclair est inférieur à 65 °C)

États-Unis d'Amérique (American Society for Testing Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Penna 19103) :

ASTM D 3828-93, Standard Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Tester

ASTM D 56-93, Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Tester

ASTM D 3278-96, Standard Test Methods for Flash Point of Liquids by Setaflash Closed-Cup Apparatus

ASTM D 0093-96, Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed-Cup Tester

Fédération de Russie (Comité d'État pour la normalisation, Conseil des ministres, 113813, GSP, Moscou, M - 49 Leninsky Prospect, 9) :

GOST 12.1.044-84

France (Association française de normalisation, AFNOR, Tour Europe, 92049 Paris La Défense cedex) :

Norme française NF M 07 - 019

Normes françaises NF M 07 - 011 / NFT 30 - 050 / NFT 66 - 009

Norme française NF M 07 - 036

Pays-Bas :

ASTM D 93-90

ASTM D 3278-89

ISO 1516

ISO 1523

ISO 3679

ISO 3680

Royaume-Uni (British Standards Institution, Linford Wood, Milton Keynes, MK14 6LE) :

British Standard BS EN 22719

British Standard BS 2000 Part 170

### 32.4.2 *Matières visqueuses inflammables ayant un point d'éclair de moins de 23 °C*

32.4.2.1 Le groupe de danger des peintures, vernis, émaux, laques, adhésifs, produits de polissage et autres matières visqueuses inflammables de la classe 3 ayant un point d'éclair de moins de 23 °C est établi 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);
- 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 par la méthode ISO correspondant 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 ayant un point d'éclair inférieur à 23 °C.

#### *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 32.3.1.6 et 32.3.1.7).

### **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. La figure 32.5.2.1 montre un appareil correspondant à cette description et les figures 32.5.2.1 et 32.5.2.2 en donnent le schéma succinct. 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.<sup>1</sup>

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.

---

<sup>1</sup> **Attention : ne pas exécuter l'épreuve dans une petite enceinte confinée (par exemple, boîte à gants) en raison du risque 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*

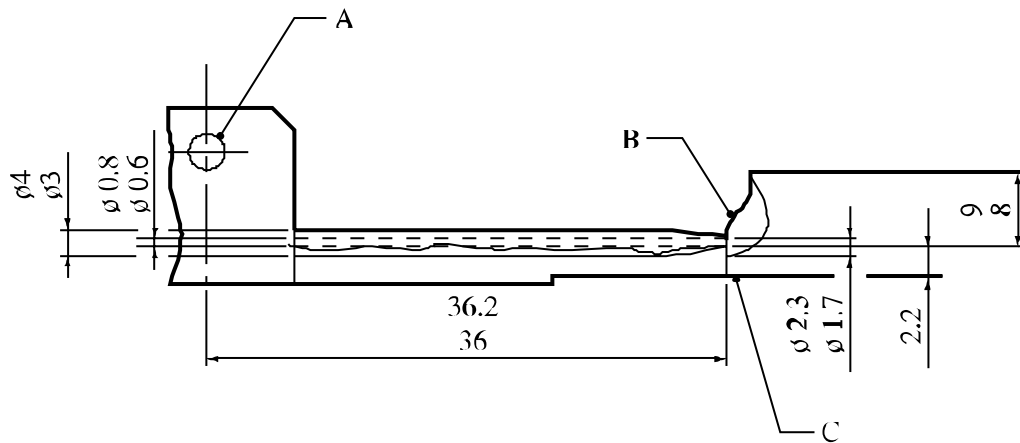
Selon les résultats, la matière sera considérée comme entretenant ou n'entretenant pas la combustion. On considérera qu'il y a combustion entretenue selon la durée de chauffage ou la température d'épreuve si l'on observe ce qui suit pour l'une quelconque des portions d'essai :

- 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 se poursuit. En cas de doute, la matière doit être réputée entretenir la combustion.







- 
- (A) Arrivée de gaz (butane)
  - (B) Flamme d'épreuve
  - (C) Cavité à échantillon
- 

**Figure 32.5.2.2 : BEC À GAZ ET FLAMME**

## SECTION 33

### PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À LA CLASSE 4

#### 33.1 Introduction

La section 33 du Manuel d'épreuves comprend les procédures de classement, les méthodes d'épreuve et les critères pour les matières et objets de la classe 4 (sauf les matières autoréactives de la division 4.1 - voir la deuxième partie du Manuel).

#### 33.2 Division 4.1

##### 33.2.1 *Matières solides inflammables*

###### 33.2.1.1 *Objet*

33.2.1.1.1 La section 33.2.1.3 présente le système ONU de classement des matières solides facilement inflammables de la division 4.1 (voir la sous-section 2.4.2.2 du Règlement type). 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, le diagramme de décision que reproduit la figure 33.2.1.3 et les méthodes d'épreuve décrites à la section 33.2.1.4 du présent Manuel.

33.2.1.1.2 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 division 4.1.

33.2.1.1.3 Les procédures d'épreuve décrites dans le présent document et dans le Règlement type 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 en vue de leur transport.

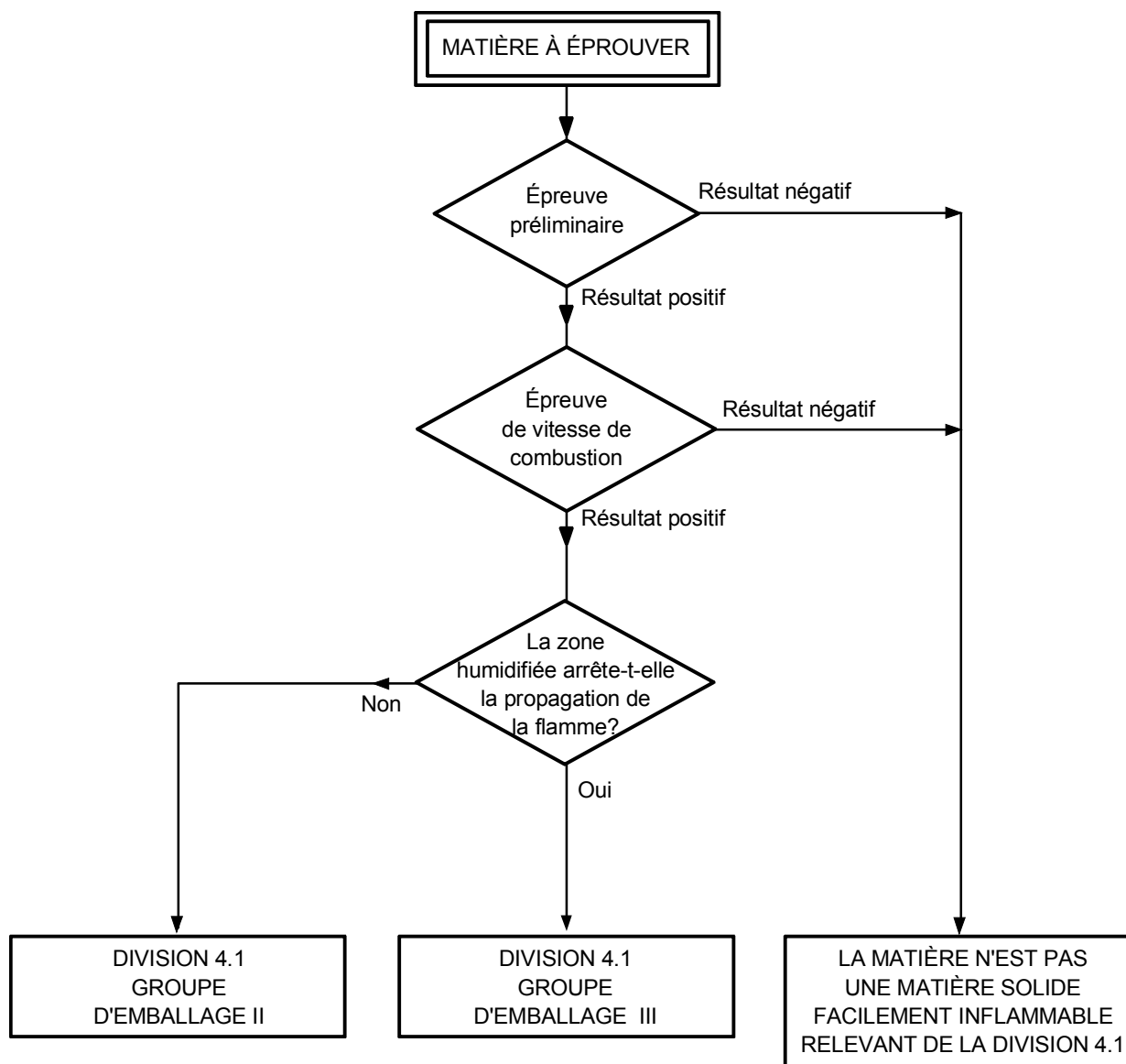
###### 33.2.1.2 *Domaine d'application*

33.2.1.2.1 Les nouveaux produits présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement énoncées aux paragraphes 2.4.2.2.2 et 2.4.2.2.3 du Règlement type, sauf si cela est impossible (par exemple pour des raisons liées à l'état physique). Les matières ou objets qui ne peuvent pas être éprouvés sont à classer par analogie avec les rubriques existantes (voir le paragraphe 2.4.2.2.2 du Règlement type). La procédure de classement doit être appliquée avant que le nouveau produit ne soit présenté au transport.

###### 33.2.1.3 *Procédure de classement pour les matières solides facilement inflammables*

33.2.1.3.1 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.

33.2.1.3.2 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 facilement inflammable appartenant à la division 4.1. 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 facilement inflammable de la division 4.1 et, dans l'affirmative, dictent son affectation au groupe d'emballage II ou III.



**FIGURE 33.2.1.3 : DIAGRAMME DE DÉCISION POUR L'AFFECTION DES MATIÈRES SOLIDES FACILEMENT INFLAMMABLES (à l'exception des poudres métalliques) À LA DIVISION 4.1**

### 33.2.1.4 *Épreuve N. 1 : Méthode d'épreuve pour les matières solides facilement inflammables*

#### 33.2.1.4.1 *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.

#### 33.2.1.4.2 *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 33.2.1.4.1). Une plaque étanche, non combustible et de faible conductivité thermique est utilisée pour soutenir l'échantillon sur toute sa longueur.

#### 33.2.1.4.3 *Mode opératoire*

##### 33.2.1.4.3.1 *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 33.2.1.4.3.2.

##### 33.2.1.4.3.2 *Épreuve de vitesse de combustion*

33.2.1.4.3.2.1 On verse dans le moule la matière en poudre ou en granulés, 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 mm<sup>2</sup> 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.

33.2.1.4.3.2.2 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.

33.2.1.4.3.2.3 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.

#### 33.2.1.4.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

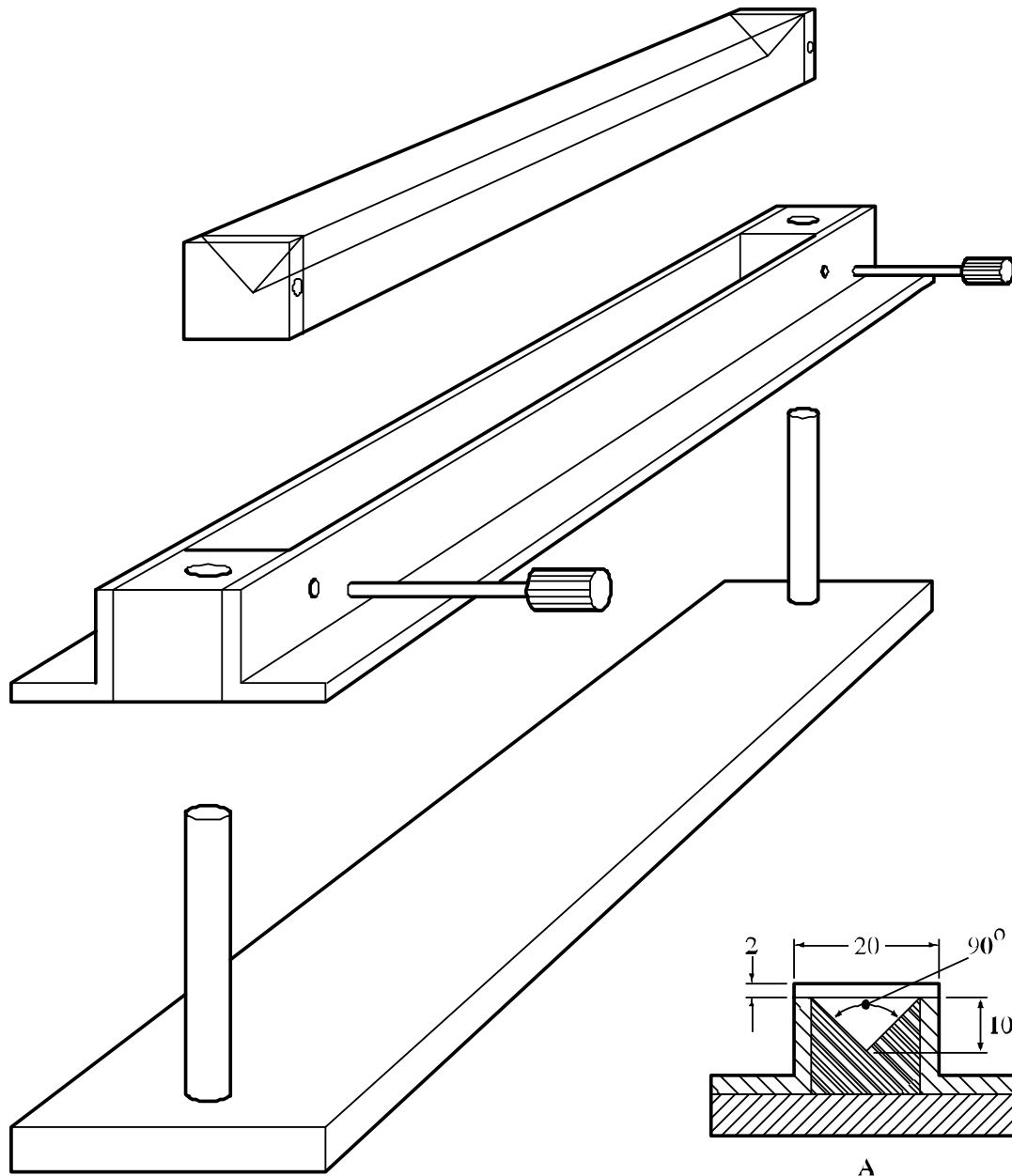
33.2.1.4.4.1 Une matière en poudre, en granulés ou en pâte est classée dans la division 4.1 si la durée de combustion, lors d'un ou plusieurs essais exécutés conformément à la méthode d'épreuve décrite sous 33.2.1.4.3.2, est inférieure à 45 s, ou en d'autres termes si la vitesse de combustion est supérieure 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 en 10 min ou moins.

33.2.1.4.4.2 Les matières solides facilement combustibles (autres que les poudres métalliques) doivent être affectées au groupe d'emballage II 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 si la zone de réaction se propage sur toute la largeur de l'échantillon en 5 min ou moins.

33.2.1.4.4.3 Les matières solides facilement combustibles (autres que les poudres métalliques) doivent être affectées au groupe d'emballage III 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 si la réaction se propage sur toute la longueur de l'échantillon en plus de 5 min mais moins de 10 minutes.

#### 33.2.1.4.5 *Exemples de résultats*

<b>Matière</b>	<b>Durée de combustion préliminaire (s)</b>	<b>Durée de combustion (s)</b>	<b>Délai dû à la barrière (zone humidifiée) (s)</b>	<b>Résultat</b>
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 88% de sel de zinc (Mancozèbe)	-	102	-	Pas 4.1
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 80% de sel de zinc (Mancozèbe)	-	145	-	Pas 4.1
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 75% de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation	-	-	Pas 4.1



---

(A) Longueur du moule : 250 mm

---

**Figure 33.2.1.4.1 : MOULE ET ACCESSOIRES SERVANT À PRÉPARER LE TAS POUR L'ÉPREUVE DE VITESSE DE COMBUSTION**

33.2.2 (Réservé)

**33.2.3 *Matières explosibles désensibilisées solides de la division 4.1***

33.2.3.1 Cette sous-section présente le système ONU de classement des matières explosibles désensibilisées de la division 4.1 (voir la sous-section 2.4.2.4 du Règlement type). 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.

33.2.3.2 Les nouveaux produits qui sont thermiquement stables et possèdent, ou sont présumés posséder, des propriétés explosives doivent d'abord être considérés comme susceptibles d'être affectés à la classe 1 et faire l'objet, en cas de besoin, d'une procédure d'affectation à la classe 1.

33.2.3.3 Lorsqu'une matière est affectée à la classe 1 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 classement ou à la définition d'une autre classe ou division, doit être classée dans cette classe ou division à la concentration la plus élevée qui l'exempte de la classe 1. Suffisamment diluées, ces matières peuvent être réputées non dangereuses (voir aussi le paragraphe 2.1.3.5.3 du Règlement type).



### **33.3 Division 4.2**

#### **33.3.1 *Matières spontanément inflammables***

##### **33.3.1.1 *Objet***

33.3.1.1.1 La section 33.3 présente le système ONU de classement des matières spontanément inflammables de la division 4.2 (voir la section 2.4.3 du Règlement type). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés aux sous-sections 2.4.3.2 et 2.4.3.3 du Règlement type et les méthodes d'épreuve décrites dans les sous-sections 33.3.1.4 à 33.3.1.6 du présent Manuel.

33.3.1.1.2 Les épreuves doivent servir à distinguer deux types de matières ayant des propriétés d'inflammation spontanée :

- a) Les matières, y compris les mélanges et solutions (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.

33.3.1.1.3 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 en vue de leur transport.

##### **33.3.1.2 *Domaine d'application***

33.3.1.2.1 Les nouveaux produits présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement énoncées aux sous-sections 2.4.3.2 et 2.4.3.3 du Règlement type, sauf si cela est impossible (par exemple à cause de propriétés physiques). La procédure de classement doit être appliquée avant que le nouveau produit ne soit présenté au transport.

##### **33.3.1.3 *Procédure de classement pour les matières sujettes à l'inflammation spontanée***

###### **33.3.1.3.1 *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 33.3.1.4 du présent Manuel. Les résultats de l'épreuve montrent si une matière est un solide pyrophorique de la division 4.2. Toutes les matières solides pyrophoriques sont affectées au groupe d'emballage I.

###### **33.3.1.3.2 *Liquides pyrophoriques***

On effectue une épreuve pour déterminer si le liquide s'enflamme lorsqu'il est mélangé à une charge inerte et 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 33.3.1.5 du présent Manuel. Les résultats de l'épreuve déterminent si la matière est un liquide pyrophorique de la division 4.2. Tous les liquides pyrophoriques sont affectés au groupe d'emballage I.

### 33.3.1.3.3 Matières auto-échauffantes

33.3.1.3.3.1 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 33.3.1.3.3.1 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 m<sup>3</sup>. Les matières ayant une température d'inflammation spontanée supérieure à 50 °C pour un volume de 27 m<sup>3</sup> ne doivent pas être affectées à la division 4.2. Les matières ayant une température d'inflammation spontanée supérieure à 50 °C pour un volume de 450 litres ne doivent pas être affectées à la division 4.2, groupe d'emballage II. La méthode d'épreuve recommandée est décrite à la section 33.3.1.6 du présent Manuel.

33.3.1.3.3.2 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 relevant de la division 4.2.

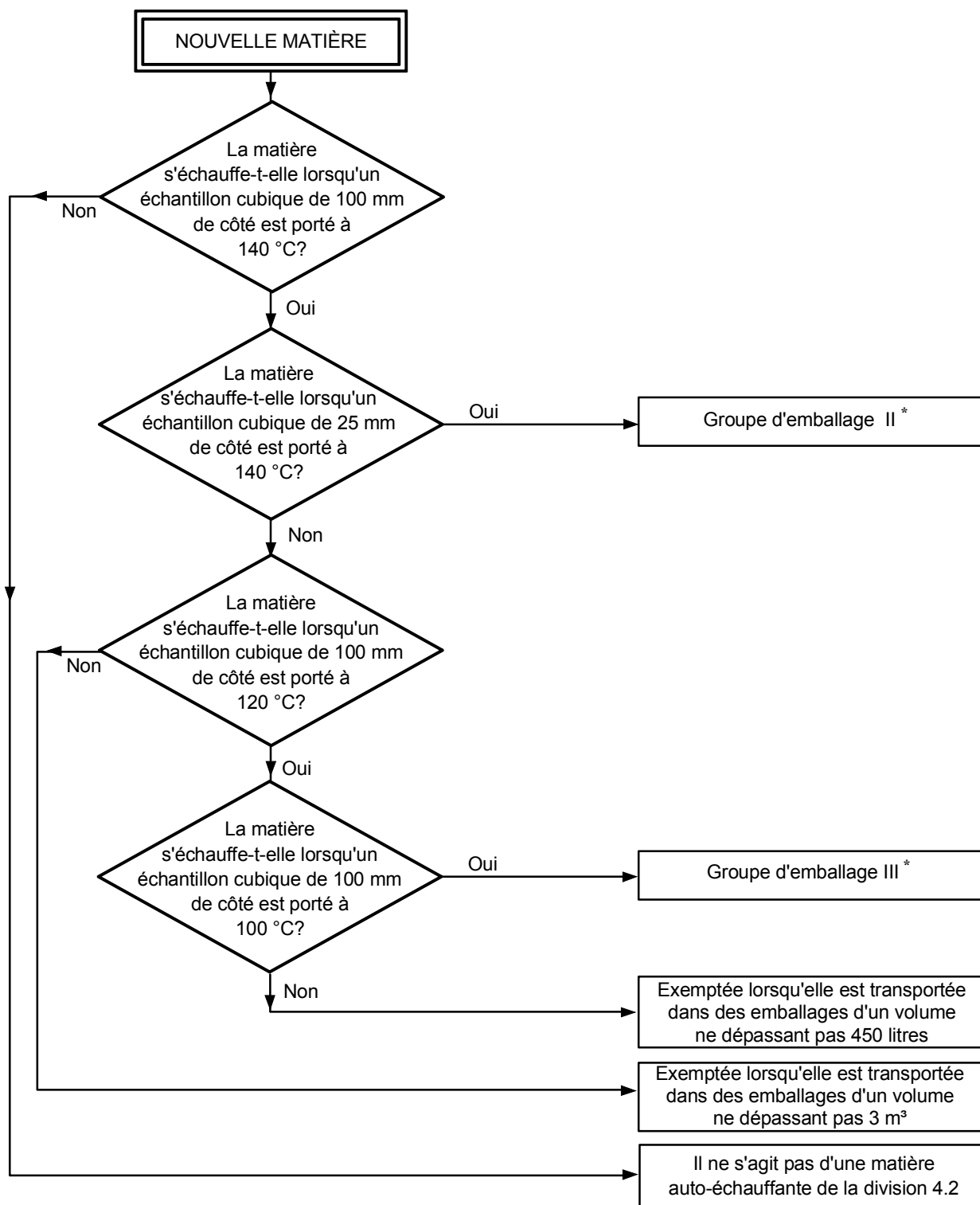
33.3.1.3.3.3 Si l'échantillon cubique de 100 mm de côté subit un auto-échauffement dangereux à 140 °C, une épreuve doit alors être effectuée au moyen d'un échantillon cubique de 25 mm de côté à 140 °C pour déterminer si la matière doit être affectée au groupe d'emballage II.

33.3.1.3.3.4 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 transportée dans des colis ne dépassant pas 3 m<sup>3</sup>; ou
- b) à 100 °C si la matière doit être transportée dans des colis ne dépassant pas 450 litres.

Les résultats des épreuves montrent si la matière doit être affectée au groupe d'emballage III de la division 4.2 ou si la matière n'est pas une matière auto-échauffante relevant de la division 4.2 dans l'emballage qui doit être utilisé.

33.3.1.3.3.5 Les matières autoréactives du type G qui, soumises à cette épreuve, donnent un résultat positif, peuvent être classées dans la division 4.2 (voir 20.2.6).



\* Les matières ayant une température d'inflammation spontanée supérieure à 50 °C pour un volume de 27 m<sup>3</sup> ne doivent pas être affectées à la division 4.2.

**Figure 33.3.1.3.3.1 : CLASSEMENT DES MATIÈRES AUTO-ÉCHAUFFANTES**

**33.3.1.4 Épreuve N.2 : Méthode d'épreuve pour les matières solides pyrophoriques**33.3.1.4.1 *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.

33.3.1.4.2 *Appareillage et matériels*

Aucun matériel spécial de laboratoire n'est nécessaire.

33.3.1.4.3 *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.

33.3.1.4.4 *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 dans la division 4.2.

33.3.1.4.5 *Exemples de résultats*

<b>Matière</b>	<b>Temps d'inflammation (s)</b>	<b>Résultat</b>
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 88 % de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation en 5 minutes	Pas dans le groupe d'emballage I de la division 4.2
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 80% de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation en 5 minutes	Pas dans le groupe d'emballage I de la division 4.2
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe, avec 75% de sel de zinc (Mancozèbe)	Pas d'inflammation en 5 minutes	Pas dans le groupe d'emballage I de la division 4.2

**33.3.1.5 Épreuve N.3 : Méthode d'épreuve pour les liquides pyrophoriques**33.3.1.5.1 *Introduction*

On détermine l'aptitude d'un liquide à s'enflammer lorsqu'il est mélangé à une charge inerte et exposé à l'air, ou à causer la combustion, avec ou sans flamme, d'un morceau de papier-filtre au contact de l'air.

33.3.1.5.2 *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.

33.3.1.5.3 *Mode opératoire*

33.3.1.5.3.1 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 33.3.1.5.3.2.

33.3.1.5.3.2 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  $25 \pm 2$  °C et une humidité relative de  $50 \pm 5$  %. 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.

33.3.1.5.4 *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 dans la division 4.2.

33.3.1.5.5 *Exemples de résultats*

<b>Matière</b>	<b>Effet de l'exposition à l'air</b>	<b>Effet sur le papier filtre</b>	<b>Résultat</b>
Chlorure de diéthylaluminium/isopentane (10/90)	Pas d'inflammation	Pas de combustion sans flamme	Pas 4.2
Chlorure de diéthylaluminium/isopentane (15/85)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	4.2
Chlorure de diéthylaluminium/isopentane (95/5)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	4.2
Triéthylaluminium/heptane (10/90)	Pas d'inflammation	Pas de combustion sans flamme	Pas 4.2
Triéthylaluminium/heptane (15/85)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	4.2
Triéthylaluminium/heptane (95/5)	Pas d'inflammation	Combustion sans flamme	4.2

### 33.3.1.6 *Épreuve N.4 : Méthode d'épreuve pour les matières auto-échauffantes*

#### 33.3.1.6.1 *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.

#### 33.3.1.6.2 *Appareillage et matériels*

L'appareillage décrit ci-après est nécessaire :

- a) 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;
- b) 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;
- c) 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.

#### 33.3.1.6.3 *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 chocs. 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 essai<sup>1</sup> 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. 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 :

- a) à 120 °C si la matière doit être transportée dans des emballages d'un volume supérieur à 450 litres mais ne dépassant pas 3 m<sup>3</sup>; ou
- b) à 100 °C si la matière doit être transportée dans des emballages d'un volume ne dépassant pas 450 litres.

---

<sup>1</sup> 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.

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

33.3.1.6.4.1 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.

33.3.1.6.4.2 Une matière ne doit pas être classée dans la division 4.2 si :

- 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 transportée dans un emballage dont le volume ne dépasse 3 m<sup>3</sup>;
- 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 transportée dans un emballage dont le volume ne dépasse pas 450 litres.

33.3.1.6.4.3 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.

33.3.1.6.4.4 Les matières auto-échauffantes sont affectées au groupe d'emballage III 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 transportée dans un emballage dont le volume dépasse 3 m<sup>3</sup>;
- 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 transportée dans un emballage 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.

## 33.3.1.6.5 Exemples de résultats

Matière	Température de l'échantillon (°C)	Côté du cube (mm)	Température maximale atteinte (°C)	Résultat
Catalyseur ou cobalt/molybdène en granules	140 140	100 25	> 200 181	Groupe d'emballage III de la division 4.2 <sup>a</sup>
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse, à 80 % (Manèbe)	140	25	> 200	Groupe d'emballage II de la division 4.2
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse complexe avec 75 % de sel de zinc (Mancozèbe)	140	25	> 200	Groupe d'emballage II de la division 4.2
Catalyseur au nickel en granules avec 70 % d'hydrocarbure hydrogéné	140	100	140	Pas 4.2
Catalyseur au nickel en granules avec 50 % de paraffine	140 140	100 25	> 200 140	Groupe d'emballage III de la division 4.2 <sup>a</sup>
Catalyseur au cobalt/molybdène en granules (épuisé)	140 140	100 25	> 200 150	Groupe d'emballage III de la division 4.2 <sup>a</sup>
Catalyseur au cobalt/molybdène, en granules (passivé)	140	100	161	Pas 4.2
Catalyseur au nickel/vanadium, en granules	140	25	> 200	Groupe d'emballage II de la division 4.2

<sup>a</sup> Matières non éprouvées à 100 °C ou 120 °C.



## 33.4 Division 4.3

### 33.4.1 *Matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables*

#### 33.4.1.1 *Objet*

33.4.1.1.1 La section 33.4 du Manuel d'épreuves présente le système ONU de classement des matières de la division 4.3, qui dégagent des gaz inflammables au contact de l'eau (voir la section 2.4.4 du Règlement type). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés dans les sous-sections 2.4.4.2 et 2.4.4.3 du Règlement type et les méthodes d'épreuve citées à la section 33.4.1.4 du présent Manuel.

33.4.1.1.2 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.

33.4.1.1.3 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 hydroréactives dans le Règlement type), ce qui permet de procéder à un classement approprié de ces matières en vue de leur transport.

#### 33.4.1.2 *Domaine d'application*

33.4.1.2.1 Les nouveaux produits présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement énoncées dans les sous-sections 2.4.4.2 et 2.4.4.3 du Règlement type. La procédure de classement doit être appliquée avant que le nouveau produit ne soit présenté au transport.

#### 33.4.1.3 *Procédure de classement pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables*

33.4.1.3.1 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 affectée à la division 4.3. 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 33.4.1.4, avec des exemples de résultats. Les résultats de l'épreuve montrent s'il s'agit d'une matière hydroréactive de la division 4.3 et, dans l'affirmative, dictent son affectation au groupe d'emballage I, II ou III.

#### 33.4.1.4 *Épreuve N.5 : Méthode d'épreuve pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables*

##### 33.4.1.4.1 *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.

##### 33.4.1.4.2 *Appareillage et matériels*

Aucun matériel spécial de laboratoire n'est nécessaire.

##### 33.4.1.4.3 *Mode opératoire*

33.4.1.4.3.1 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 33.4.1.4.3.5.

33.4.1.4.3.2 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.

33.4.1.4.3.3 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.

33.4.1.4.3.4 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.

33.4.1.4.3.5 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 ou conclure qu'elle ne relève pas de la division 4.3. Si la nature chimique du gaz dégagé n'est pas connue, il doit être soumis à un essai d'inflammabilité.

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

33.4.1.4.4.1 Une matière doit être classée dans la division 4.3 :

- 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.

33.4.1.4.4.2 Est affectée au groupe d'emballage I 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.

33.4.1.4.4.3 Est affectée au groupe d'emballage II 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.

33.4.1.4.4.4 Est affectée au groupe d'emballage III 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.

33.4.1.4.5 *Exemples de résultats*

<b>Matière</b>	<b>Taux d'émission de gaz (litre/kg.h)</b>	<b>Inflammation spontanée du gaz (oui/non)</b>	<b>Résultat</b>
Éthylènebisdithiocarbamate de manganèse, complexe avec 88 % de sel de zinc (Mancozèbe)	0	Non applicable	Pas 4.3



## SECTION 34

### PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES COMBURANTES DE LA DIVISION 5.1

#### 34.1 **Objet**

34.1.1 Cette section présente le système ONU de classement des matières comburantes de la division 5.1 (voir la section 2.5.2 du Règlement type). Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés aux 2.5.2.2 et 2.5.2.3 du Règlement type et avec les méthodes d'épreuve décrites à la section 34.4 du présent manuel.

#### 34.2 **Domaine d'application**

34.2.1 Les nouveaux produits présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement énoncées aux 2.5.2.2.1 et 2.5.2.2.2 ou 2.5.2.3.1 et 2.5.2.3.2 du Règlement type, 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. La procédure de classement doit être appliquée avant qu'un nouveau produit ne soit présenté au transport.

#### 34.3 **Procédure de classement**

Les procédures d'épreuves décrites dans le présent document permettent d'évaluer de façon satisfaisante le danger que représentent les matières comburantes pour permettre à l'autorité compétente de leur attribuer un classement approprié en vue de leur transport. 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. La méthode d'épreuve recommandée est présentée ici ainsi qu'à la sous-section 2.5.2.2 du Règlement type. Les résultats de l'épreuve montrent s'il s'agit d'une matière comburante solide de la division 5.1 et, dans l'affirmative, dictent son affectation au groupe d'emballage I, II ou III (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.

##### 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 de la division 5.1 et dans l'affirmative dictent son affectation au groupe d'emballage I, II ou III (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

### 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 fibreuse 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, 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 fibreuse séchée<sup>1</sup>, ayant une longueur de fibre comprise entre 50 et 250 µm pour un diamètre moyen de 25 µm. 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 d'un métal inerte (nickel/chrome, par exemple), raccordée à une source électrique et répondant aux caractéristiques ci-après :

a) Longueur	=	30 ± 1 cm;
b) Diamètre	=	0,6 ± 0,05 mm;
c) Résistance électrique	=	6,0 ± 0,5 Ω/m;
d) Puissance électrique dissipée dans le fil	=	150 ± 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<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>. D'autres plaques peuvent être utilisées à condition qu'elles aient la même conductivité thermique.

<sup>1</sup> Pour l'obtenir s'adresser au correspondant national en France pour les détails des épreuves (voir l'appendice 4).

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.**

34.4.1.2.6 On inspecte la matière, telle qu'elle doit être transportée, 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 qu'elle aura lors du transport (voir le 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 ou pour la décision de ne pas classer la matière dans la division 5.1.

#### 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 suivantes :

- a) La comparaison de la durée de combustion moyenne avec celle des mélanges de référence;
- 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 :

Groupe d'emballage I : Toute matière qui, en mélange de 4/1 ou de 1/1 avec la cellulose (en poids) 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);

Groupe d'emballage II : 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;

Groupe d'emballage III : 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 ;

Matière exclue de la division 5.1 : 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 des matières présentant des risques 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.

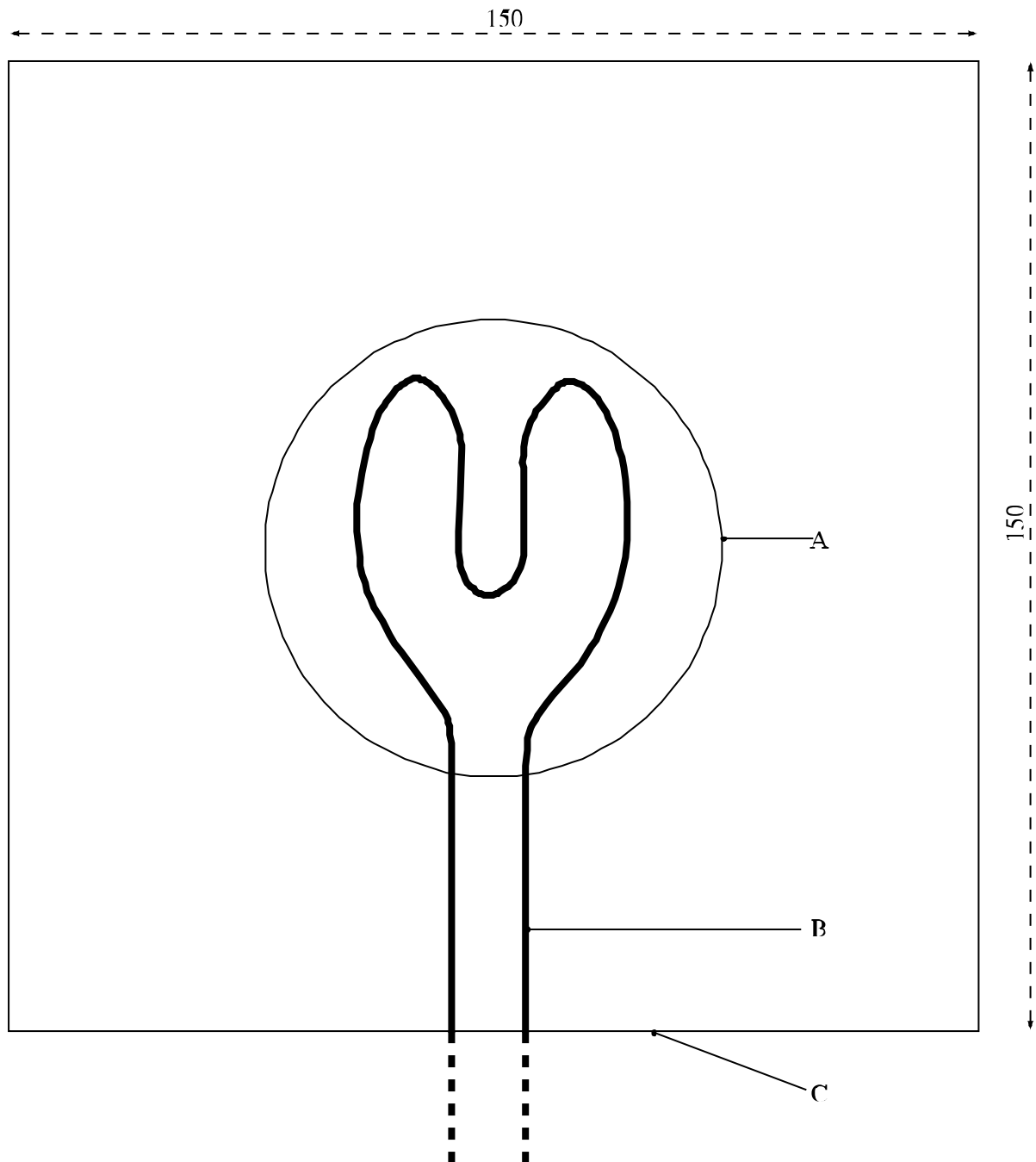
Matière	Temps de combustion moyen (s)		Résultat
	4/1	1/1	
Bichromate d'ammonium	55	189	Groupe d'emballage III <sup>a</sup>
Chlorate de sodium	5	13	Groupe d'emballage II
Nitrate ammonio-cérique	10	36	Groupe d'emballage II <sup>b</sup>
Nitrate d'ammonium (cristallisé)	161	74	Groupe d'emballage III
Nitrate de calcium (anhydre)	10	25	Groupe d'emballage II <sup>c</sup>
Nitrate de calcium (tétrahydrate)	268	142	Pas 5.1
Nitrate de cobalt (hexahydrate)	205	390	Pas 5.1
Nitrate de nickel	101	221	Pas 5.1 <sup>c</sup>
Nitrate de sodium	56	39	Groupe d'emballage II <sup>c</sup>
Nitrate de strontium (anhydre)	107	237	Pas 5.1 <sup>c</sup>
Nitrite de potassium	8	15	Groupe d'emballage II
Nitrite de sodium	15	22	Groupe d'emballage II <sup>c</sup>
Perchlorate de potassium	9	33	Groupe d'emballage II
Permanganate de potassium	17	51	Groupe d'emballage II
Trioxyde de chrome	3	33	Groupe d'emballage I <sup>a</sup>
<i>Temps de combustion pour les mélanges de matière de référence avec la cellulose</i>			
3/7 Bromate de potassium/cellulose	100 s		
2/3 Bromate de potassium/cellulose	54 s		
3/2 Bromate de potassium/cellulose	4 s		

<sup>a</sup> Actuellement groupe d'emballage II mais à la limite.

<sup>b</sup> Non classé actuellement.

<sup>c</sup> Actuellement groupe d'emballage III.





- 
- (A) Base du tas conique (diamètre 70 mm)
  - (B) Fil chauffant
  - (C) Plaque à faible conductivité thermique
- 

**Figure 34.4.1.1 : PLAQUE D'ESSAI ET FIL D'ALLUMAGE**

## 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 fibreuse, en proportion de 1/1 (en masse). On chauffe ensuite le mélange dans une bombe et on mesure la vitesse de montée en pression<sup>2</sup>.

### 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

<sup>2</sup> Dans certains cas, des matières peuvent engendrer une augmentation de pression (trop élevée ou trop faible) due à des réactions chimiques non caractéristiques des propriétés comburantes de ces matières. 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.

doit être de 20 mm. Si les électrodes ne sont pas réglables en longueur, les deux sections de fil chauffant situées 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 fibreuse séchée<sup>3</sup> ayant une longueur de fibre comprise entre 50 et 250 µm pour un diamètre de 25 µm. 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. On mélange 2,5 g du liquide à éprouver avec 2,5 g de cellulose séchée dans un bécher en verre avec un agitateur en verre. ***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. On met en place le disque de rupture et on visse le bouchon à évent en le bloquant. La bombe chargée est alors posée sur le porte-bombe, disque de rupture vers le haut, 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. Il ne devrait pas s'écouler plus de 10 min entre le début de la préparation du mélange et le moment de la mise sous tension.

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;
- 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.

<sup>3</sup> Pour l'obtenir s'adresser au correspondant national en Suède pour les détails des épreuves (voir l'appendice 4).

34.4.2.4.2 Les critères de classement d'une matière pour ce qui est des propriétés comburantes, sont les suivants :

- Groupe d'emballage I : Toute matière qui, en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
- s'enflamme spontanément; ou
  - a un temps moyen de montée en pression inférieur ou égal à celui d'un mélange acide perchlorique à 50 %/cellulose de 1/1 (en masse);
- Groupe d'emballage II : Toute matière qui en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
- 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
  - qui ne remplit pas les critères de classement dans le groupe d'emballage I;
- Groupe d'emballage III : Toute matière qui en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
- 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
  - qui ne remplit pas les critères de classement dans les groupes d'emballage I et II.
- Matière exclue de la division 5.1 : Toute matière qui en mélange de 1/1 (en masse) avec la cellulose :
- produit une pression maximale inférieure à 2 070 kPa (pression manométrique); ou
  - 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 des matières présentant des risques supplémentaires, par exemple de toxicité ou de corrosivité, il doit être satisfait aux dispositions de la section 2.0.3 du Règlement type.

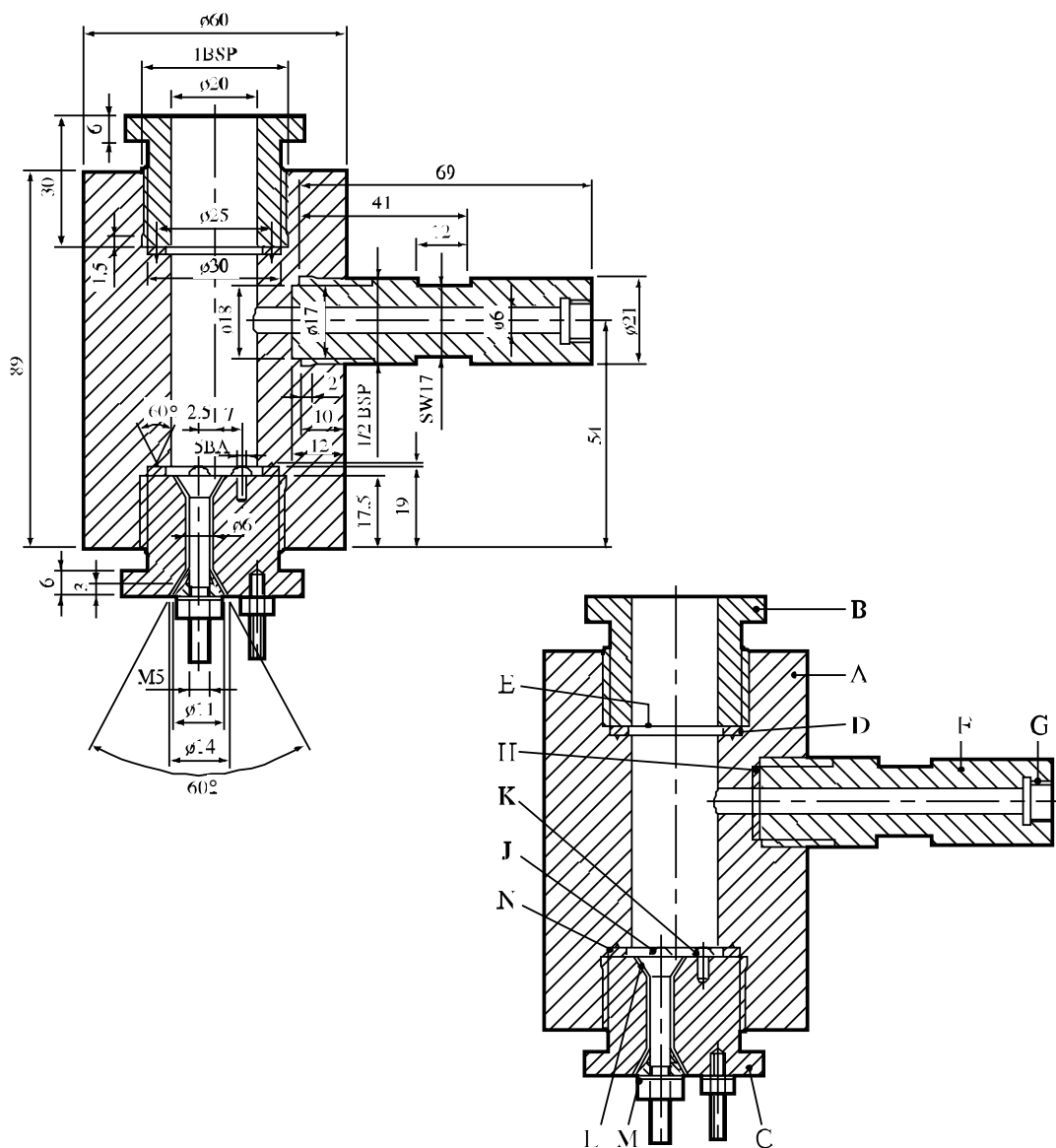
## 34.4.2.5 Exemples de résultats

<b>Matière</b>	<b>Temps moyen de montée en pression pour un mélange de 1/1 avec cellulose (ms)</b>	<b>Résultat</b>
Acide nitrique, 65 %	4767 <sup>a</sup>	Groupe d'emballage III <sup>b</sup> de la division 5.1
Acide perchlorique, 50 %	121 <sup>a</sup>	Groupe d'emballage II de la division 5.1
Acide perchlorique, 55 %	59	Groupe d'emballage I de la division 5.1
Bichromate d'ammonium, en solution aqueuse saturée	20800	Pas 5.1
Chlorate de sodium, en solution aqueuse à 40 %	2555 <sup>a</sup>	Groupe d'emballage II de la division 5.1
Nitrate d'argent, en solution aqueuse saturée	<sup>c</sup>	Pas 5.1
Nitrate de calcium, en solution aqueuse saturée	6700	Pas 5.1
Nitrate de fer III, en solution aqueuse saturée	4133	Groupe d'emballage III de la division 5.1
Nitrate de nickel, en solution aqueuse saturée	6250	Pas 5.1
Nitrate de potassium, en solution aqueuse à 30 %	26690	Pas 5.1
Nitrate de sodium, en solution aqueuse à 45 %	4133	Groupe d'emballage III de la division 5.1
Perchlorate de lithium, en solution aqueuse saturée	1686	Groupe d'emballage II de la division 5.1
Perchlorate de magnésium, en solution aqueuse saturée	777	Groupe d'emballage II de la division 5.1
<i>Matière inerte</i>		
Eau/cellulose	<sup>c</sup>	

<sup>a</sup> Valeur moyenne à partir des essais inter-laboratoires comparés.

<sup>b</sup> Groupe d'emballage III d'après l'épreuve mais Classe 8 selon le tableau de l'ordre de prépondérance des caractéristiques de danger.

<sup>c</sup> Pression maximale de 2070 kPa non atteinte.




---

(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)	Taraudage 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 34.4.2.1 : BOMBE

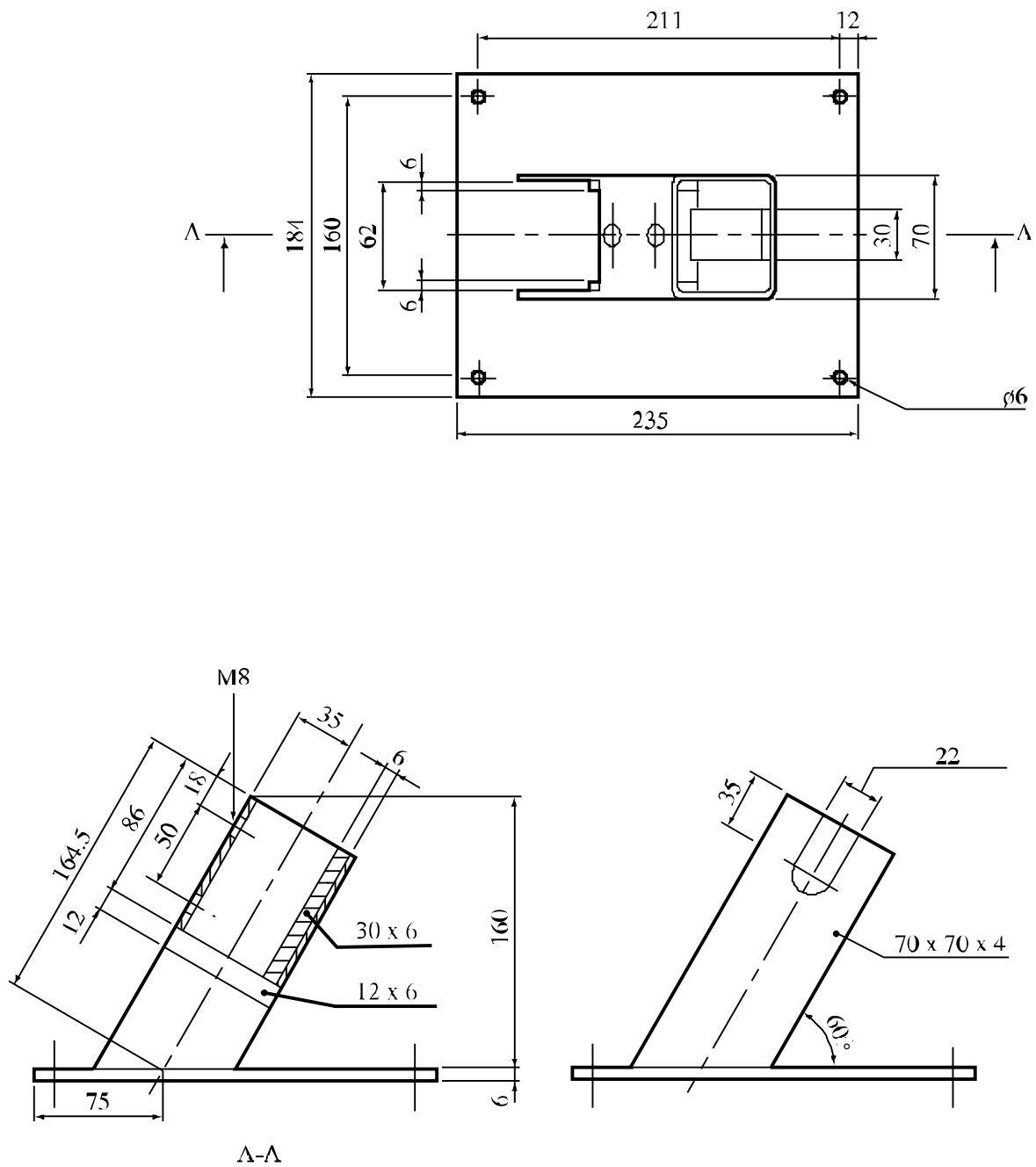
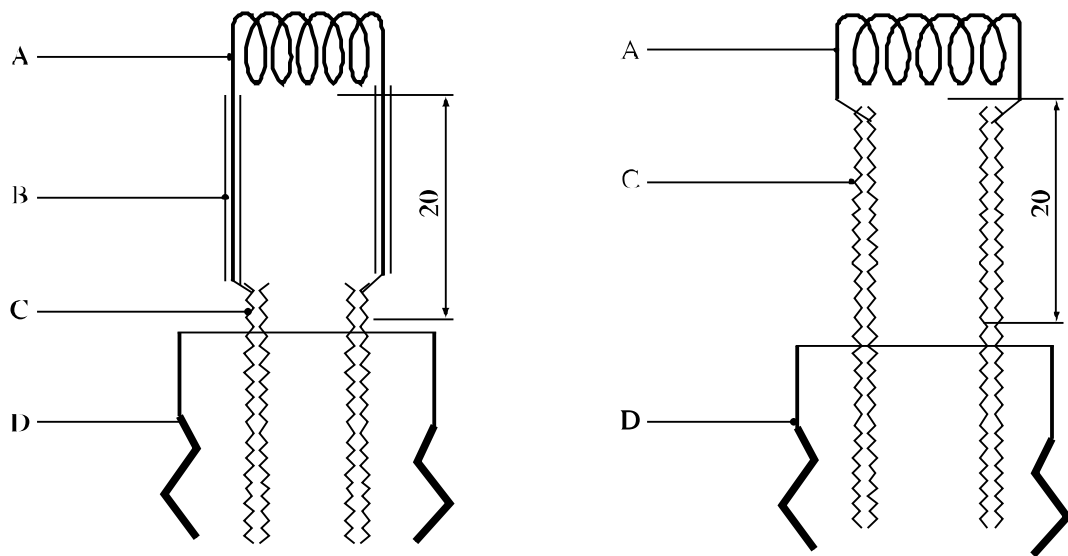


Figure 34.4.2.2 : PORTE-BOMBE



*NOTE : Ces deux configurations sont admises.*

- 
- (A) Enroulement chauffant
  - (B) Gaine
  - (C) Électrode
  - (D) Bouchon
- 

**Figure 34.4.2.3 : SYSTÈME D'INFLAMMATION**



*[35. Réserve pour les procédures de classement, les méthodes d'épreuve et les critères relatifs à la classe 6.]*



*[36. Réservee pour les procédures de classement, les méthodes d'épreuve et les critères relatifs à la classe 7.]*



## SECTION 37

### PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES DE LA CLASSE 8

#### 37.1 **Objet**

37.1.1 Cette section présente le système ONU de classement des matières corrosives de la classe 8 (voir les sections 2.8.1 et 2.8.2 du Règlement type). 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 de l'OCDE tandis que les critères de corrosivité sont décrits au chapitre 2.8 du Règlement type. 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.

#### 37.2 **Domaine d'application**

37.2.1 Les nouveaux produits présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement mentionnées au paragraphe 2.8.2.5 c) ii) du Règlement type, 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 avec des rubriques existantes. La procédure de classement doit être appliquée avant qu'un produit nouveau ne soit présenté au transport.

#### 37.3 **Procédure de classement**

Les procédures d'épreuve ci-après servent à évaluer le risque de corrosivité en vue d'un classement approprié pour le transport.

#### 37.4 **Méthode d'épreuve de corrosivité pour les métaux**

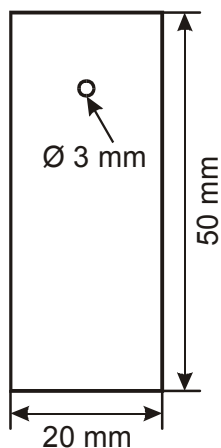
##### 37.4.1 **Introduction**

37.4.1.1 Épreuve C1: Épreuve de détermination des propriétés corrosives des liquides et des solides qui peuvent se liquéfier au cours du transport en tant que marchandises dangereuses de la classe 8, groupe d'emballage III.

##### 37.4.1.2 *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:

- Aluminium des types non revêtus 7075-T6 ou AZ5GU-T6;
- 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 37.4.1:** 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 avec trois cols de dimension appropriée, NS29/32 par exemple, ainsi qu'un col NS14 pour recevoir l'échantillon (voir figure 37.4.1), 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).



**Figure 37.4.2:** 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 ;
- c) 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.

#### 37.4.1.3 *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 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 37.4.1.4.1: Perte de masse minimale des échantillons après différentes durées d'exposition**

Durée d'exposition	Perte de masse
7 jours	13,5 %
14 jours	26,5 %
21 jours	39,2 %
28 jours	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 37.4.1.4.2: Profondeur minimale de l'intrusion après différentes durées d'exposition**

Durée d'exposition	Profondeur minimale de l'intrusion
7 jours	120 µm
14 jours	240 µm
21 jours	360 µm
28 jours	480 µm



## SECTION 38

### PROCÉDURES DE CLASSEMENT, MÉTHODES D'ÉPREUVE ET CRITÈRES RELATIFS À LA CLASSE 9

#### 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.

#### 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 d'épreuves présente le système ONU de classement des engrais au nitrate d'ammonium de la classe 9 (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.

38.2.3.2 Tous les engrais au nitrate d'ammonium de la classe 9 sont affectés au groupe d'emballage III.

38.2.3.3 Les engrais au nitrate d'ammonium dont la composition est celle qui correspond au No ONU 2071 peuvent être considérés comme des produits qui ne sont pas soumis au Règlement type s'il est établi qu'ils ne sont pas sujets à une décomposition autonome, à condition qu'ils ne contiennent pas un excès de nitrate supérieur à 10 % en masse (calculé en nitrate de potassium).

### 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 × 150 × 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 × 145 × 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.

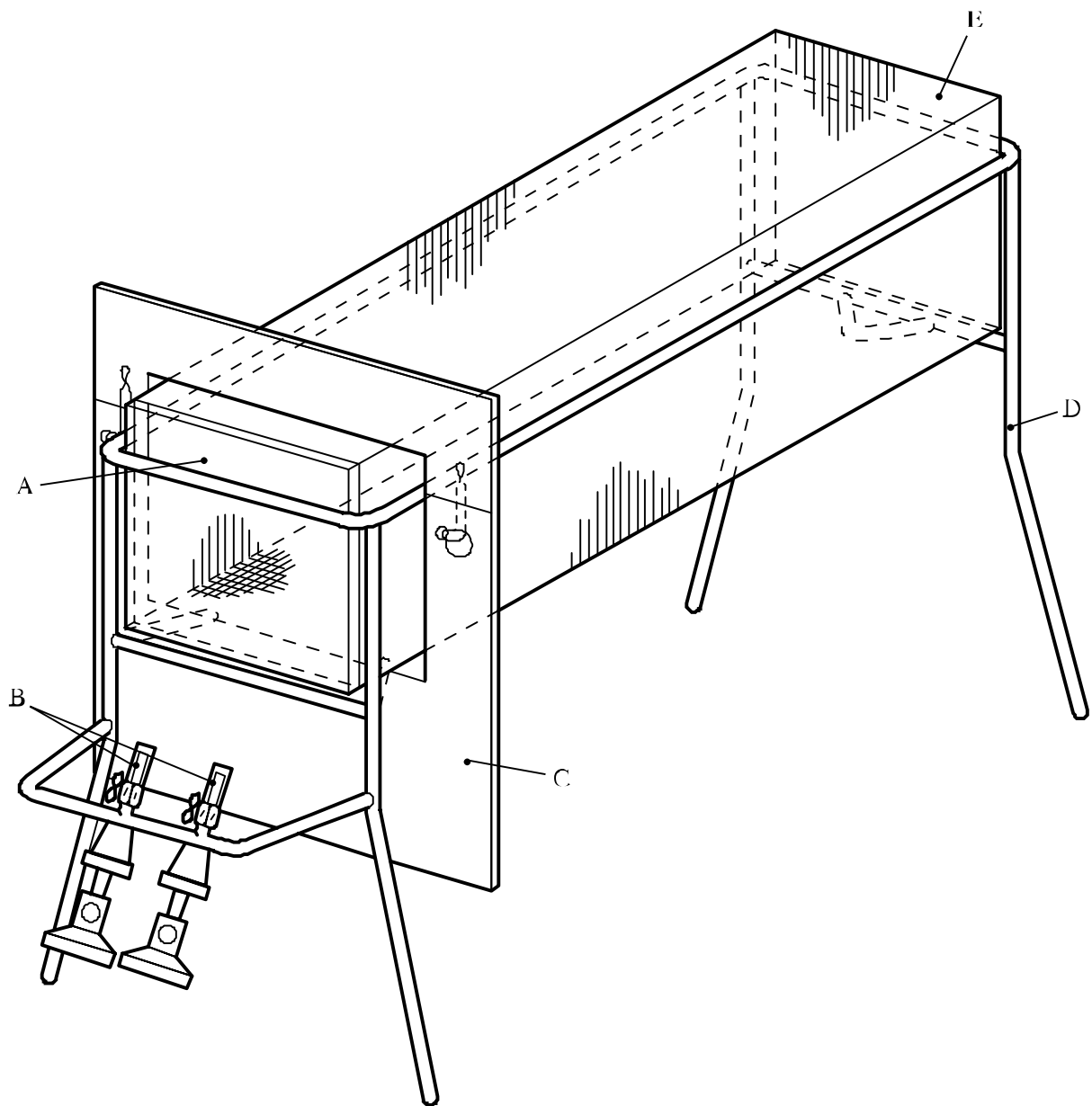
#### 38.2.4.5 *Exemples de résultats*

**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.

<b>Matière</b>	<b>Distance de propagation (cm)</b>	<b>Résultat</b>
Engrais composé NPK 17-11-22 <sup>a</sup>	50	+
Engrais composé NPK 15-11-8 <sup>a</sup>	10	-
Engrais composé NPK-14-14-14 <sup>a</sup>	10	-
Engrais composé NPK 21-14-14 <sup>a</sup>	10	-
Engrais composé NPK 12-12-18 <sup>b</sup>	50	+

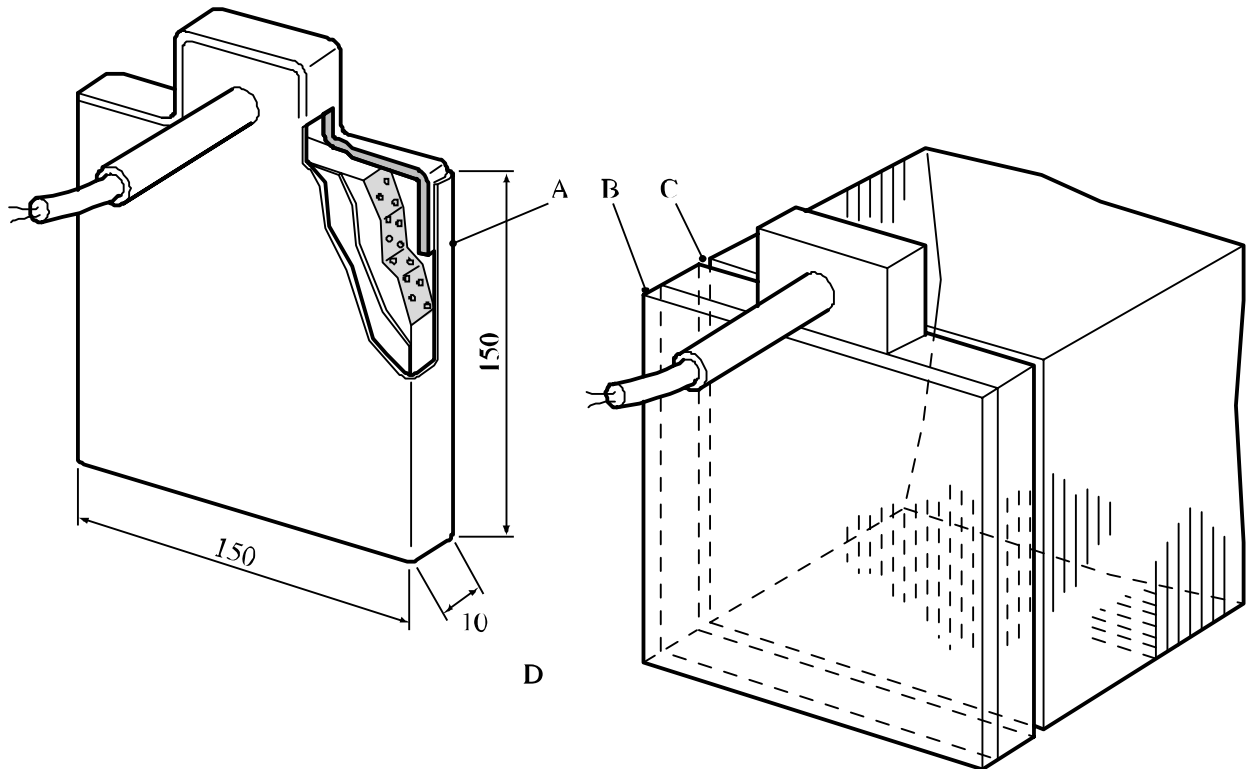
<sup>a</sup> Contient du chlore.

<sup>b</sup> Contient des traces de cobalt et de cuivre mais moins de 1 % de chlore.



- 
- (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 38.2.4.1 : GOUTTIÈRE EN TOILE MÉTALLIQUE AVEC SUPPORTS ET BRÛLEURS**



- 
- (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
- 

**Figure 38.2.4.2 : DISPOSITIF ÉLECTRIQUE DE CHAUFFAGE (PUISSANCE 250 W)**

### 38.3 Piles et batteries au lithium

#### 38.3.1 *Objet*

La présente section présente la méthode à suivre pour le classement des piles et batteries au lithium (voir les Nos ONU 3090 et 3091 et les dispositions spéciales applicables du chapitre 3.3 du Règlement type).

#### 38.3.2 *Domaine d'application*

38.3.2.1 Avant la première expédition d'un type particulier de piles ou de batteries au lithium, 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 au lithium qui diffère d'un type éprouvé :

- a) Par une variation de plus de 0,1 g ou 20 % de la masse de la cathode, la valeur la plus élevée étant retenue, de l'anode ou de l'électrolyte; ou
- b) Par une modification susceptible d'influer de manière sensible sur les résultats d'épreuve,

sera considérée comme étant d'un type nouveau et devra subir les épreuves de classement prescrites. Au cas où un type de pile ou de batterie au lithium 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.

38.3.2.2 Aux fins du classement, on entend par :

*Batterie*, une ou plusieurs piles, dites "piles-éléments", électriquement raccordées de manière permanente, avec l'enveloppe, les bornes et le marquage;

*NOTA*: Les objets habituellement désignés sous le terme de "pack-batterie" qui ont pour principale fonction de constituer une source de courant pour un autre équipement sont, aux fins du présent Règlement, soumis aux mêmes prescriptions que les batteries.

*Capacité nominale*, la capacité en ampères-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;

*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 d'équivalent-lithium*, ce terme s'applique aux piles et batteries au lithium ionique, et pour une pile représente 0,3 fois sa capacité nominale en ampères-heures, le résultat étant exprimé en grammes. Le contenu d'équivalent-lithium d'une batterie est égal à la somme des contenus d'équivalent-lithium, en grammes, des piles constituant la batterie;

*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 ou d'équivalent-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 ouverture ou une rupture de l'enveloppe telle qu'un matériau solide d'une partie quelconque d'un élément ou d'une batterie transperce un écran de grillage métallique (en fil d'aluminium recuit de 0,25 mm de diamètre, ayant un maillage de 6 à 7 fils par cm) situé à 25 cm de distance de la pile ou de la batterie;

*Effluent*, le liquide ou le gaz s'échappant en cas de fuite d'une pile ou d'une batterie;

*Équivalent-lithium*, inclus dans la définition du *contenu d'équivalent-lithium*;

*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 de matière à partir d'une pile ou d'une batterie;

*Grande batterie*, une batterie dans laquelle le contenu total de lithium de l'ensemble des anodes, à l'état complètement chargé, est supérieur à 500 g;

*Grande pile*, une pile dans laquelle le contenu de lithium ou d'équivalent lithium de l'anode, à l'état complètement chargé, est supérieur à 12 g;

*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 1 ci-dessous. 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 1, on considère qu'il n'y a pas de "perte de masse" ;

**Tableau 1 - Limites de perte de masse**

Masse $M$ de la pile ou de la batterie	Limites de perte de masse
$M < 1$ g	0,5%
$1$ g $< M < 5$ g	0,2%
$M \geq 5$ g	0,1%

*Petite batterie*, une batterie composée de petites piles, dans laquelle le contenu total de lithium de l'ensemble des anodes, à l'état complètement chargé, n'est pas supérieur à 500 g;

*Petite pile*, une pile dans laquelle le contenu total de lithium ou d'équivalent lithium de l'anode, à l'état complètement chargé, n'est pas supérieur à 12 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. Conformément au présent Règlement, dans la mesure où l'élément électrochimique contenu dans une enveloppe satisfait à la définition de "pile" donnée ici, il s'agit d'une "pile", et non d'une "batterie", que l'élément soit désigné en tant que "batterie" ou "batterie à une seule pile" ailleurs que dans le présent Règlement;

*Pile-élément*, une pile faisant partie d'une batterie;

*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 réglementée comme les piles ou batteries au lithium ionique;

*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;

*Primaire*, une pile ou une batterie qui n'est pas conçue pour être chargée ou rechargée électriquement;

*Rechargeable*, une pile, ou une batterie, qui est conçue pour être rechargée électriquement;

*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 épanchement mais sans éjection de matières solides;

*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 1 à 5:
  - i) Dix piles à l'état non déchargé;
  - ii) Dix piles à l'état complètement déchargé;
  - iii) Quatre batteries à l'état non déchargé; et
  - iv) Quatre batteries à l'état complètement déchargé;
- b) Échantillons de piles et batteries rechargeables pour les épreuves 1 à 5 :
  - i) Dix piles, à leur premier cycle, à l'état complètement chargé;



- ii) Dix piles, à leur premier cycle, à l'état complètement déchargé;
  - iii) Quatre batteries, à leur premier cycle, à l'état complètement chargé;
  - iv) Quatre batteries, à leur premier cycle, à l'état complètement déchargé;
  - v) Quatre batteries après 50 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement chargé; et
  - vi) Quatre piles après 50 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement déchargé;
- c) Échantillons de piles primaires et de piles rechargeables soumises à l'épreuve 6:
- 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 50 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement déchargé; 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-éléments ayant subi 50 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement déchargé.
- Dans le cas des piles prismatiques, dix échantillons sont exigés pour chacun des états de charge à l'épreuve, au lieu des cinq indiqués plus haut, afin que l'opération puisse être effectuée sur cinq piles le long des axes longitudinaux et, séparément, sur cinq piles le long des autres axes. Dans tous les cas, chaque échantillon de pile n'est soumis qu'à un seul impact;
- d) Échantillons de batteries rechargeables pour l'épreuve 7:
- i) Quatre batteries rechargeables, à leur premier cycle, à l'état complètement déchargé; et
  - ii) Quatre batteries rechargeables ayant subi 50 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement chargé;
- e) Échantillons de piles primaires et rechargeables pour l'épreuve 8 :
- i) Dix piles primaires à l'état complètement déchargé;
  - ii) Dix piles rechargeables, à leur premier cycle, à l'état complètement déchargé; et
  - iii) Dix piles rechargeables ayant subi 50 cycles de charge et de décharge aboutissant à l'état complètement déchargé.

Lorsque des batteries qui ont passé toutes les épreuves applicables sont électriquement reliées pour former un assemblage de batteries, dont le contenu total de lithium à l'état complètement chargé est supérieur à 500 g, l'assemblage de batteries n'a pas besoin d'être éprouvé s'il est muni d'un système capable d'en assurer

le contrôle et de prévenir les courts-circuits, ou la décharge excessive des batteries qu'il comporte et toute surcharge ou surchauffe de l'ensemble de l'assemblage.

### **38.3.4 Mode opératoire**

Chaque type de pile et de batterie doit être soumis aux épreuves 1 à 8. Les épreuves 1 à 5 doivent être exécutées dans l'ordre sur la même pile ou batterie. Les épreuves 6 et 8 doivent être faites sur des piles ou des batteries qui n'ont pas été testées par ailleurs. L'épreuve 7 peut être faite sur des batteries non endommagées qui ont été utilisées auparavant dans les épreuves 1 à 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 ( $20 \pm 5$  °C).

##### **38.3.4.1.3 *Critère d'épreuve***

Les piles et batteries satisfont à cette épreuve si elles ne présentent pas de perte de masse, 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  $75 \pm 2$  °C, puis au moins six heures à la température de  $-40 \pm 2$  °C. Il ne doit pas s'écouler plus de 30 minutes entre le stockage à chaque température extrême. La procédure est répétée 10 fois puis toutes les piles et batteries éprouvées sont stockées pendant 24 heures à température ambiante ( $20 \pm 5$  °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 perte de masse, 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 aussitôt avant l'épreuve. Le critère concernant la tension ne s'applique pas aux piles et batteries 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 effectué comme suit: 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.

#### 38.3.4.3.3      *Critère d'épreuve*

Les piles et les batteries satisfont à l'épreuve si elles ne présentent ni perte de masse, fuite, évacuation de gaz, éclatement, rupture ou 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 aux batteries soumises à l'épreuve à l'état complètement déchargé.

### **38.3.4.4**      *Épreuve T.4 : Choc*

#### 38.3.4.4.1      *Objet*

Cette épreuve simule les chocs qui pourraient se produire au cours du transport.

#### 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 ou batterie est soumise à une impulsion semi-sinusoïdale avec une accélération de pointe de 150  $g_n$  pendant 6 ms. Chaque pile ou batterie est soumise à trois impulsions dans le sens positif suivie de trois impulsions dans le sens négatif des trois positions de montage perpendiculaires entre elles de la pile ou de la batterie, soit au total 18 chocs.

Toutefois, les grandes piles et les grandes batteries sont soumises à une impulsion semi-sinusoïdale avec une accélération de pointe de 50  $g_n$  pendant une durée de 11 ms. Chaque pile ou batterie est soumise à trois impulsions dans le sens positif suivies de trois impulsions dans le sens négatif de chacune des trois positions de montage perpendiculaires entre elles de la pile, 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 ni perte de masse, fuite, évacuation de gaz, éclatement, rupture ou 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 stabilisée de manière que la température de son enveloppe externe atteigne  $55 \pm 2$  °C puis elle est soumise à des conditions de court-circuit avec une résistance externe totale inférieure à 0,1 ohm à la température de  $55 \pm 2$  °C. 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 retombée à  $55 \pm 2$  °C. L'observation doit se prolonger ensuite pendant six heures pour que l'épreuve soit terminée.

#### 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 dans les six heures qui suivent l'épreuve.

### **38.3.4.6**      ***Épreuve T.6 : Impact***

#### 38.3.4.6.1      *Objet*

Cette épreuve simule un impact.

#### 38.3.4.6.2      *Mode opératoire*

La pile ou la pile-élément à éprouver doit être placée sur une surface plane. Une barre de 15,8 mm de diamètre doit être placée au centre de l'échantillon. Une masse de 9,1 kg doit être lâchée à une distance de  $61 \pm 2,5$  cm de hauteur de l'échantillon.

Une pile cylindrique ou prismatique 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 mm de diamètre se trouvant au centre de l'échantillon. Une pile prismatique doit également être tournée 90° autour de son axe longitudinal de sorte que les côtés larges et étroits soient soumis à l'impact. Chaque échantillon n'est soumis qu'un seul impact. Des échantillons différents doivent être employés pour chaque impact.

Une pile de type bouton doit subir l'impact en position telle que la surface plane de l'échantillon soit parallèle à la surface plane et avec la surface incurvée de 15,8 mm de diamètre se trouvant au centre de l'échantillon.

#### 38.3.4.6.3      *Critère d'épreuve*

Les piles et les piles-éléments satisfont à cette épreuve si leur température externe ne dépasse pas 170 °C et s'ils ne présentent ni éclatement ni inflammation dans les six heures qui suivent l'épreuve.

### **38.3.4.7**      *Épreuve T.7 : Surcharge*

#### 38.3.4.7.1      *Objet*

Cette épreuve détermine si une batterie rechargeable peut 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 inférieure de deux fois à la tension de charge maximale de la batterie soit 22V;
- 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 dans les sept jours qui suivent l'épreuve.

### **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 dans les sept jours qui suivent l'épreuve.

