

DEUXIÈME PARTIE

PROCÉDURES DE CLASSEMENT, ÉPREUVES ET CRITÈRES RELATIFS AUX MATIÈRES AUTORÉACTIVES DE LA DIVISION 4.1 ET AUX PEROXYDES ORGANIQUES DE LA DIVISION 5.2

TABLE DES MATIÈRES DE LA DEUXIÈME PARTIE

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

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

<u>Section</u>	<u>Page</u>
20. INTRODUCTION À LA DEUXIÈME PARTIE	213
20.1 Objet.....	213
20.2 Domaine d'application.....	213
20.3 Procédure préliminaire.....	214
20.3.1 Description générale.....	214
20.3.2 Types d'épreuves.....	214
20.3.3 Application des méthodes d'épreuve.....	215
20.4 Procédures de classement.....	218
20.4.1 Description générale.....	218
20.4.2 Classement des matières autoréactives.....	218
20.4.3 Classement des peroxydes organiques.....	220
20.4.4 Types d'épreuves.....	221
20.4.5 Application des méthodes d'épreuve.....	221
20.5 Exemples de rapports d'épreuve.....	222
21. ÉPREUVES DE LA SÉRIE A	227
21.1 Introduction.....	227
21.2 Méthodes d'épreuve.....	227
21.3 Conditions d'épreuve.....	228
21.4 Série A : Dispositions d'épreuve.....	228
21.4.1 Épreuve A.1 : Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60 (D).....	228
21.4.2 Épreuve A.2 : Épreuve TNO en tube d'acier de 50/70 (NL).....	232
21.4.3 Épreuve A.5 : Épreuve d'amorçage ("gap test") de l'ONU (ONU).....	236
21.4.4 Épreuve A.6 : * Épreuve de détonation de l'ONU (ONU)	239
22. ÉPREUVES DE LA SÉRIE B	243
22.1 Introduction.....	243
22.2 Méthodes d'épreuve.....	243
22.3 Conditions d'épreuve.....	243
22.4 Série B : Dispositions d'épreuve.....	243
22.4.1 Épreuve B.1 : * Détonation dans un colis (NL)	243

TABLE DES MATIÈRES DE LA DEUXIÈME PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	<u>Page</u>
23. ÉPREUVES DE LA SÉRIE C	247
23.1 Introduction.....	247
23.2 Méthode d'épreuve.....	247
23.3 Conditions d'épreuve.....	247
23.4 Série C : Dispositions d'épreuve.....	247
23.4.1 Épreuve C.1 : * Épreuve pression/temps (GB)	247
23.4.2 Épreuve C.2 : * Épreuve de déflagration (NL)	255
24. ÉPREUVES DE LA SÉRIE D	259
24.1 Introduction.....	259
24.2 Méthode d'épreuve.....	259
24.3 Conditions d'épreuve.....	259
24.4 Série D : Dispositions d'épreuve.....	259
24.4.1 Épreuve D.1 : * Épreuve de déflagration dans un colis (NL)	259
25. ÉPREUVES DE LA SÉRIE E	261
25.1 Introduction.....	261
25.2 Méthodes d'épreuve.....	261
25.3 Conditions d'épreuve.....	261
25.4 Série E : Dispositions d'épreuve.....	261
25.4.1 Épreuve E.1 : * Épreuve de Koenen (D)	261
25.4.2 Épreuve E.2 : * Épreuve de la bombe des Pays-Bas (NL)	269
25.4.3 Épreuve E.3 : Épreuve de la bombe des États-Unis (USA)	274
26. ÉPREUVES DE LA SÉRIE F	279
26.1 Introduction.....	279
26.2 Méthodes d'épreuve.....	279
26.3 Conditions d'épreuve.....	279
26.4 Série F : Dispositions d'épreuve.....	280
26.4.1 Épreuve F.1 : Épreuve de tir au mortier balistique Mk.IIIId (GB)	280
26.4.2 Épreuve F.2 : Épreuve du mortier balistique (F)	283
26.4.3 Épreuve F.3 : Épreuve de Trauzl (BAM) (D)	290
26.4.4 Épreuve F.4 : * Épreuve de Trauzl modifiée (USA)	295
26.4.5 Épreuve F.5 : Épreuve de l'autoclave haute pression (NL)	299
27. ÉPREUVES DE LA SÉRIE G	303
27.1 Introduction.....	303
27.2 Méthodes d'épreuve.....	303
27.3 Conditions d'épreuve.....	303
27.4 Série G : Dispositions d'épreuve.....	303
27.4.1 Épreuve G.1 : * Épreuve d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis (NL)	303
27.4.2 Épreuve G.2 : Épreuve de décomposition accélérée dans un colis (USA)	306

TABLE DES MATIÈRES DE LA DEUXIÈME PARTIE
(suite)

<u>Section</u>	Page
28. ÉPREUVES DE LA SÉRIE H	309
28.1 Introduction	309
28.2 Méthodes d'épreuve.....	309
28.3 Conditions d'épreuve	310
28.4 Série H : Dispositions d'épreuve	312
28.4.1 Épreuve H.1 : * Épreuve TDAA des États-Unis (USA)	312
28.4.2 Épreuve H.2 : * Épreuve de stockage adiabatique (NL)	317
28.4.3 Épreuve H.3 : Épreuve de stockage isotherme (ESI) (NL)	322
28.4.4 Épreuve H.4 : * Épreuve de stockage avec accumulation de chaleur (D)	327

SECTION 20

INTRODUCTION À LA DEUXIÈME PARTIE

20.1 Objet

20.1.1 La deuxième partie du Manuel présente le système ONU de classement des matières autoréactives de la division 4.1 et des peroxydes organiques de la division 5.2 (voir la sous-section 2.4.2.3 et la section 2.5.3 du Règlement type) et décrit les procédures, les méthodes d'épreuve et les critères d'évaluation des résultats jugés les plus utiles pour fournir aux autorités compétentes les renseignements dont elles ont besoin pour classer correctement les matières à transporter. Cette partie doit être utilisée conjointement avec les principes de classement indiqués aux paragraphes 20.4.2 (division 4.1) et 20.4.3 (division 5.2) et le diagramme de décision de la figure 20.1 (voir aussi les paragraphes 2.4.2.3.3 et 2.5.3.3 du Règlement type).

20.1.2 Les matières autoréactives et les peroxydes organiques sont classés en sept types selon le danger qu'ils présentent. La figure 20.1 montre le diagramme utilisé pour classer ces matières. Les épreuves sont conduites en deux temps. *Dans un premier temps, afin d'assurer la sécurité dans les laboratoires, on procède à des essais à petite échelle pour déterminer la stabilité et la sensibilité de la matière.* Dans un deuxième temps, on procède à des épreuves de classement.

20.2 Domaine d'application

20.2.1 Les nouvelles matières sujettes à la décomposition exothermique, dont on envisage le transport, doivent être soumises aux procédures de classement propres aux matières autoréactives énoncées dans cette section, sauf :

- a) S'il s'agit de matières explosibles conformément aux critères de la classe 1;
- b) S'il s'agit des matières comburantes conformément à la procédure de classement relative à la division 5.1 (voir section 34), à l'exception des mélanges de matières comburantes contenant au moins 5 % de matières organiques combustibles qui relèvent de la procédure de classement définie au Nota ci-dessous;

NOTA: Les mélanges de matières comburantes satisfaisant aux critères de la division 5.1 qui contiennent au moins 5 % de matières organiques combustibles mais qui ne satisfont pas aux critères définis aux paragraphes a), c), d) ou e) ci-dessus doivent être soumis à la procédure de classement des matières autoréactives.

Les mélanges ayant les propriétés des matières autoréactives de type B à F doivent être classés comme matières autoréactives de la division 4.1.

Les mélanges ayant les propriétés des matières autoréactives du type G conformément au principe énoncé au 20.4.2 g), doivent être considérés aux fins de classement comme des matières de la division 5.1 (voir section 34).

- c) S'il s'agit de peroxydes organiques conformément aux critères de la division 5.2;
- d) Si leur chaleur de décomposition (voir 20.3.3.3) est inférieure à 300 J/g;
- e) Si leur température de décomposition auto-accélérée (point de décomposition exothermique) est supérieure à 75 °C pour un colis de 50 kg.

20.2.2 Les nouveaux peroxydes organiques dont on envisage le transport doivent être soumis à la procédure de classement énoncée dans cette section, sauf :

- a) Si la préparation de peroxyde organique ne contient pas plus de 1 % d'oxygène actif pour 1 % au maximum de peroxyde d'hydrogène;
- b) Si la préparation de peroxyde organique ne contient pas plus de 0,5 % d'oxygène actif pour plus de 1 % mais 7 % au maximum de peroxyde d'hydrogène.

20.2.3 Dans ce contexte, on entend par nouveau produit un produit qui, de l'avis de l'autorité compétente, comporte une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- a) Une nouvelle matière autoréactive qui répond à la définition du paragraphe 2.4.2.3.1.1 du Règlement type, ou un mélange de matières autoréactives déjà classées considéré comme sensiblement différent des mélanges déjà classés;
- b) Un activateur est ajouté à une matière autoréactive déjà classée (voir les paragraphes 2.4.2.3.2.1 et 2.4.2.3.2.2 du Règlement type) et entraîne une diminution de sa stabilité thermique ou une modification de ses propriétés explosives;
- c) Un nouveau peroxyde organique qui répond à la définition du paragraphe 2.5.1 du Règlement type, ou un mélange de peroxydes organiques déjà classés considéré comme sensiblement différent des mélanges déjà classés.

20.2.4 Les mélanges de compositions de peroxydes organiques affectées actuellement à une rubrique générique peuvent être classés comme le même type de peroxyde organique que celui du composant le plus dangereux et être transportés dans les conditions indiquées pour ce type. Toutefois, deux composants pouvant former un mélange de moindre stabilité thermique, il faut calculer la température de décomposition auto-accélérée (TDAA) du mélange et, si nécessaire, la température de régulation et la température critique découlant de la TDAA conformément au paragraphe 2.5.3.4 du Règlement type.

20.2.5 La procédure de classement doit être appliquée avant que le nouveau produit ne soit présenté au transport.

20.2.6 Toute matière qui présente les propriétés d'une matière autoréactive (sauf si elle est du type G) doit être classée comme telle, même si elle donne un résultat positif dans l'épreuve pour les matières sujettes à l'auto-échauffement de la division 4.2 (voir la section 32.5.2 du présent Manuel et le chapitre 2.4 du Règlement type).

20.3 Procédure préliminaire

20.3.1 Description générale

Il est essentiel pour la sécurité du personnel de laboratoire de soumettre les matières à des épreuves préliminaires à petite échelle, avant de manipuler de plus grandes quantités. Il s'agira en particulier d'épreuves de sensibilité aux effets mécaniques (choc et frottement), ainsi qu'à la chaleur et à la flamme.

20.3.2 Types d'épreuves

On peut généralement utiliser quatre types d'épreuves à petite échelle pour une évaluation préliminaire de la sécurité :

- a) Une épreuve de sensibilité au choc sous l'effet de la chute d'une masse;
- b) Une épreuve de sensibilité au frottement (y compris le frottement avec choc);

- c) Une épreuve de stabilité à la chaleur et de l'énergie de décomposition exothermique;
- d) Une épreuve déterminant l'effet de l'inflammation.

20.3.3 Application des méthodes d'épreuve

20.3.3.1 *Pour des raisons de sécurité, on commence généralement par les épreuves qui nécessitent la plus petite quantité de matière.*

20.3.3.2 Pour déterminer la sensibilité au choc et au frottement, on peut utiliser une des épreuves de la série 3 de la procédure d'acceptation dans la classe 1 (voir première partie).

20.3.3.3 La stabilité thermique et l'énergie de décomposition exothermique peuvent être déterminées au moyen d'un procédé calorimétrique approprié, tel que l'analyse calorimétrique différentielle ou la calorimétrie adiabatique. En utilisant ces techniques, il convient d'exercer un soin particulier pour interpréter les résultats, quand :

- On prélève des échantillons de mélanges pour les soumettre à des épreuves;
- Le matériau dont est fait le récipient contenant l'échantillon peut influencer sur les résultats;
- Une composition endothermique précède immédiatement une réaction exothermique;
- L'évaporation des constituants abaisse l'exothermicité (normalement il faut utiliser des récipients porte-échantillons scellés);
- La présence d'air peut influencer de façon critique sur l'énergie de décomposition mesurée;
- Il y a une grande différence entre la chaleur spécifique des réactifs et celle des produits;
- On utilise des vitesses de chauffe élevées (avec l'analyse calorimétrique différentielle, ces vitesses de chauffe devraient être normalement de l'ordre de 2 à 5 K/min).

Si l'on utilise l'analyse calorimétrique différentielle, la température initiale obtenue par extrapolation est définie comme le point d'intersection entre la tangente au point de plus grande pente sur le flanc d'attaque du pic, et la base obtenue par extrapolation.

20.3.3.4 Pour examiner l'effet de l'inflammation, on peut utiliser toute méthode appropriée permettant de déterminer clairement quels sont les matériaux qui réagissent violemment sous confinement faible ou nul.

Figure 20.1 a) : DIAGRAMME DE DÉCISION POUR LE CLASSEMENT DES MATIÈRES AUTORÉACTIVES ET DES PEROXYDES ORGANIQUES

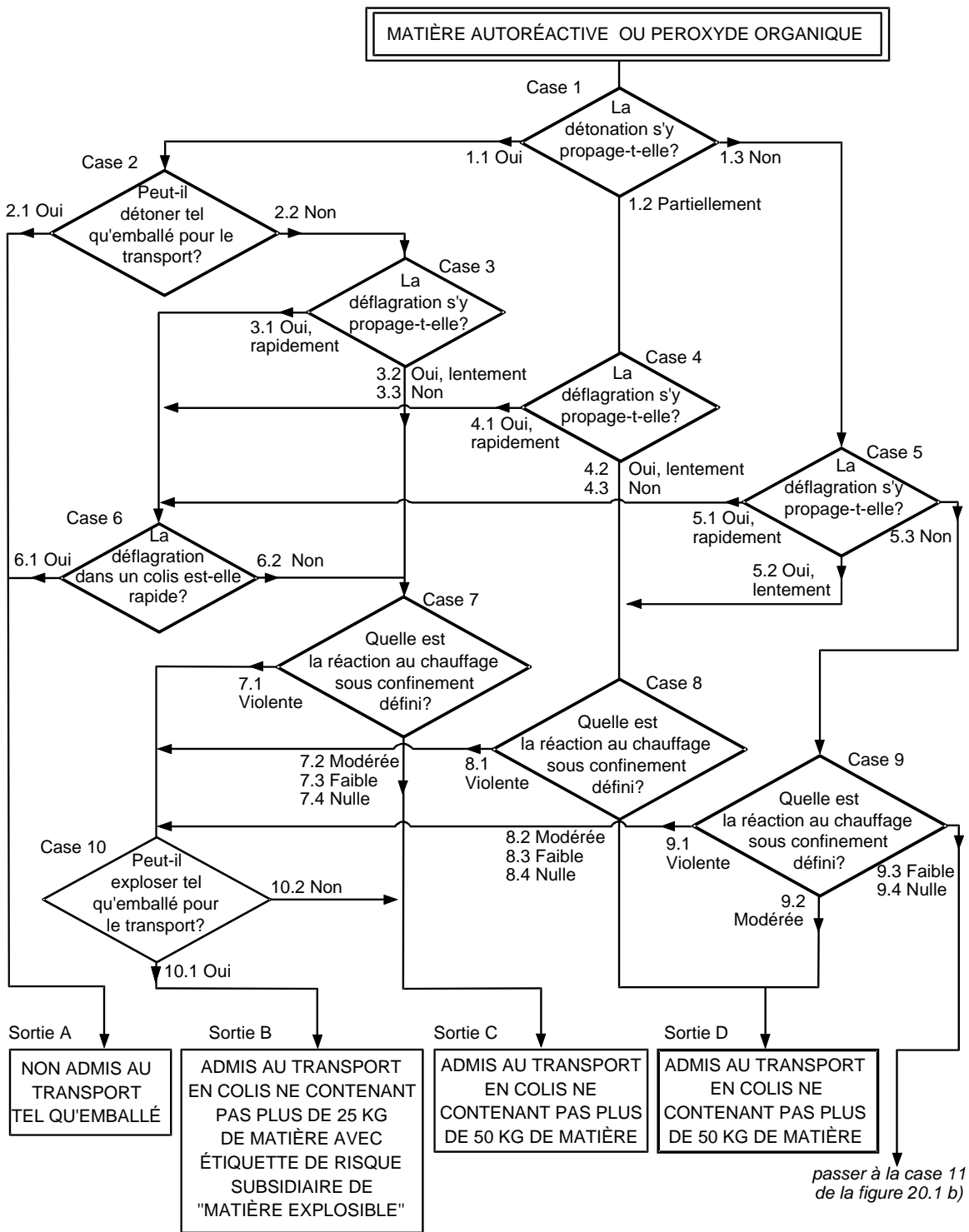
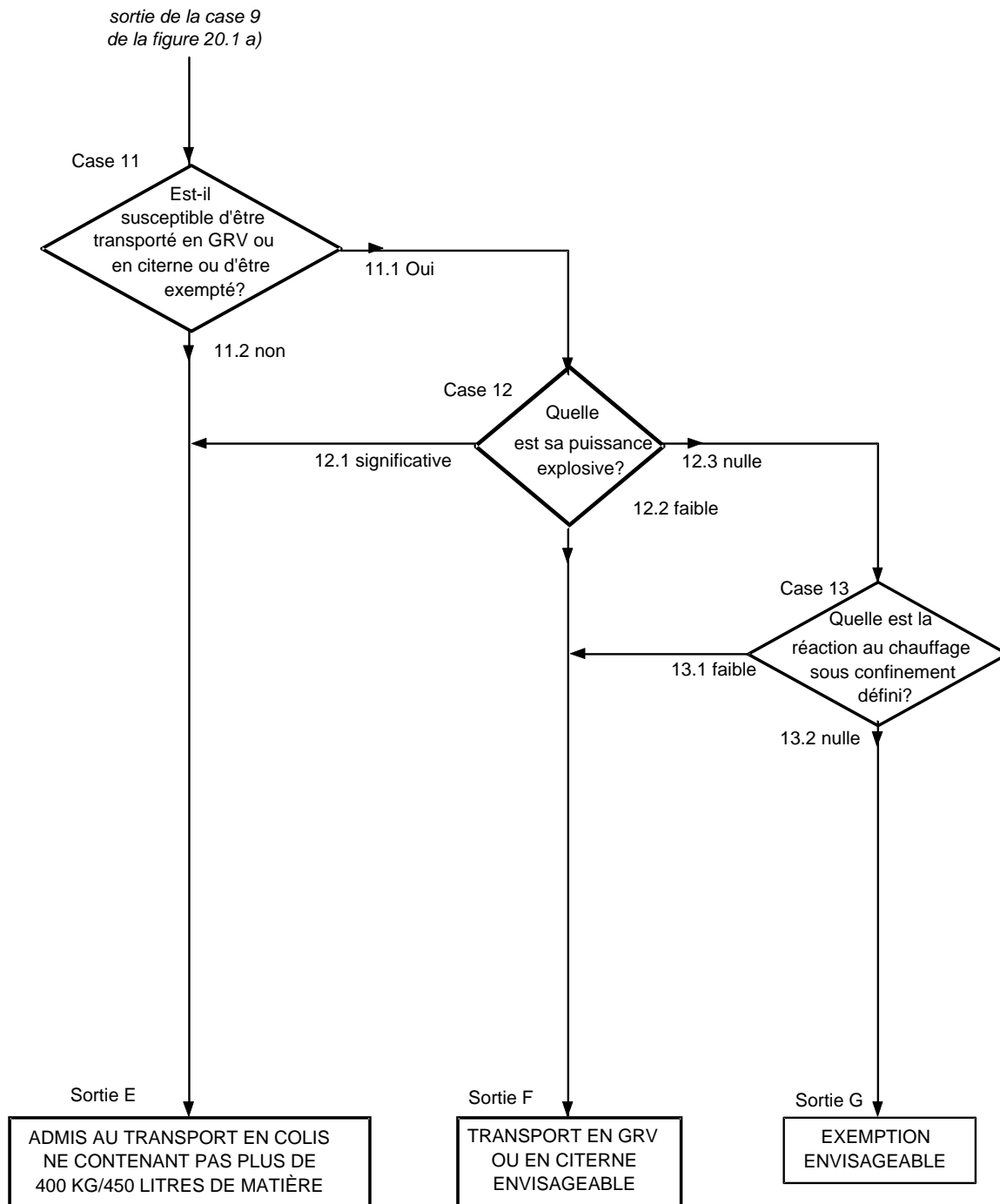


Figure 20.1 b) : DIAGRAMME DE DÉCISION POUR LE CLASSEMENT DES MATIÈRES AUTORÉACTIVES ET DES PEROXYDES ORGANIQUES (suite)



20.4 Procédure de classement

20.4.1 Description générale

20.4.1.1 Les principes de classement des matières autoréactives et des peroxydes organiques sont énoncés aux sous-sections 20.4.2 et 20.4.3 respectivement (voir aussi les paragraphes 2.4.2.3.3 et 2.5.3.3 du Règlement type). Le système général de classement (diagramme de décision) fait l'objet de la figure 20.1. Les matières autoréactives et les peroxydes organiques peuvent être classés en sept types, selon le danger qu'ils présentent. Pour déterminer le type d'une matière, il est nécessaire d'en déterminer les propriétés ainsi qu'il est spécifié dans les cases du diagramme de décision ou dans les principes de classement énoncés dans les Recommandations. Les types vont du type A, non admis au transport dans l'emballage dans lequel il a été soumis à l'épreuve, au type G, qui est exempté des dispositions relatives aux matières autoréactives de la division 4.1 ou aux peroxydes organiques de la division 5.2. Quant aux types B à F, le classement est directement lié à la quantité maximale de matière autorisée par colis.

20.4.1.2 Une matière autoréactive doit être considérée comme ayant des propriétés explosives si, lors des épreuves de laboratoire, elle se révèle capable de détoner, de déflager rapidement ou de réagir violemment lors d'un chauffage sous confinement.

20.4.1.3 La température de décomposition auto-accélérée (ou TDAA) encore appelée point de décomposition exothermique d'une matière est par définition la plus basse température à laquelle une telle décomposition peut se produire dans l'emballage utilisé pour le transport (voir la sous-section 2.5.3.4 du Règlement type). Elle est à établir pour savoir :

- a) Si une matière doit faire l'objet d'une régulation de température pendant le transport;
- b) Si, le cas échéant, la matière satisfait aux dispositions relatives au type G;
- c) Si, le cas échéant, une matière satisfait au critère TDAA pour les matières autoréactives.

20.4.1.4 La forme physique de la matière doit être déterminée, le cas échéant, comme indiqué dans la définition de "liquide" au paragraphe 1.2.1 du Règlement type.

20.4.1.5 La matière est affectée à la rubrique générique appropriée en fonction de son type, de son état physique et du fait qu'une régulation de la température est ou non exigée.

20.4.2 Classement des matières autoréactives

Pour le classement des matières autoréactives non répertoriées au paragraphe 2.4.2.3.2.3 du Règlement type, les principes ci-après doivent être appliqués :

- a) Une matière autoréactive qui, telle qu'elle est emballée pour le transport, peut détoner ou déflager rapidement, doit être interdite au transport dans cet emballage en tant que matière de la division 4.1 (elle est classée MATIÈRE AUTORÉACTIVE DU TYPE A, case de sortie A de la figure 20.1);
- b) Une matière autoréactive ayant des propriétés explosives, qui, telle qu'elle est emballée pour le transport, ne détone pas et ne déflage pas rapidement, mais peut exploser sous l'effet de la chaleur dans cet emballage, doit aussi porter une étiquette de risque subsidiaire de "MATIÈRE EXPLOSIBLE". Une matière autoréactive de cette catégorie peut être admise au transport en colis ne contenant pas plus de 25 kg de matière, à moins qu'une quantité maximale inférieure ne soit nécessaire pour éviter la détonation ou la déflagration rapide dans le colis (elle est classée MATIÈRE AUTORÉACTIVE DU TYPE B, case de sortie B de la figure 20.1);

- c) Une matière autoréactive ayant des propriétés explosives peut être transportée sans étiquette de risque subsidiaire de "MATIÈRE EXPLOSIBLE" si, la matière telle qu'elle est emballée pour le transport (quantité maximale : 50 kg par colis), ne peut détoner, déflagrer rapidement, ni exploser sous l'effet de la chaleur (elle est classée MATIÈRE AUTORÉACTIVE DU TYPE C, case de sortie C de la figure 20.1);
- d) Une matière autoréactive, qui lors d'épreuves de laboratoire, a l'un des comportements suivants :
- i) elle détone partiellement, mais ne déflagre pas rapidement et ne réagit pas violemment au chauffage sous confinement;
 - ii) elle ne détone pas, mais déflagre lentement, sans réagir violemment au chauffage sous confinement; ou
 - iii) elle ne détone pas et ne déflagre pas, mais réagit modérément au chauffage sous confinement,
- peut être admise au transport en colis ne contenant pas plus de 50 kg (masse nette) de matière (elle est classée MATIÈRE AUTORÉACTIVE DU TYPE D, case de sortie D de la figure 20.1);
- e) Une matière autoréactive qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas et ne déflagre pas, et n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement, peut être admise au transport en colis ne contenant pas plus de 400 kg/450 litres de matière (elle est classée MATIÈRE AUTORÉACTIVE DU TYPE E, case de sortie E de la figure 20.1);
- f) Une matière autoréactive qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement, et n'a qu'une puissance explosive faible ou nulle, peut éventuellement être admise au transport en GRV ou en citernes (elle est classée MATIÈRE AUTORÉACTIVE DU TYPE F, case de sortie F de la figure 20.1); pour des dispositions additionnelles, voir le Règlement type, sous-section 4.1.7.2 et instruction d'emballage IBC 520, ainsi que sous-section 4.2.1.13 et instruction de transport en citernes mobiles T23;
- g) Une matière qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, ne réagit pas au chauffage sous confinement, et a une puissance explosive nulle, n'est pas classée comme matière autoréactive de la division 4.1, à condition d'être thermiquement stable (c'est-à-dire d'avoir une TDAA de 60 à 75 °C pour un colis de 50 kg) et si le ou les diluants utilisés satisfont aux dispositions du paragraphe 2.4.2.3.5 du Règlement type (elle est classée comme MATIÈRE AUTORÉACTIVE DU TYPE G, case de sortie G de la figure 20.1). Si la préparation n'est pas thermiquement stable ou qu'un diluant autre, compatible, d'un point d'ébullition inférieur à 150 °C est utilisé comme flegmatisant, la préparation est définie comme étant un LIQUIDE/SOLIDE AUTORÉACTIF DU TYPE F.

20.4.3 *Classement des peroxydes organiques*

Pour le classement des préparations de peroxydes organiques non répertoriés au paragraphe 2.5.3.2.4 du Règlement type, on doit appliquer les critères ci-après :

- a) Une préparation de peroxyde organique qui, telle qu'elle est emballée pour le transport, peut détoner ou déflagrer rapidement doit être interdite au transport dans cet emballage en tant que matière de la division 5.2 (elle est classée PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE A, case de sortie A de la figure 20.1);
- b) Une préparation de peroxyde organique ayant des propriétés explosives, qui, telle qu'elle est emballée pour le transport, ne détone pas et ne déflagre pas rapidement, mais peut exploser sous l'effet de la chaleur dans cet emballage, doit aussi porter une étiquette de risque subsidiaire de "MATIÈRE EXPLOSIBLE". Un peroxyde organique de cette catégorie peut être transporté en colis contenant jusqu'à 25 kg de matière, à moins qu'une quantité maximale inférieure ne soit nécessaire pour éviter la détonation ou la déflagration rapide dans l'emballage (elle est classée PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE B, case de sortie B de la figure 20.1);
- c) Une préparation de peroxyde organique ayant des propriétés explosives peut être transportée sans étiquette de risque subsidiaire de "MATIÈRE EXPLOSIBLE" si la matière, telle qu'elle est emballée pour le transport (50 kg au maximum par emballage), ne peut détoner, déflagrer rapidement, ni exploser sous l'effet de la chaleur (elle est classée PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE C, case de sortie C de la figure 20.1);
- d) Une préparation de peroxyde organique qui, lors d'épreuves de laboratoire, a l'un des comportements suivants :
 - i) elle détone partiellement, mais ne déflagre pas rapidement et ne réagit pas violemment au chauffage sous confinement; ou
 - ii) elle ne détone pas, mais déflagre lentement sans réagir violemment au chauffage sous confinement; ou
 - iii) elle ne détone pas et ne déflagre pas, mais réagit modérément au chauffage sous confinement,peut être admise au transport en colis ne contenant pas plus de 50 kg (masse nette) de matière (elle est classée PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE D, case de sortie D de la figure 20.1);
- e) Une préparation de peroxyde organique qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas et ne déflagre pas, et n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement, peut être admise au transport en emballage ne contenant pas plus de 400 kg/450 l de matière (elle est classée PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE E, case de sortie E de la figure 20.1);
- f) Une préparation de peroxyde organique qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, n'a qu'une réaction faible ou nulle au chauffage sous confinement, et n'a qu'une puissance explosive faible ou nulle, peut éventuellement être admise au transport en GRV ou en citerne (elle est classée PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE F, case de sortie F de la figure 20.1); pour des dispositions additionnelles, voir le Règlement type, sous-section 4.1.7.2 et instruction d'emballage IBC 520, ainsi que sous-section 4.2.1.13 et instruction de transport en citernes mobiles T23;

- g) Une préparation de peroxyde organique qui, lors d'épreuves de laboratoire, ne détone pas à l'état cavité, ne déflagre pas, ne réagit pas au chauffage sous confinement, et a une puissance explosive nulle, est exemptée de la division 5.2, à condition d'être thermiquement stable (c'est-à-dire d'avoir une TDAA de 60 °C ou plus pour un colis de 50 kg), et pour une préparation liquide, d'être désensibilisée avec un diluant du type A (cette matière est classée PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE G, case de sortie G de la figure 20.1). Si la préparation n'est pas thermiquement stable ou qu'on utilise un diluant autre qu'un diluant du type A pour la désensibilisation, la préparation doit être définie comme étant un PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE F.

20.4.4 *Types d'épreuves*

20.4.4.1 Les paragraphes 20.4.2 et 20.4.3 se réfèrent seulement aux propriétés des matières autoréactives et à celles des peroxydes organiques qui sont déterminantes pour leur classement. Ces propriétés doivent être déterminées au moyen d'épreuves.

20.4.4.2 Les méthodes d'épreuve à utiliser pour déterminer le type d'une matière autoréactive ou d'un peroxyde organique sont réparties en huit séries, désignées par les lettres A à H; elles ont pour objet de fournir les éléments d'information nécessaires pour répondre aux questions posées dans le diagramme de décision de la figure 20.1 et appliquer les principes de classement.

20.4.4.3 La série d'épreuves A comprend des épreuves de laboratoire et des critères relatifs à la propagation d'une détonation (case 1 du diagramme de décision).

20.4.4.4 La série d'épreuves B comprend un essai et des critères relatifs à la propagation de la détonation d'une matière dans un emballage de transport (case 2 du diagramme de décision).

20.4.4.5 La série d'épreuves C comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs à la propagation de la déflagration (cases 3, 4 et 5 du diagramme de décision).

20.4.4.6 La série d'épreuves D comprend un essai et des critères relatifs à la propagation de la déflagration rapide d'une matière dans un emballage de transport (case 6 du diagramme de décision).

20.4.4.7 La série d'épreuves E comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs aux effets du chauffage sous confinement défini (cases 7, 8, 9 et 13 du diagramme de décision).

20.4.4.8 La série d'épreuves F comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs à la puissance explosive des matières pour lesquelles on envisage le transport en grands récipients pour vrac (GRV) ou en citernes, ou l'exemption (case 11 du diagramme de décision), ainsi que l'indique la case 12 du diagramme.

20.4.4.9 La série d'épreuves G comprend des essais et des critères relatifs aux effets d'une explosion par échauffement d'une matière dans un emballage de transport (case 10 du diagramme de décision).

20.4.4.10 La série d'épreuves H comprend des essais et des critères relatifs à la détermination de la température de décomposition auto-accélérée des peroxydes organiques et des matières autoréactives ou potentiellement autoréactives.

20.4.5 *Application des méthodes d'épreuve*

20.4.5.1 L'ordre dans lequel sont rangées les séries d'épreuves A à H se rapporte plus à la séquence d'évaluation des résultats qu'à l'ordre d'exécution des épreuves. La séquence recommandée des essais de laboratoire est la suivante : séries d'épreuves E, H, F, C puis A. Il peut arriver que certaines épreuves ne soient pas nécessaires; voir l'introduction de chaque série d'épreuves.

20.4.5.2 Les épreuves dans un colis des séries B, D et G ne sont à exécuter que si les résultats des épreuves correspondantes des séries d'épreuves A, C et E l'indiquent.

20.5 Exemples de rapports d'épreuve

20.5.1 Les figures 20.2 et 20.3, respectivement, donnent des exemples de procès-verbal d'épreuve et de classement.

20.5.2 Pour tenir compte des incertitudes analytiques, la concentration de la matière à transporter peut être supérieure de 2 % à la concentration éprouvée. Pour une épreuve sur un peroxyde organique, la teneur en oxygène actif doit être indiquée dans la rubrique Informations générales du rapport. De même, si une matière autoréactive est éprouvée, il convient de donner, le cas échéant, le type et la concentration de l'activateur.

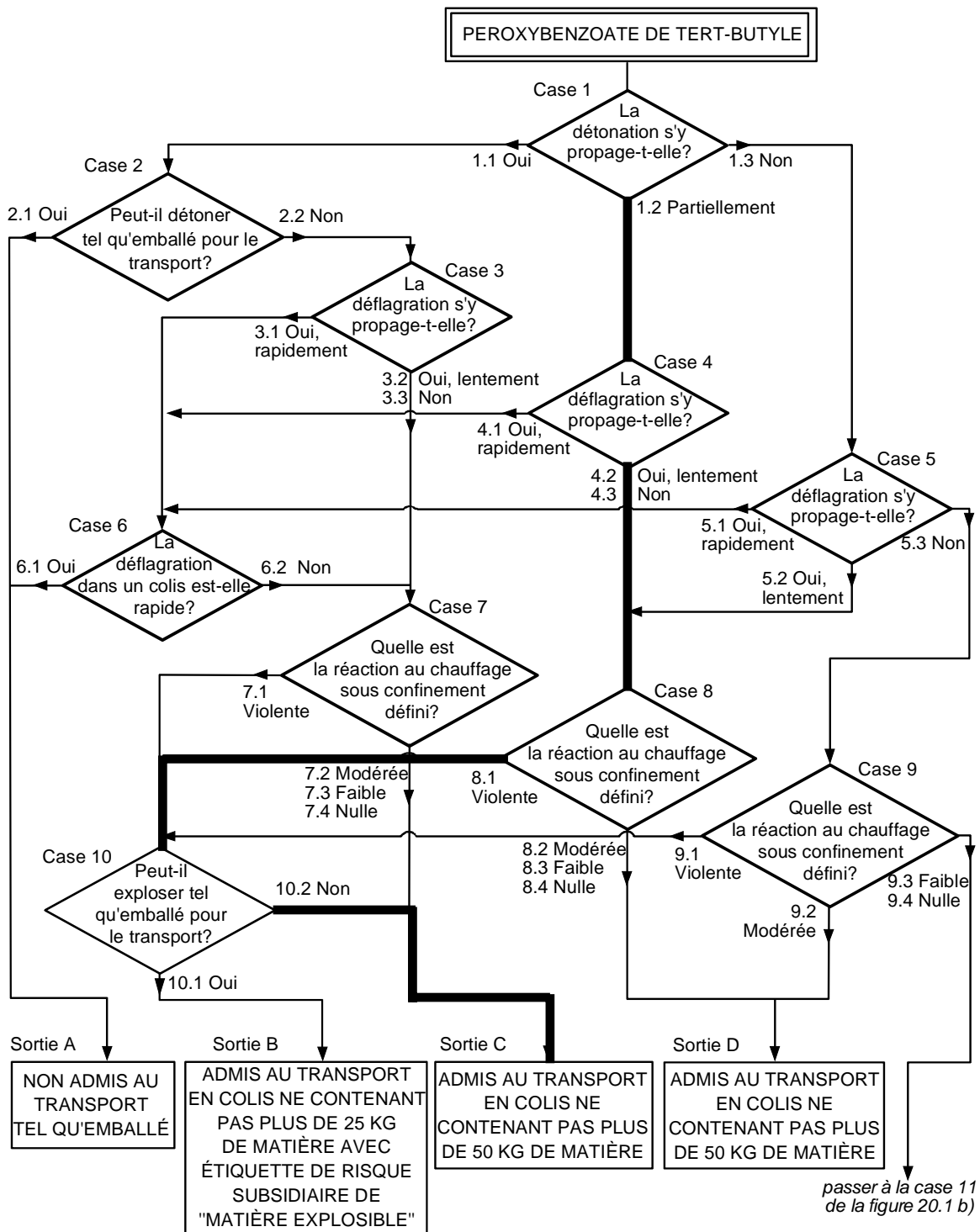
20.5.3 Si les résultats d'épreuve préliminaires indiquent que la matière est très sensible à l'inflammation (par choc, frottement ou étincelle), ces résultats doivent être consignés dans le rapport.

Figure 20.2 : EXEMPLE DE RAPPORT D'ÉPREUVE

1.	Nom de la matière	:	PEROXYBENZOATE de tert-BUTYLE, techniquement pur
2.	Informations générales		
2.1	Composition	:	Peroxybenzoate de tert-butyle à 98 %
2.2	Formule moléculaire	:	C ₁₁ H ₁₄ O ₃
2.3	Teneur en oxygène actif	:	8,24 %
2.4	Teneur en activateur	:	Sans objet
2.5	État physique	:	Liquide
2.6	Couleur	:	Incolore
2.7	Densité (apparente)	:	1 040 kg/m ³
2.8	Granulométrie	:	Sans objet
3.	Détonation (série d'épreuves A) Case 1	:	La détonation s'y propage-t-elle ?
3.1	Méthode	:	Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60 (épreuve A.1)
3.2	État de l'échantillon	:	Température ambiante
3.3	Observations	:	Tube fragmenté sur une longueur de 30 cm, la matière qui n'a pas réagi est restée dans le tube
3.4	Résultat	:	Partiellement
3.5	Sortie	:	1.2
4.	Déflagration (série d'épreuves C) Case 4	:	La déflagration s'y propage-t-elle ?
4.1	Méthode 1	:	Épreuve pression/temps (épreuve C.1)
4.2	État de l'échantillon	:	Température ambiante
4.3	Observations	:	Temps : 2,5 s
4.4	Résultat	:	Oui, lentement
4.5	Méthode 2	:	Épreuve de déflagration (épreuve C.2)
4.6	État de l'échantillon	:	Température, 50 °C
4.7	Observations	:	Vitesse de déflagration 0,65 mm/s
4.8	Résultat	:	Oui, lentement
4.9	Résultat final	:	Oui, lentement
4.10	Sortie	:	4.2
5.	Chauffage sous confinement (série d'épreuves E) Case 8	:	Quelle est la réaction au chauffage sous confinement défini ?
5.1	Méthode 1	:	Épreuve de Koenen (épreuve E.1)
5.2	État de l'échantillon	:	Masse : 26 g
5.3	Observations	:	Diamètre limite 3,5 mm (délai de réaction = 19 s et durée de réaction = 22 s)
5.4	Résultat	:	Réaction violente
5.5	Méthode 2	:	Épreuve de la bombe des Pays-Bas (épreuve E.2)
5.6	État de l'échantillon	:	10,0 g
5.7	Observations	:	Diamètre limite 10 mm (délai de réaction = 110 s et durée de la réaction = 4 s)

5.8	Résultat	:	Réaction violente
5.9	Résultat final	:	Réaction violente
5.10	Sortie	:	8.1
6.	Explosion dans un colis (série d'épreuves G) Case 10	:	Peut-il exploser tel qu'emballé pour le transport ?
6.1	Méthode	:	Épreuve de l'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis (épreuve G.1)
6.2	État de l'échantillon	:	25 kg d'échantillon dans un colis 6HG2 d'une capacité de 30 litres
6.3	Observations	:	Dégagement de fumées, pas de fragmentation du colis
6.4	Résultat	:	Pas d'explosion (méthode d'emballage OP5)
6.5	Sortie	:	10.2
7.	Stabilité à la chaleur (série d'épreuves H)		
7.1	Méthode	:	Épreuve TDAA des États-Unis (épreuve H.1)
7.2	État de l'échantillon	:	20 litres d'échantillon dans un emballage 6HG2 d'une capacité de 25 litres
7.3	Observations	:	Décomposition auto-accélérée à 63 °C, pas de décomposition auto-accélérée à 58 °C, température de décomposition auto-accélérée : 63 °C
7.4	Résultat	:	Il n'est pas nécessaire de prévoir une régulation de température
8.	Données supplémentaires (voir 20.5.3)		
8.1	Méthode	:	Épreuve BAM au mouton de choc (épreuve 3 a) ii)
8.2	État de l'échantillon	:	Température ambiante
8.3	Observations	:	Énergie limite d'impact (5 J)
8.4	Résultat	:	Sensible au choc
9.	Affectation proposée		
9.1	Désignation officielle de transport	:	PEROXYDE ORGANIQUE DU TYPE C, LIQUIDE
9.2	Numéro ONU	:	3103
9.3	Division	:	5.2
9.4	Nom technique	:	Peroxybenzoate de tert-butyle
9.5	Concentration	:	≤ 100 %
9.6	Diluant(s)	:	Néant
9.7	Risques subsidiaires	:	Néant
9.8	Groupe d'emballage	:	II
9.9	Méthode d'emballage	:	OP5
9.10	Régulation de température	:	Néant
9.11	Température critique	:	Néant

Figure 20.3 : CLASSEMENT DU PEROXYBENZOATE DE TERT-BUTYLE



SECTION 21

ÉPREUVES DE LA SÉRIE A

21.1 Introduction

21.1.1 La série d'épreuves A comprend des épreuves de laboratoire et des critères d'évaluation des résultats concernant la propagation d'une détonation, permettant de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1

21.2 Méthodes d'épreuve

21.2.1 À la question "La détonation s'y propage-t-elle ?" (case 1 de la figure 20.1), il est répondu selon les résultats d'une des méthodes d'épreuve du tableau 21.1. Pour les liquides susceptibles d'être transportés en conteneurs-citernes ou en GRV de capacité supérieure à 450 litres, on peut utiliser une version sous cavitation d'une épreuve de la série A (voir appendice 3).

Tableau 21.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE A

Code	Nom de l'épreuve	Section
A.1	Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60	21.4.1
A.2	Épreuve TNO en tube d'acier de 50/70	21.4.2
A.5	Épreuve d'amorçage ("gap test") de l'ONU	21.4.3
A.6	Épreuve de détonation de l'ONU ^a	21.4.4

^a *Épreuve recommandée.*

Toutes les épreuves sont tenues pour équivalentes et il suffit d'employer une seule d'entre elles.

21.2.2 Comme épreuve de présélection pour déterminer l'aptitude de propager une détonation, on peut, pour les peroxydes organiques et les matières autoréactives, combiner une épreuve de la puissance explosive (toute épreuve de la série F, à l'exception de l'épreuve F.5 pour les peroxydes organiques, et toute épreuve de la série F, à l'exception des épreuves F.4 et F.5 pour les matières autoréactives) avec deux épreuves des effets du chauffage sous confinement. Il n'est pas nécessaire d'exécuter une épreuve de la série A dans les cas suivants :

- a) Si le résultat d'une épreuve de puissance explosive est "nulle";
- b) Si le résultat de l'épreuve E.2 et de l'épreuve E.1 ou de l'épreuve E.3 est "nulle" ou "faible";

Pour le transport en emballages (à l'exclusion des GRV) et si la procédure de présélection indique qu'une épreuve de la série A n'est pas nécessaire, il est alors répondu "non" à la question de la case 1. Toutefois, si une matière est susceptible d'être transportée en conteneurs-citernes ou en GRV ou d'être exemptée, alors il faut réaliser une épreuve de la série A à moins que le résultat obtenu dans une épreuve de la série A soit "non" avec une formulation de la matière de concentration supérieure et de même état physique.

21.3 Conditions d'épreuve

21.3.1 La masse volumique apparente des matières ayant un effet important sur les résultats des épreuves de la série A, doit toujours être relevée. La masse volumique apparente des matières solides doit être déterminée par mesure du volume du tube et de la masse d'échantillon.

21.3.2 Si un mélange est susceptible de se séparer en deux phases pendant le transport, il faut exécuter l'épreuve avec le dispositif d'amorçage en contact avec la phase potentiellement la plus explosive.

21.3.3 Les épreuves doivent être effectuées à la température ambiante, sauf si la matière est à transporter dans des conditions où son état physique et sa densité sont susceptibles de changer. Les peroxydes organiques et les matières autoréactives qui nécessitent une régulation de température doivent être éprouvés à la température de régulation, si celle-ci est inférieure à la température ambiante.

21.3.4 *La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).*

21.3.5 Lorsqu'on utilise un nouveau lot de tubes d'acier, il convient de réaliser des essais d'étalonnage avec de l'eau (essais sur liquides) et avec un solide organique inerte (essais sur solides) pour déterminer la longueur moyenne de fragmentation à blanc (longueur témoin). Les critères "non"/"partiellement" sont fixés à 1,5 fois cette longueur témoin.

21.4 Série A : Dispositions d'épreuves

21.4.1 Épreuve A.1 : Épreuve BAM en tube d'acier de 50/60

21.4.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à détoner lorsqu'elle est soumise à un amorçage par un relais détonant sous confinement dans un tube d'acier. Elle permet de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1.

21.4.1.2 Appareillage et matériels

On utilise un tube d'acier étiré sans soudure mesurant 500 mm de long, de 60 mm de diamètre extérieur, avec une épaisseur de paroi de 5 mm (par exemple conformément à la norme DIN 2448), fait en acier St. 37,0, ayant une charge de rupture de 350 à 480 N.mm⁻² (par exemple selon la norme DIN 1629). Le tube est fermé par un bouchon fileté en fonte malléable ou un bouchon plastique approprié en couvrant l'extrémité ouverte. Le relais est constitué par une charge cylindrique de 50 g d'hexocire (95/5) comprimée à une pression de 1 500 bar et ayant les cotes indiquées sur la figure 21.4.1.1. Le relais comporte à sa partie supérieure une cavité axiale de 7 mm de diamètre et de 20 mm de profondeur pouvant recevoir un détonateur de puissance suffisante pour amorcer le relais de manière fiable. Les matières susceptibles de réagir dangereusement avec l'acier de qualité St. 37,0 sont éprouvées dans des tubes revêtus intérieurement de polyéthylène¹.

21.4.1.3 Mode opératoire

21.4.1.3.1 En principe, on remplit le tube d'acier avec la matière telle qu'elle a été reçue et on détermine la masse de l'échantillon et, sauf pour les solides, la masse volumique apparente connaissant le volume interne, mesuré, du tube. Il faut cependant veiller à ce que la matière ne soit pas en mottes et à ce qu'il ne subsiste pas de vides dans le cas des matières pâteuses ou géliiformes. La densité finale de la matière dans le tube doit dans tous les cas être aussi proche que possible de la densité au cours du transport. Le relais est introduit en position centrale à l'extrémité supérieure du tube, de telle manière qu'il soit entouré de matière.

¹ Dans certains cas, le matériau du tube peut être de l'aluminium pur ou de l'acier de qualité 1,457 1 selon la norme DIN 17440.

Lorsqu'il s'agit d'un liquide, on isole le relais du liquide en l'enveloppant dans une mince feuille d'aluminium ou un film de matière plastique appropriée. Le relais enveloppé est alors fixé au bouchon en fonte malléable au moyen de quatre fils métalliques minces passant par quatre trous supplémentaires pratiqués dans le bouchon. On visse celui-ci avec précaution sur le tube et on introduit le détonateur dans la charge relais par le trou central du bouchon. Le détonateur peut alors être mis à feu.

21.4.1.3.2 On exécute au moins deux essais, facultativement avec un dispositif de contrôle (sonde de mesure continue, par exemple) de la vitesse de détonation, à moins qu'il n'y ait détonation dès le premier essai. Un troisième essai avec dispositif de contrôle peut être nécessaire si deux essais exécutés sans dispositif de contrôle n'ont pas permis de tirer une conclusion.

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

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

- a) Le type de fragmentation du tube;
- b) Le degré d'achèvement de la réaction;
- c) La vitesse de propagation mesurée dans la matière.

On retient les résultats d'essai correspondant au classement le plus rigoureux.

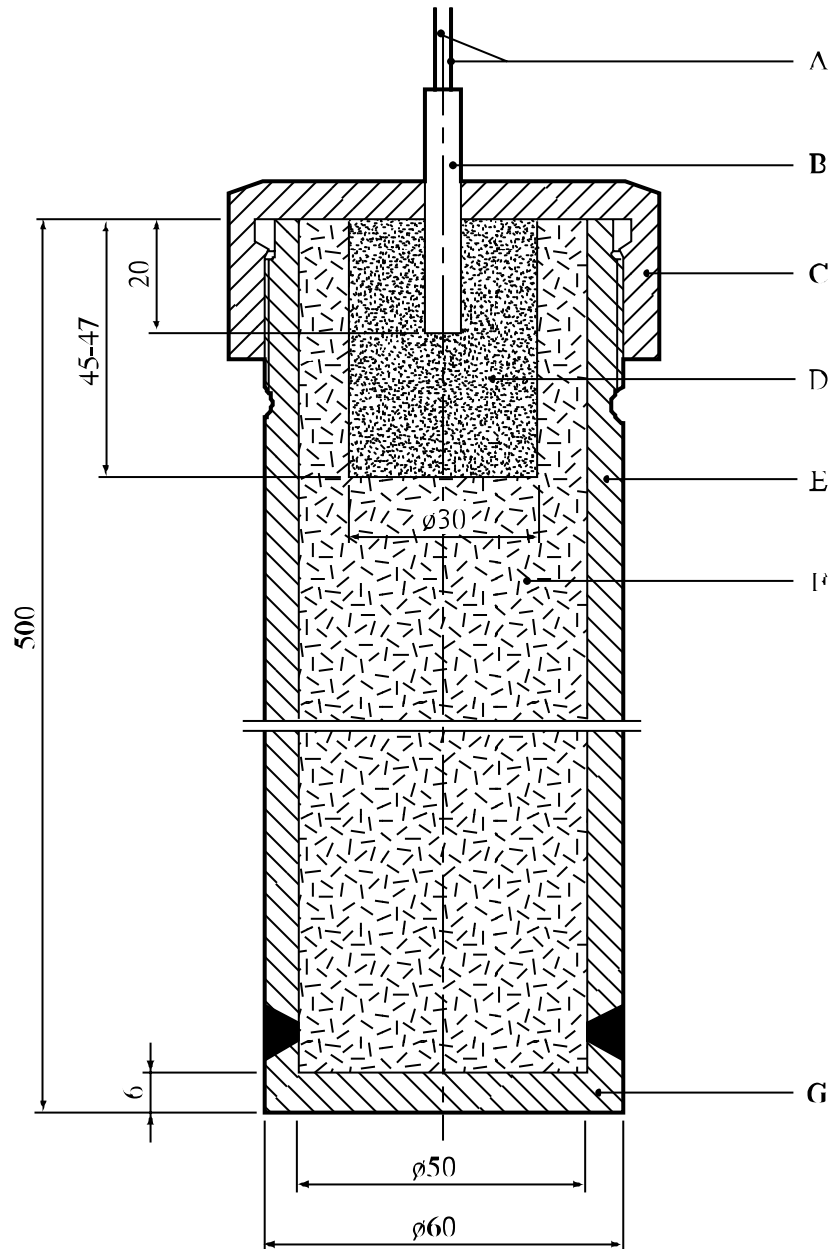
21.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- "Oui" :
- Le tube est complètement fragmenté; ou
 - Le tube est fragmenté à ses extrémités supérieure et inférieure; ou
 - Une mesure de vitesse montre que la vitesse de propagation dans la partie non fragmentée du tube est constante et supérieure à la vitesse du son dans la matière.
- "Partiellement":-
- Le tube est fragmenté seulement à l'extrémité supérieure et la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube est supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique; et
 - Une partie importante de la matière n'a pas réagi ou une mesure de vitesse montre que la vitesse de propagation dans la partie du tube qui n'est pas fragmentée est inférieure à la vitesse du son dans la matière.
- "Non" :
- Le tube est fragmenté seulement à l'extrémité supérieure et la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube est égale ou plus petite que 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique; et
 - Une partie importante de la matière n'a pas réagi ou une mesure de vitesse montre que la vitesse de propagation dans la partie du tube qui n'est pas fragmentée est inférieure à la vitesse du son dans la matière.

21.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Masse volumique apparente (kg/m ³)	Longueur fragmentée (cm)	Résultat
Acide 3-chloroperoxybenzoïque, pas plus de 86 % avec de l'acide 3-chlorobenzoïque	610	24,6 ^a	Oui
Azodicarbonamide	627	15	Non
Azo-2,2'bis(diméthyl-2,4 valéronitrile)	793	16	Non
Benzène-disulfonhydrazide-1,3	640	50	Oui
Benzène sulfonhydrazide	630	17	Non
Chlorure de diazo-2 naphthol-1 sulfonyle-5	690	20	Non ^b
N,N'-Dinitrosopentaméthylène tétramine, 90 % avec de l'huile minérale	590	50	Oui ^c
N,N'-Dinitrosopentaméthylène tétramine, 80 % avec 17 % de solide inorganique et 3 % d'huile minérale	500	50	Oui
N,N'-Dinitrosopentaméthylène tétramine, 75 % avec 15 % de carbonate de calcium et 10 % d'huile minérale	-	26	Partiellement
Hydroperoxyde de cumyle, 84 % dans du cumène	-	15	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	-	30	Partiellement
Peroxyde(s) de cyclohexanone	620	50	Oui
Peroxyde de dicumyle	520	14	Non
Peroxyde de dibenzoyle	730	30,12 ^a	Oui
Peroxyde de dibenzoyle, 75 % avec de l'eau	740	20	Non
Peroxyde de dilauroyle	580	25	Partiellement
Peroxyde de di-tert-butyle	-	16	Non
Peroxydicarbonate de dicétyle	590	13	Non
Peroxydicarbonate de diisopropyle	790	50	Oui
Peroxydicarbonate de dimyristyle	460	20	Non
Peroxydicarbonate de dimyristyle, 42 %, dispersion stable dans l'eau	-	15	Non
Peroxy-2- éthylhexanoate de tert-butyle	-	18	Non
<u>Matières inertes</u>			
Air		8	
Eau		14	
Phtalate de diméthyle		13	
Sable		13	
Sucre glace	682	14	

^a Fragmentation des deux extrémités.^b Matière ayant complètement réagi par déflagration.^c Vitesse de détonation 3 040 m/s.



Cotes en mm

-
- (A) Fils du détonateur
 - (B) Détonateur pénétrant de 20 mm dans la charge relais
 - (C) Bouchon vissant en fonte malléable ou bouchon en plastique
 - (D) Charge relais d'hexocire (95/5) de 30 mm de diamètre et environ 46 mm de long
 - (E) Tube en acier mesurant 500 mm de long, 50 mm de diamètre intérieur, 60 mm de diamètre extérieur
 - (F) Matière à éprouver
 - (G) Fond en acier soudé de 6 mm d'épaisseur
-

Figure 21.4.1.1 : ÉPREUVE BAM EN TUBE D'ACIER DE 50/60

21.4.2 *Épreuve A.2 : Épreuve TNO en tube d'acier de 50/70*

21.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à détoner lorsqu'elle est soumise à un amorçage par un relais détonant sous confinement dans un tube en acier. Elle permet de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1.

21.4.2.2 *Appareillage et matériels*

21.4.2.2.1 Matières solides

Pour ces matières, on utilise un tube d'acier sans soudure (par exemple, acier de qualité St. 35, norme DIN 1629/P3), de 50 mm de diamètre intérieur, de 10 mm d'épaisseur de paroi et de 1 160 mm de long (tube du type A). A l'une de ses extrémités (fond), le tube est fermé par soudage d'une plaque d'acier de 20 mm d'épaisseur (voir la figure 21.4.2.1). Le tube est muni d'un dispositif de contrôle (sonde de mesure continue à fil, par exemple) pour déterminer la vitesse de propagation de la réaction dans la matière. La charge excitatrice est constituée par quatre relais d'hexocire (95/5) de 50 mm de diamètre, de 50 g de masse et de 16,4 mm de long.

21.4.2.2.2 Liquides

Pour les essais sur les liquides on utilise un tube similaire à celui qui est employé pour les matières solides, mais de 750 mm de long. À l'une de ses extrémités (fond) il est fermé par une plaque métallique de 0,5 mm d'épaisseur sous laquelle sont placées les quatre charges relais (tube du type B) (voir la figure 21.4.2.2). Le tube est maintenu en position verticale par un support séparé ou par trois pieds soudés au tube. Pour l'essai de liquides corrosifs et de liquides qui se décomposent au contact de l'acier St. 35, on utilise un tube en acier inoxydable 316 (passivé si nécessaire) ayant 750 mm de long, 50 mm de diamètre intérieur et 63 mm de diamètre extérieur (tube du type C).

21.4.2.3 *Mode opératoire*

21.4.2.3.1 Matières solides

La matière est soumise à l'essai à la température ambiante ou à la température de régulation, si celle-ci est inférieure à la température ambiante. Après avoir installé la sonde de vitesse, on charge la matière solide à éprouver par l'extrémité ouverte du tube tout en la tassant continuellement par petits chocs. Lorsque le tube est rempli jusqu'à 60 mm de son bord supérieur on détermine la masse de l'échantillon et on calcule la masse volumique apparente connaissant le volume intérieur, mesuré, du tube. Les quatre charges relais sont alors mises en place, la dernière étant munie d'un détonateur. La charge peut alors être mise à feu. On exécute deux essais, à moins qu'il n'y ait détonation dès le premier.

21.4.2.3.2 Liquides

Pour les essais sur les liquides la charge relais, qui est la même que celle utilisée pour les matières solides, est placée sous la plaque métallique de fond. On remplit ensuite complètement le tube de liquide et l'on détermine la masse de l'échantillon. La suite du mode opératoire est la même que pour les matières solides.

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

21.4.2.4.1 Pour l'évaluation des résultats, on se fonde sur le type de fragmentation du tube et, dans certains cas, la vitesse de propagation mesurée. On retient le résultat d'essai correspondant au classement le plus rigoureux.

21.4.2.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- "Oui" :
- Le tube est fragmenté sur toute sa longueur; ou
 - La mesure de vitesse montre que la vitesse de propagation dans la partie non fragmentée du tube est constante et supérieure à la vitesse du son dans la matière.
- "Partiellement" :
- Pour tous les essais, le tube n'est pas fragmenté complètement mais la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation est supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.
- "Non" :
- Pour tous les essais, la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube est égale à ou plus petite que 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.

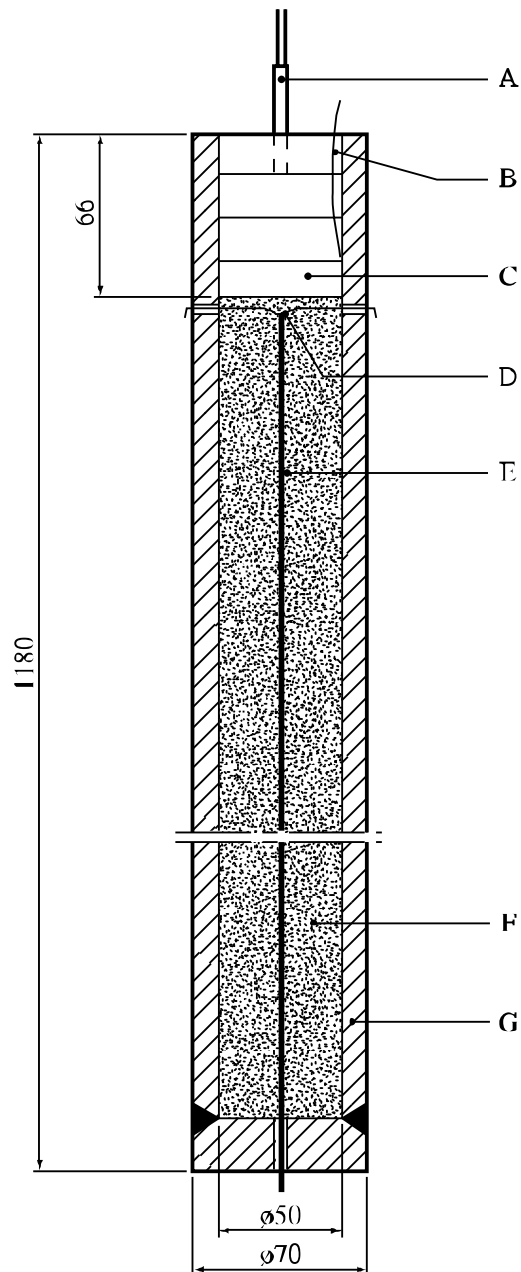
21.4.2.5 Exemples de résultats

Matière	Type de tube	Masse volumique apparente (kg/m ³)	Longueur fragmentée (cm)	Résultat
Bis(tert-butylperoxy)-1,1 triméthyl-3,3,5 cyclohexane	C	-	7	Non
Carbonate d'isopropyle et de peroxy tert-butyle	B	-	17	Partiellement
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 Morpholino-4 benzènediazonium, 90 %	A	-	17	Non
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 (phénylsulfonyl)-4 benzènediazonium, 67 %	A	-	25	Non
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	B	-	14	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	B	-	20	Partiellement
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	A	770	30	Partiellement
Peroxyde de dilauroyle	A	610	34	Partiellement
Peroxyde de di-n-octanoyle (liquide)	B	-	10	Non
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle ^a	A	630	33 ^b	Oui
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle avec 10 % d'eau ^a	A	640	33 ^c	Oui
Tétrafluoroborate de méthyl-3 (pyrrolidinyl-1)-4 benzènediazonium, 95 %	A	-	19	Non

^a Exécuté à la température de régulation.

^b La vitesse de propagation, 660 m/s, est supérieure à la vitesse du son dans la matière.

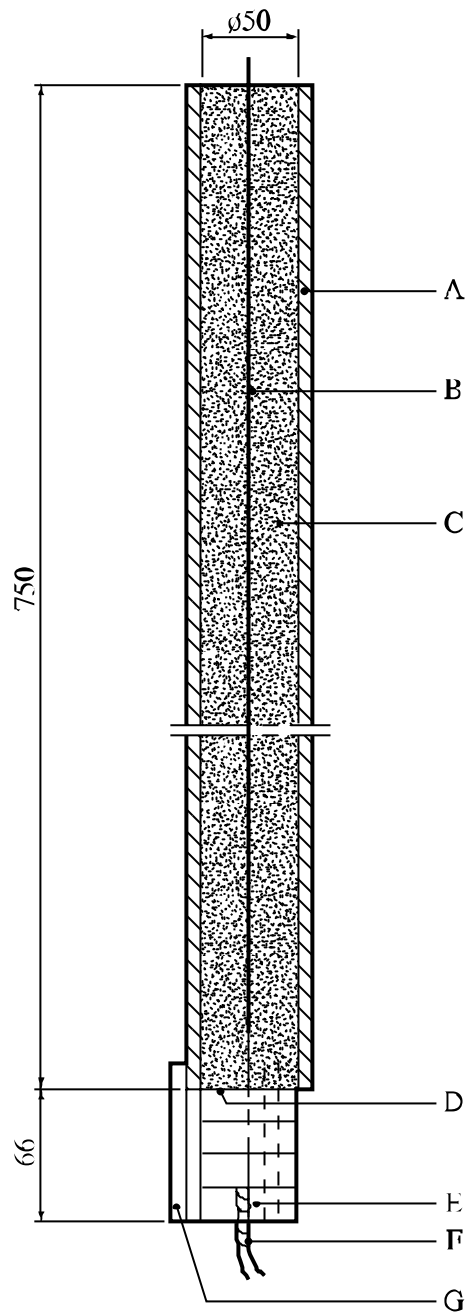
^c La vitesse de propagation, 690 m/s, est supérieure à la vitesse du son dans la matière.



Cotes en mm

-
- | | |
|-----|---------------------------------|
| (A) | Détonateur électrique |
| (B) | Sonde d'ionisation |
| (C) | Charges d'hexocire (quatre) |
| (D) | Trou de passage des fils |
| (E) | Sonde de vitesse de propagation |
| (F) | Matière à éprouver |
| (G) | Tube en acier |
-

Figure 21.4.2.1 : ÉPREUVE TNO EN TUBE D'ACIER DE 50/70 POUR MATIÈRES SOLIDES (tube du type a)



Cotes en mm

-
- | | |
|-----|--|
| (A) | Tube en acier de 70 mm (B) ou 63,5 (C) de diamètre extérieur |
| (B) | Sonde de vitesse de propagation |
| (C) | Matière à éprouver |
| (D) | Disque en acier inoxydable |
| (E) | Charges d'hexocire (quatre) |
| (F) | Détonateur |
| (G) | Pieds |
-

**Figure 21.4.2.2 : ÉPREUVE TNO EN TUBE D'ACIER DE 50/70 POUR LIQUIDES
(tubes types b et c)**

21.4.3 *Épreuve A.5 : Épreuve d'amorçage ("gap test") de l'ONU*

21.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve est utilisée pour apprécier l'aptitude à la propagation de la détonation d'une matière subissant l'effet d'un relais détonant sous confinement dans un tube en acier. Elle permet de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1.

21.4.3.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est représenté dans la figure 21.4.3.1. L'échantillon à éprouver est placé dans un cylindre d'acier au carbone sans soudure étiré à froid de 48 ± 2 mm de diamètre extérieur ayant une épaisseur de paroi de $4,0 \pm 0,1$ mm et une longueur de 400 ± 5 mm. Si l'échantillon risque de réagir avec l'acier, l'intérieur du tube doit être protégé par un revêtement de résine fluorocarbonée. Le fond du cylindre est fermé par deux feuilles superposées de polyéthylène de 0,08 mm d'épaisseur, tendues fermement (jusqu'à déformation plastique) sur le fond du tube et maintenues en place avec des anneaux de caoutchouc et de la bande isolante. Si les échantillons agissent sur le polyéthylène, on peut utiliser de la feuille de polytétrafluoréthylène. La charge primaire est une pastille d'hexocire (95/5) ou de penthrite/TNT (50/50) de 160 g, d'un diamètre de 50 ± 1 mm, ayant une masse volumique de $1\,600 \pm 50$ kg/m³, correspondant à une longueur d'environ 50 mm. La charge d'hexocire peut être constituée d'une ou plusieurs pièces pressées, à condition que la charge totale réponde aux spécifications; la charge de penthrite/TNT est moulée. Une plaque témoin carrée d'acier doux, mesurant 150 ± 10 mm de côté et $3,2 \pm 0,2$ mm d'épaisseur, est montée à l'extrémité supérieure du tube d'acier, en étant séparée de celui-ci par des cales épaisses de $1,6 \pm 0,2$ mm.

21.4.3.3 *Mode opératoire*

21.4.3.3.1 L'échantillon est chargé au ras du bord supérieur du tube d'acier. Pour les échantillons solides, la densité voulue est obtenue en tapotant l'extérieur du tube jusqu'à ce que le progrès du tassement devienne imperceptible. La masse de l'échantillon est déterminée et, pour les solides, on calcule la masse volumique apparente, connaissant le volume intérieur mesuré du tube. Celle-ci doit se rapprocher le plus possible de la masse volumique de la matière transportée.

21.4.3.3.2 Le tube est mis en position verticale et le relais est placé en contact direct avec la feuille qui en ferme le fond. Le détonateur est positionné contre le relais; on peut alors y mettre le feu. L'essai est exécuté deux fois pour chaque matière à moins qu'une détonation ne soit observée dès le premier essai.

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

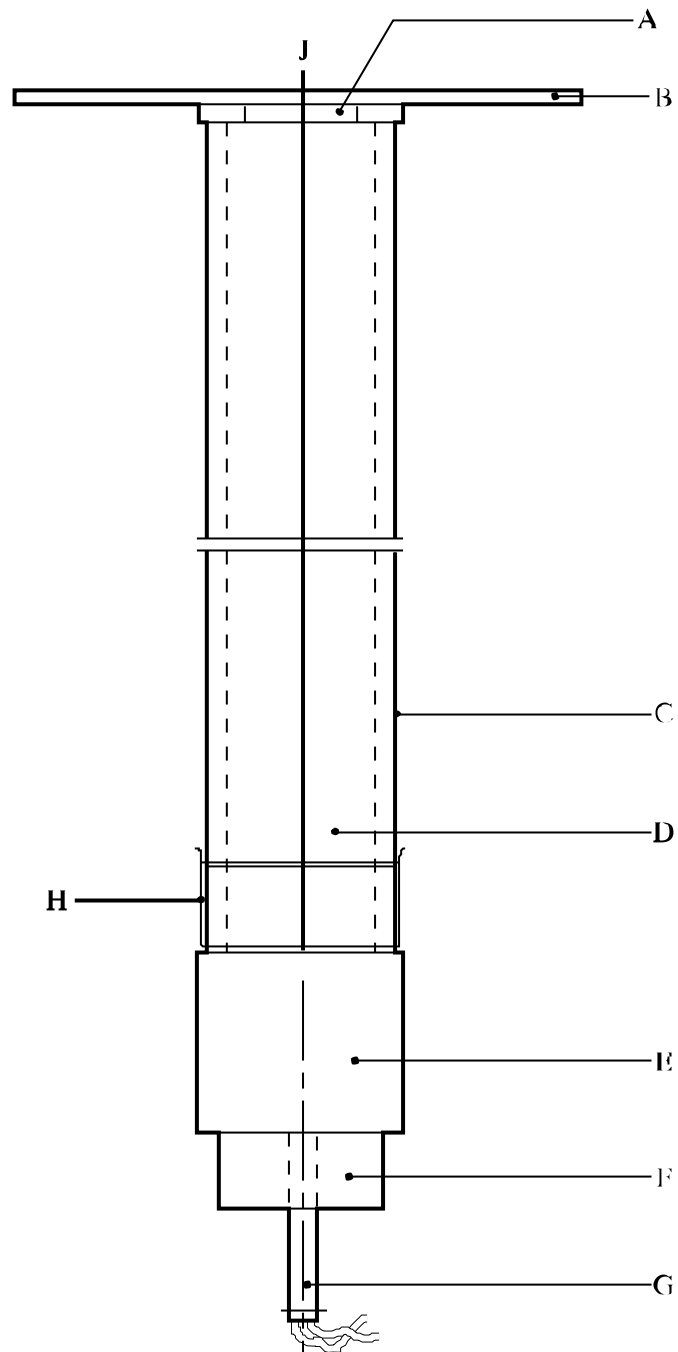
21.4.3.4.1 Pour l'évaluation des résultats d'épreuve on se fonde sur le type de fragmentation du tube. La plaque témoin sert uniquement à fournir des indications supplémentaires sur la violence de la réaction. Pour le classement, c'est l'essai donnant le résultat le plus sévère qui sera retenu.

21.4.3.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- "Oui" : - Le tube est fragmenté sur toute sa longueur.
- "Partiellement" : - Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur, mais sa longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation est supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.
- "Non" : - Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur et sa longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation est égale à ou plus petite que 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.

21.4.3.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Longueur fragmentée (cm)	Résultat
Azo-2,2 bis(isobutyronitrile)	366	40	Oui
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	-	34	Partiellement
Peroxybenzoate de tert-butyle	-	25	Partiellement
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	685	40	Oui
Peroxyde de dilauroyle	564	28	Non
Peroxy-2 éthylhexanoate de tert-butyle	-	25	Partiellement



-
- | | |
|--|--------------------------|
| (A) Entretoise | (B) Plaque témoin |
| (C) Tube en acier | (D) Matière à éprouver |
| (E) Charge relais d'hexocire ou de pentolite | (F) Porte-détonateur |
| (G) Détonateur | (H) Feuille en plastique |
-

Figure 21.4.3.1 : ÉPREUVE D'AMORÇAGE ("GAP TEST") DE L'ONU

21.4.4 *Épreuve A.6 : Épreuve de détonation de l'ONU*

21.4.4.1 *Introduction*

Cette épreuve est utilisée pour apprécier l'aptitude à la propagation de la détonation d'une matière subissant l'effet d'un relais détonant sous confinement dans un tube en acier. Elle permet de répondre à la question de la case 1 de la figure 20.1.

21.4.4.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essais, qui est le même pour les solides et les liquides, est représenté sur la figure 21.4.4.1. L'échantillon à éprouver est placé dans un cylindre d'acier au carbone sans soudure étiré à froid de 60 ± 1 mm de diamètre extérieur, ayant une épaisseur de paroi de 5 ± 1 mm et une longueur de 500 ± 5 mm. Si l'échantillon risque de réagir avec l'acier, l'intérieur du tube doit être protégé par un revêtement de résine fluorocarbonée, déposé par pulvérisation. Le fond du cylindre est fermé par deux couches de feuille de polyéthylène de 0,08 mm d'épaisseur, maintenues en place avec des anneaux de caoutchouc et de la bande isolante. Si les échantillons agissent sur le polyéthylène, on peut utiliser de la feuille de polytétrafluoréthylène. La charge primaire est une pastille d'hexocire (95/5) ou de penthrite/TNT (50/50) de 200 g, d'un diamètre de 60 ± 1 mm et longue de 45 mm, ayant une masse volumique de $1\,600 \pm 50$ kg/m³. La charge d'hexocire peut être constituée d'une ou plusieurs pièces pressées, à condition que la charge totale réponde aux spécifications, la charge de penthrite/TNT est moulée. Le tube est instrumenté, par exemple avec une sonde de mesure continue de la vitesse de détonation, à fil, pour déterminer la vitesse de propagation dans la matière. On peut obtenir des renseignements supplémentaires sur le comportement explosif de l'échantillon d'épreuve en utilisant une plaque témoin, comme le montre la figure 21.4.4.1, ou une sonde de mesure continue de la vitesse de détonation dans la matière. La plaque témoin carrée en acier doux, mesurant 150 mm de côté et 3,2 mm d'épaisseur, est montée à l'extrémité supérieure du tube et séparée par celui-ci par des cales de 1,6 mm d'épaisseur.

21.4.4.3 *Mode opératoire*

L'échantillon est chargé au ras du bord supérieur du tube d'acier. Pour les échantillons solides, la densité voulue est obtenue en tapotant l'extérieur du cylindre jusqu'à ce que le progrès du tassement devienne imperceptible. La masse de l'échantillon est déterminée et, pour les solides, on calcule la masse volumique apparente. Celle-ci doit se rapprocher le plus possible de la masse volumique de la matière transportée. Le tube est placé en position verticale. Le détonateur est positionné dans le relais; on peut alors y mettre à feu. L'essai est exécuté deux fois, pour chaque matière, à moins qu'une détonation ne soit observée dès le premier essai.

21.4.4.4 *Critères d'épreuves et méthode d'évaluation des résultats*

21.4.4.4.1 L'évaluation des résultats de l'épreuve repose sur :

- a) Le type de fragmentation du tube; et
- b) Le cas échéant, la vitesse mesurée de propagation dans la matière.

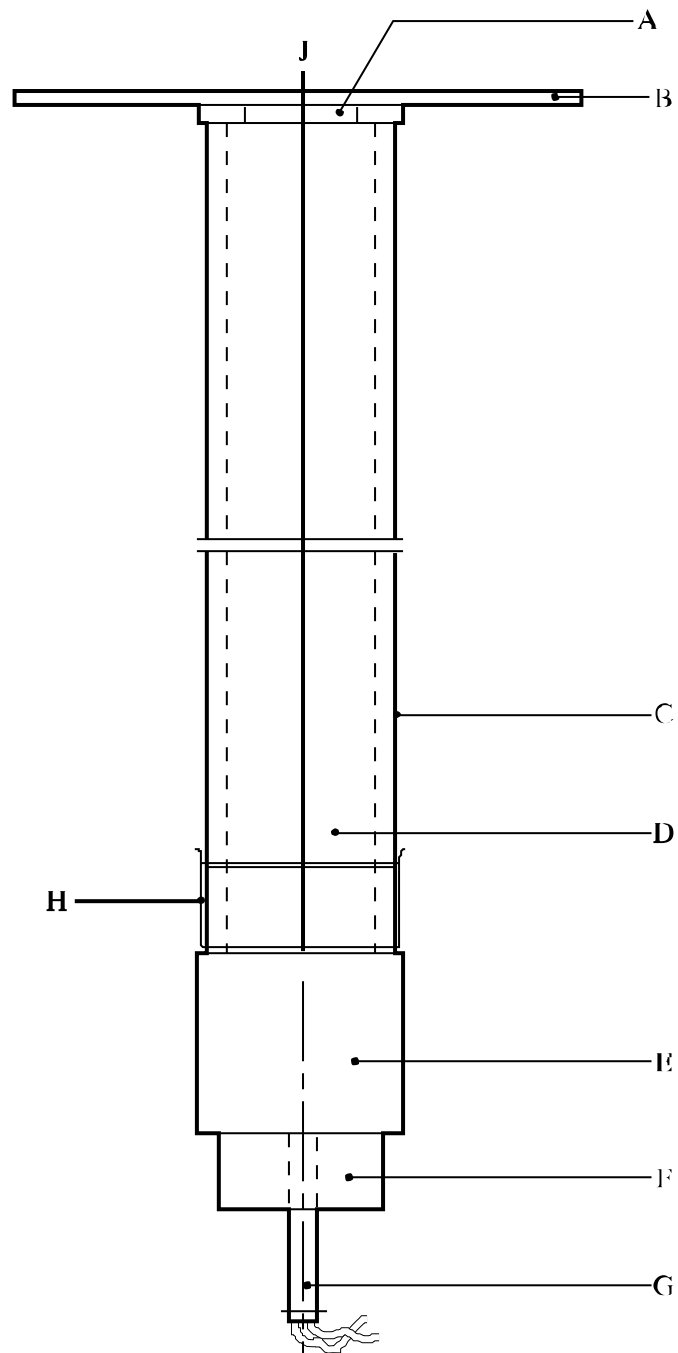
Pour le classement, c'est l'essai donnant le résultat le plus sévère qui sera retenu.

21.4.4.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- "Oui" : - Le tube est complètement fragmenté.
- "Partiellement" : - Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur mais la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube est supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.
- "Non" : - Le tube n'est pas fragmenté sur toute sa longueur et la longueur moyenne (sur deux essais) de fragmentation du tube n'est pas supérieure à 1,5 fois la longueur moyenne de fragmentation trouvée avec un matériau inerte de même état physique.

21.4.4.5 Exemples de résultats

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Longueur fragmentée (cm)	Résultat
Azo-2,2 bis (isobutyronitrile)	346	50	Oui
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	870	30	Partiellement
Peroxybenzoate de tert-butyle	-	28	Partiellement
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	697	22	Non
Peroxyde de dilauroyle	580	32	Partiellement
Peroxy-2 éthylhexanoate de tert-butyle	-	23	Non



- | | |
|--|--------------------------|
| (A) Entretoise | (B) Plaque témoin |
| (C) Tube en acier | (D) Matière à éprouver |
| (E) Charge relais d'hexocire ou de pentolite | (F) Porte-détonateur |
| (G) Détonateur | (H) Feuille en plastique |
| (J) Sonde de vitesse | |

Figure 21.4.4.1 : ÉPREUVE DE DÉTONATION DE L'ONU

SECTION 22

ÉPREUVES DE LA SÉRIE B

22.1 Introduction

La série d'épreuves B comprend un essai et des critères relatifs à la propagation de la détonation d'une matière dans un emballage de transport. L'épreuve est à utiliser pour les matières qui propagent une détonation (case 1 de la figure 20.1).

22.2 Méthode d'épreuve

22.2.1 À la question "Peut-il détoner tel qu'emballé pour le transport ?" (case 2 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats de l'épreuve du tableau 22.1.

Tableau 22.1 : MÉTHODE D'ÉPREUVE POUR LA SÉRIE D'ÉPREUVES B

Code	Nom de l'épreuve	Section
B.1	Détonation dans un colis ^a	22.4.1

^a *Épreuve recommandée.*

22.2.2 L'épreuve n'est nécessaire que pour les matières pour lesquelles la réponse à la question de la case 1 de la figure 20.1 est "Oui".

22.3 Conditions d'épreuve

22.3.1 L'épreuve de la série B est à exécuter sur des colis (d'une contenance ne dépassant pas 50 kg) de matière dans l'état et la forme dans lesquels ils ont été préparés pour le transport.

22.3.2 *La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).*

22.4 Série B : Dispositions d'épreuves

22.4.1 *Épreuve B.1 : Détonation dans un colis*

22.4.1.1 *Introduction*

La présente épreuve sert à mesurer l'aptitude d'une matière à propager une détonation lorsqu'elle est emballée pour le transport. La matière contenue dans un colis est soumise au choc engendré par un relais détonant. Elle permet de répondre à la question de la case 2 de la figure 20.1.

22.4.1.2 *Appareillage et matériels*

Sont nécessaires : un détonateur, un cordeau détonant, un explosif puissant et un matériau de confinement approprié. Une plaque d'acier doux de 1 mm environ d'épaisseur et de dimensions minimales dans chaque direction supérieures de 0,2 m à celles de la base du colis est placée sous celui-ci pour faire office de plaque témoin.

22.4.1.3 *Mode opératoire*

Cette épreuve est exécutée sur des matières emballées dans l'état et la forme dans lesquels elles sont préparées pour le transport. Le colis est placé sur la plaque témoin, dont les bords sont soutenus par des briques ou autres matières appropriées, ménageant un intervalle d'air suffisant sous la plaque témoin, pour n'en pas gêner la perforation. Deux charges d'explosif puissant (de 100 g au maximum chacune, mais ne devant pas représenter au total plus de 1 % de la masse de la matière contenue dans le colis) sont placées au-dessus de la matière à l'intérieur du colis. Pour les liquides, il faut prévoir un support de fil métallique afin de pouvoir fixer les deux charges explosives à l'endroit voulu, qui se trouve au centre de chacune des deux parties semi-circulaires ou triangulaires de la face supérieure (voir figure 22.4.1.1). Chaque charge est amorcée par son détonateur, au moyen d'un cordeau détonant. Les deux cordeaux détonants doivent avoir la même longueur. La méthode de confinement préconisée est du sable en vrac autour du colis d'épreuve, d'épaisseur minimale de 0,5 m en toutes directions. On peut aussi utiliser des caisses, des sacs ou des bidons remplis de terre ou de sable et disposés autour et au-dessus du colis, avec la même épaisseur minimale. L'épreuve est exécutée deux fois, sauf si une détonation est observée au premier essai. Une troisième épreuve avec des appareils de mesure peut être nécessaire si les deux premiers essais ne sont pas concluants.

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

22.4.1.4.1 On observe les signes de détonation de la matière soumise à l'épreuve, à savoir :

- a) Cratère dans le périmètre de l'épreuve;
- b) Dommages subis par la plaque témoin placée sous le produit;
- c) Éclatement et dispersion de la plus grande partie du matériau de confinement; et
- d) Le cas échéant, la vitesse de propagation mesurée dans la matière.

22.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

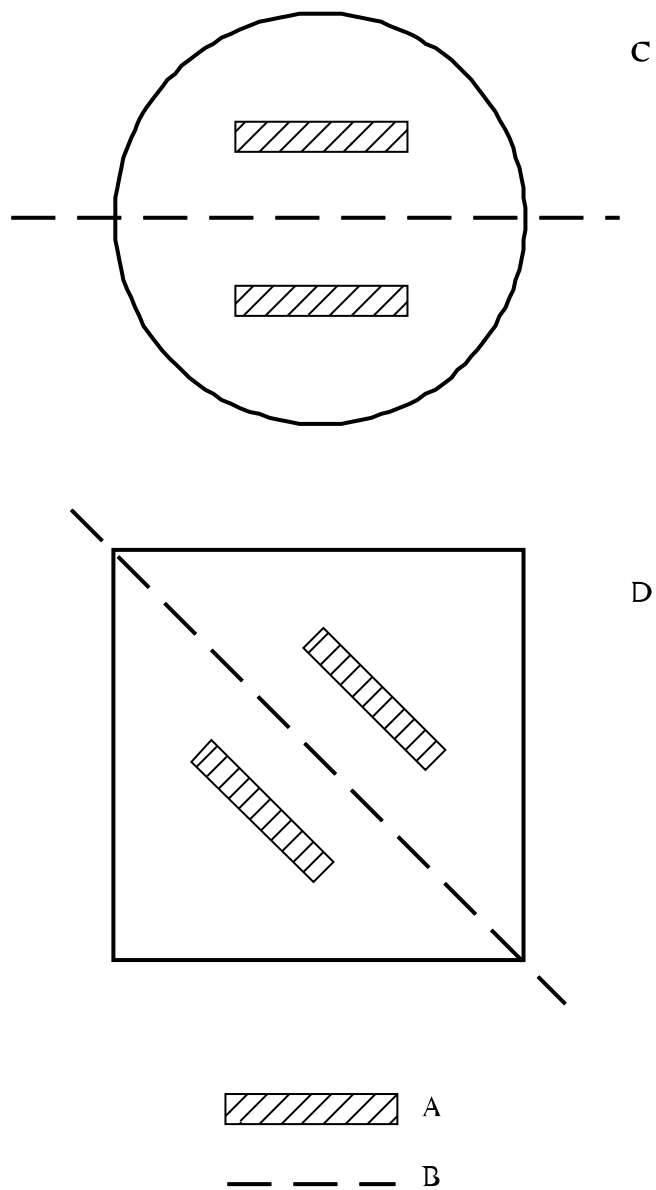
- "Oui" :
- Formation d'un cratère dans le périmètre de l'épreuve ou perforation de la plaque témoin placée sous le produit; à chaque fois en combinaison avec un éclatement et une dispersion de la plus grande partie du matériau de confinement; ou la vitesse de propagation dans la partie inférieure du colis est constante et supérieure à la vitesse du son dans la matière.
- "Non" :
- Pas de formation de cratère dans le périmètre de l'épreuve ni de perforation de la plaque témoin placée sous le produit, la mesure éventuelle de la vitesse de propagation montre que cette dernière est inférieure à la vitesse du son dans la matière et, pour les matières solides, récupération, après l'essai, de matière n'ayant pas réagi.

22.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Emballage	Résultat
Peroxyde de dibenzoyl	730	1G, 25 kg	Oui ^a
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle	600	1G, 5 kg	Non ^b
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle avec 10 % d'eau	600	1G, 5 kg	Non ^b

^a Exécuté deux fois. Détection de détonation par formation d'un cratère.

^b Exécuté deux fois. Mesure de la vitesse de propagation au lieu d'une plaque témoin.



-
- (A) Charges d'explosif
 - (B) Ligne de symétrie
 - (C) Vue en plan du colis cylindrique
 - (D) Vue en plan du colis rectangulaire
-

Figure 22.4.1.1 : ÉPREUVE DE DÉTONATION DANS UN COLIS

SECTION 23

ÉPREUVES DE LA SÉRIE C

23.1 Introduction

La série d'épreuves C comprend des épreuves de laboratoire et des critères relatifs à la propagation de la déflagration, répondant aux questions des cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1.

23.2 Méthodes d'épreuve

23.2.1 Il est répondu à la question "La déflagration s'y propage-t-elle ?" (cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1) selon les résultats d'une ou, s'il y a lieu, des deux épreuves du tableau 23.1.

Tableau 23.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE C

Code	Nom de l'épreuve	Section
C.1	Épreuve pression/temps ^a	23.4.1
C.2	Épreuve de déflagration ^a	23.4.2

^a *Épreuve recommandée.*

23.2.2 La réponse est "Oui, rapidement" si cela ressort de l'une ou l'autre des épreuves. La réponse est "Oui, lentement" si la réponse à l'épreuve de déflagration est "Oui, lentement" et si l'épreuve pression/temps n'aboutit pas à la réponse "Oui, rapidement". La réponse est "Non" si l'épreuve de déflagration donne la réponse "Non" et si l'épreuve pression/temps n'aboutit pas à la réponse "Oui, rapidement".

23.3 Conditions d'épreuve

23.3.1 La procédure préliminaire (voir section 20.3) doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves.

23.4 Série C : Dispositions d'épreuve**23.4.1 Épreuve C.1 : Épreuve pression/temps****23.4.1.1 Introduction**

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière¹ sous confinement à propager une déflagration. Elle permet de répondre aux questions des cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1.

23.4.1.2 Appareillage et matériels

23.4.1.2.1 Le dispositif d'essai pression/temps (représenté à la figure 23.4.1.1) est constitué par une bombe cylindrique en acier de 89 mm de long et 60 mm de diamètre extérieur. La bombe comporte deux plats usinés en des points diamétralement opposés (réduisant sa largeur à cet endroit à 50 mm), qui permettent de l'immobiliser pour le serrage du bouchon de mise à feu et du bouchon à évent. Elle est alésée intérieurement à 20 mm et comporte aux deux extrémités un chambrage de 19 mm de profondeur taraudé au pas de 1 inch. BSP. Une prise de pression est vissée latéralement dans le corps de la bombe à 35 mm d'une

¹ *Lorsque l'épreuve porte sur les liquides, les résultats peuvent parfois être variables, la substance étant susceptible de donner deux maximums de pression.*

extrémité, et à un angle de 90° par rapport aux plats. Elle se visse dans un chambrage de 12 mm de profondeur taraudé au pas de 1/2 inch. BSP. Un joint est utilisé pour assurer l'étanchéité aux gaz. La prise de pression fait saillie latéralement de 55 mm par rapport au corps de la bombe et est percée d'un trou axial de 6 mm. Elle comporte à son extrémité extérieure un chambrage taraudé pour recevoir un capteur de pression à diaphragme; on peut utiliser à cette fin tout dispositif de mesure de pression, à condition qu'il résiste aux gaz chauds et produits de décomposition et qu'il puisse répondre à des vitesses de montée en pression de 690 à 2 070 kPa en 5 ms au maximum.

23.4.1.2.2 L'extrémité de la bombe la plus éloignée du raccord est fermée par un bouchon de mise à feu qui porte 2 électrodes, dont l'une est isolée du corps du bouchon et l'autre mise à la masse. L'autre extrémité est fermée par un disque de rupture en aluminium de 0,2 mm d'épaisseur (taré pour une pression de rupture d'environ 2 200 kPa), maintenu en place par un bouchon portant un évent de 20 mm de diamètre. Un joint en plomb mou est utilisé avec chaque bouchon pour assurer une bonne étanchéité. Un porte-bombe spécial (figure 23.4.1.2) permet de maintenir la bombe dans la position voulue pendant les essais. Il est constitué par une plaque d'embase en acier doux de 235 mm × 184 mm × 6 mm, sur laquelle est soudé obliquement un tube de section carrée (70 mm × 70 mm × 4 mm) de 185 mm de long.

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

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

23.4.1.2.5 Le dispositif d'inflammation comprend une tête d'amorce électrique du type couramment utilisé dans les détonateurs à basse tension, sur laquelle est enfilé un morceau carré de 13 mm de côté de tissu enduit de composition d'amorçage. D'autres têtes d'amorce ayant des caractéristiques équivalentes peuvent être utilisées. Le tissu imprégné est de la toile de lin enduite des deux côtés d'une composition pyrotechnique de nitrate de potassium/silicium/poudre noire sans soufre².

23.4.1.2.6 Pour les essais sur les matières solides, les opérations de préparation du dispositif d'allumage consistent en premier à décoller du support isolant les fils conducteurs plats en cuivre d'une amorce électrique (voir figure 23.4.1.3). La partie découverte de la carte est alors coupée. La tête d'amorce est ensuite soudée aux bornes du bouchon d'allumage par les conducteurs plats, de telle manière que le sommet de l'amorce soit situé à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon. Un morceau carré de 13 mm de côté de tissu enduit de composition d'amorçage, percé d'un trou central, est placé sur la tête d'amorce, puis replié autour de celle-ci et attaché avec un fil de coton fin.

23.4.1.2.7 Pour les essais sur les liquides, des fils sont soudés aux conducteurs plats de la tête d'amorce. On fait alors passer les fils à l'intérieur d'une portion de 8 mm de long de tube en caoutchouc au silicone d'un diamètre extérieur de 5 mm et intérieur de 1 mm, puis l'on repousse cette portion de tube pour l'enfiler sur les conducteurs plats de la manière indiquée à la figure 23.4.1.4. Le morceau de tissu imprégné de composition d'amorçage est alors rabattu autour de l'amorce et une feuille mince en PVC d'un seul morceau, ou une feuille d'un matériau équivalent, est utilisée pour envelopper le tissu imprégné et le tube en caoutchouc. L'enveloppe est fermée de manière étanche par un collier de fil métallique mince la serrant autour du tube. Les fils du dispositif sont alors soudés aux bornes du bouchon de mise à feu de telle manière que le sommet de l'amorce soit situé à 13 mm au-dessus de la face supérieure du bouchon.

² Cette composition peut être obtenue auprès du correspondant national pour les conditions d'épreuve du Royaume-Uni (voir appendice 4).

23.4.1.3 *Mode opératoire*

23.4.1.3.1 La bombe montée, avec transducteur de pression, mais non fermée par son disque de rupture, est posée bouchon d'allumage vers le bas dans son support. On introduit alors 5,0 g³ de matière dans la bombe de telle manière que l'échantillon touche le dispositif d'allumage. Exceptionnellement il pourra être nécessaire de tasser légèrement l'échantillon pour faire tenir cette quantité. Si même un léger tassement ne le permet pas, le tir doit s'effectuer avec un récipient rempli au maximum de sa contenance. On doit alors enregistrer le poids de la charge. On pose ensuite le joint de plomb et le disque de rupture en aluminium, puis on visse solidement le bouchon. La bombe chargée est alors introduite dans son support, disque de rupture vers le haut, et l'ensemble est placé dans une hotte blindée ou dans une chambre de tir. Un exploseur est raccordé aux bornes extérieures du bouchon et la charge est mise à feu. Le signal émis par le transducteur de pression est enregistré avec un appareillage approprié, permettant à la fois d'effectuer une analyse des phénomènes rapides et d'obtenir un enregistrement permanent de la courbe pression/temps (enregistreur de signaux transitoires couplé avec un enregistreur sur ruban de papier).

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

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

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

23.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

"Oui, rapidement": - Temps de montée de 690 kPa à 2 070 kPa inférieure à 30 ms.

"Oui, lentement" : - Temps de montée de 690 kPa à 2 070 kPa 30 ms ou plus.

"Non" : - Pas de montée de 690 kPa à 2 070 kPa.

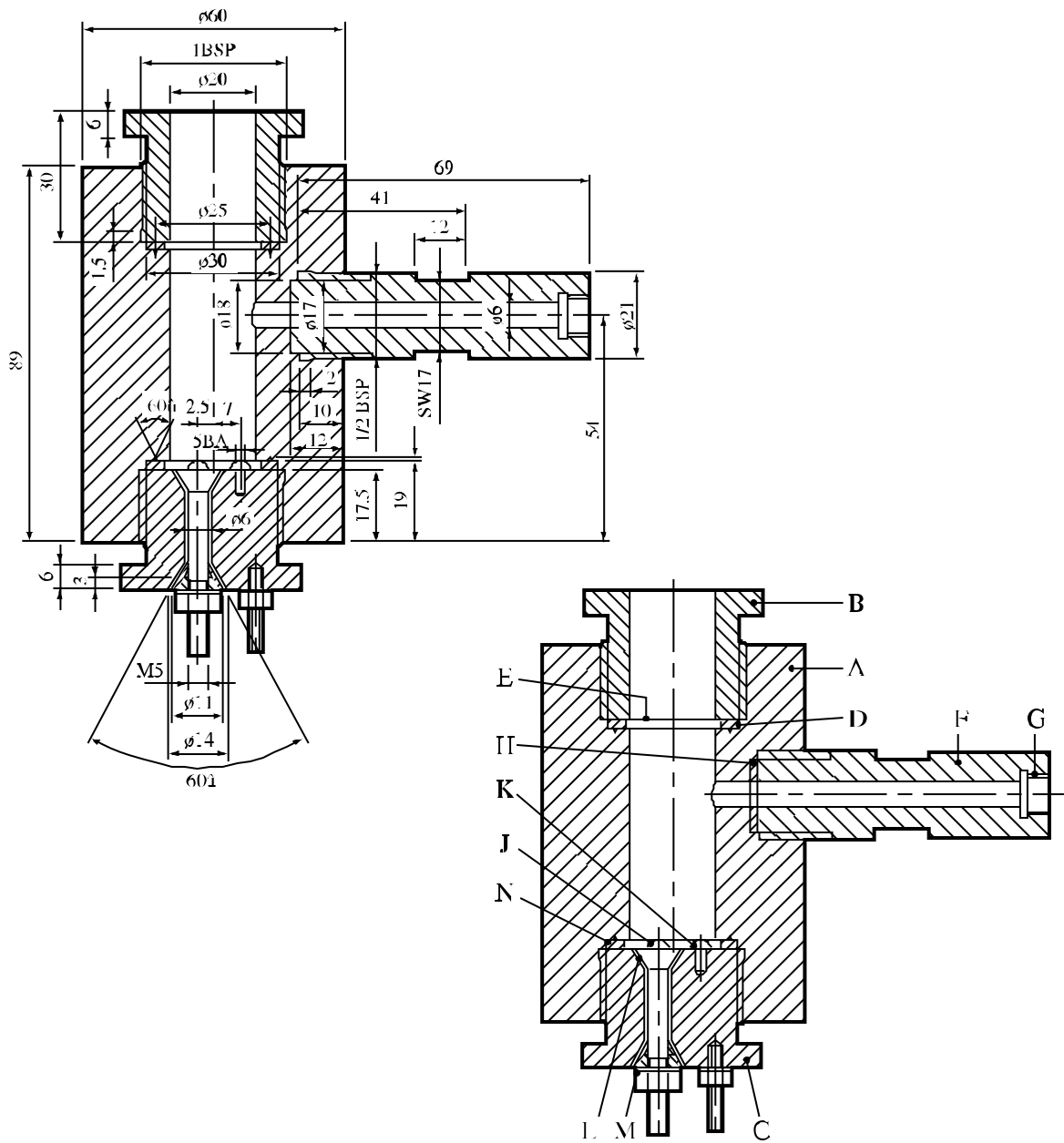
NOTA : L'épreuve de déflagration, Épreuve C.2, doit être exécutée pour distinguer entre "oui, lentement" et "non", en cas de nécessité.

³ *Quand lors d'essais préalables effectués pour déterminer si une matière est dangereuse à manipuler (chauffage dans une flamme par exemple) ou si elle est capable de passer de la déflagration à la détonation sans confinement (épreuve de la série 3, type d) par exemple) il apparaît que celle-ci est susceptible de réaction violente, on devra réduire la dimension de l'échantillon à 0,5 g jusqu'à ce que l'on connaisse mieux l'intensité de la réaction. En partant de 0,5 g, on procédera en augmentant progressivement la taille de l'échantillon jusqu'à 5,0 g, à moins qu'un résultat "oui, rapidement", ne soit obtenu auparavant.*

23.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Pression maximale (kPa)	Temps de montée de 690 à 2 070 kPa (ms)	Résultat (déflagration)
Azodicarbonamide	> 2 070	63	Oui, lentement
Azodicarbonamide, 67 % avec de l'oxyde de zinc	> 2 070	21	Oui, rapidement
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	> 2 070	68	Oui, lentement
Azo-2,2' bis (méthyl-2 butyronitrile)	> 2 070	384	Oui, lentement
2-Diazonapht-1-ol-5-sulfonhydrazide	> 2 070	14	Oui, rapidement
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	> 2 070	70	Oui, lentement
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	> 2 070	4 000	Oui, lentement
Hydroperoxyde de tert-butyle à 70 % dans l'eau	1 380	-	Non
Hydroperoxyde de cumyle (à 80 % avec du cumène)	< 690 ^a	-	Non
Monoperoxyphthalate de magnésium, hexahydraté, avec 85 % de phtalate de magnésium	900	-	Non
4-Nitrosophénol	> 2 700	498	Oui, lentement
Peroxybenzoate de tert-butyle	> 2 070	2 500	Oui, lentement
Peroxyde de dibenzoyl	> 2 070	1	Oui, rapidement
Peroxyde de di-tert-butyle	> 2 070	100	Oui, lentement
Peroxyde de dicumyle	< 690 ^a	-	Non
Peroxyde de dicumyle avec 60 % de solide inerte	< 690 ^a	-	Non
Peroxyde de dilauroyl	990	-	Non
Peroxydicarbonate de dicétyl	< 690	-	Non
Tétrafluoroborate de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium, à 97 %	> 2 070	308	Oui, lentement

^a Pas d'inflammation.



- | | | | |
|----|---|----|---------------------------------------|
| 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) | Rapport de prise de pression |
| G) | Taroudage pour transducteur de pression | H) | Joint en cuivre |
| J) | Électrode isolée | K) | Électrode mise à la masse |
| L) | Isolation en Tufnol | M) | Cône en acier |
| N) | Rainure de matage du joint | | |

Figure 23.4.1.1 : BOMBE

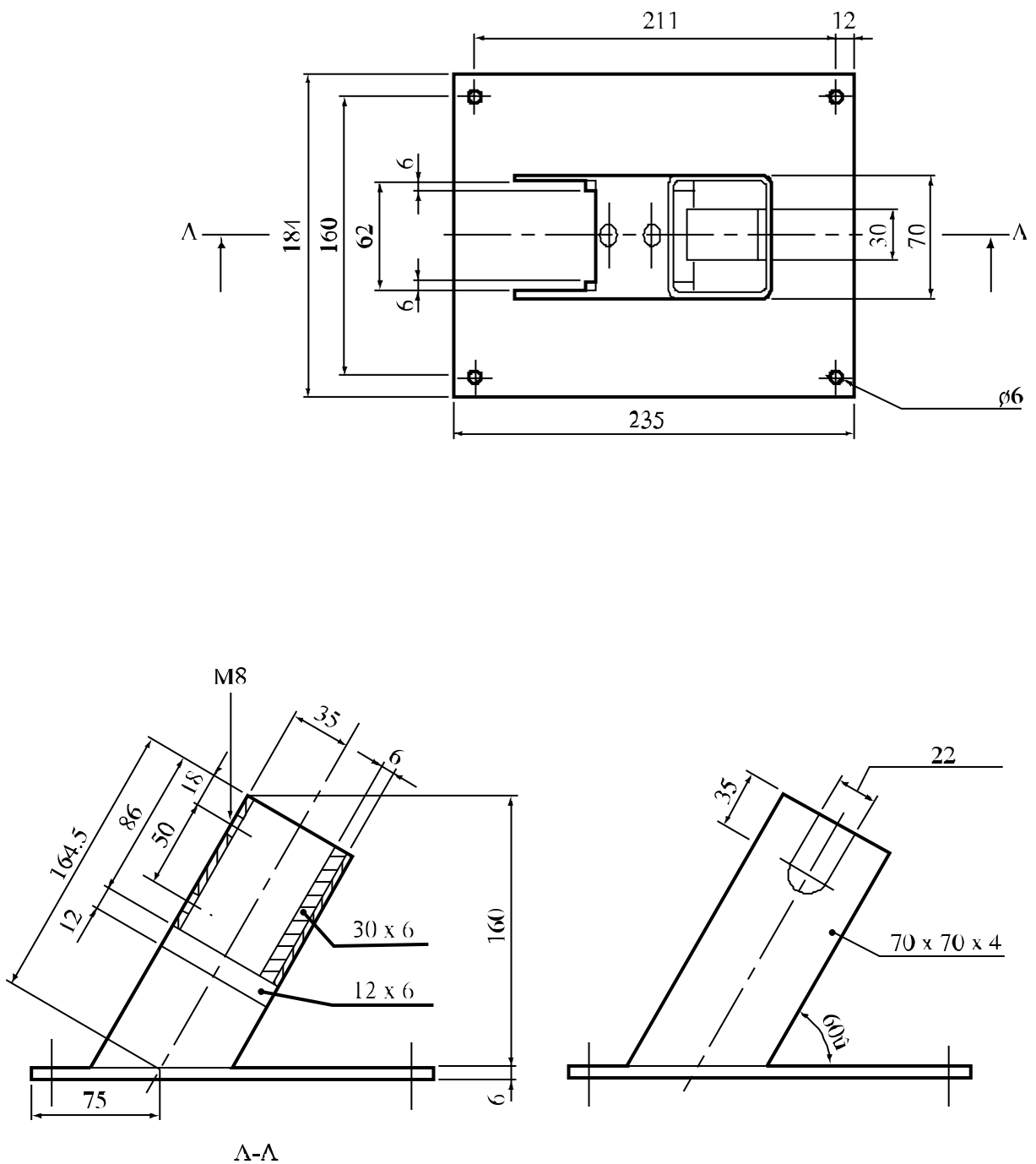
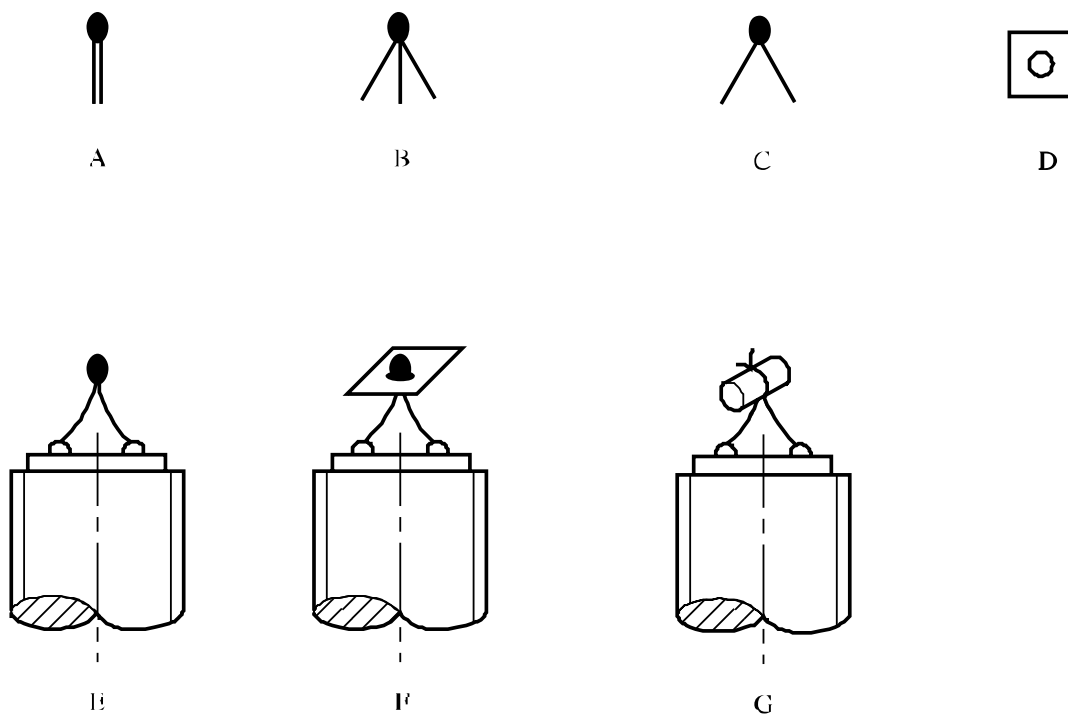
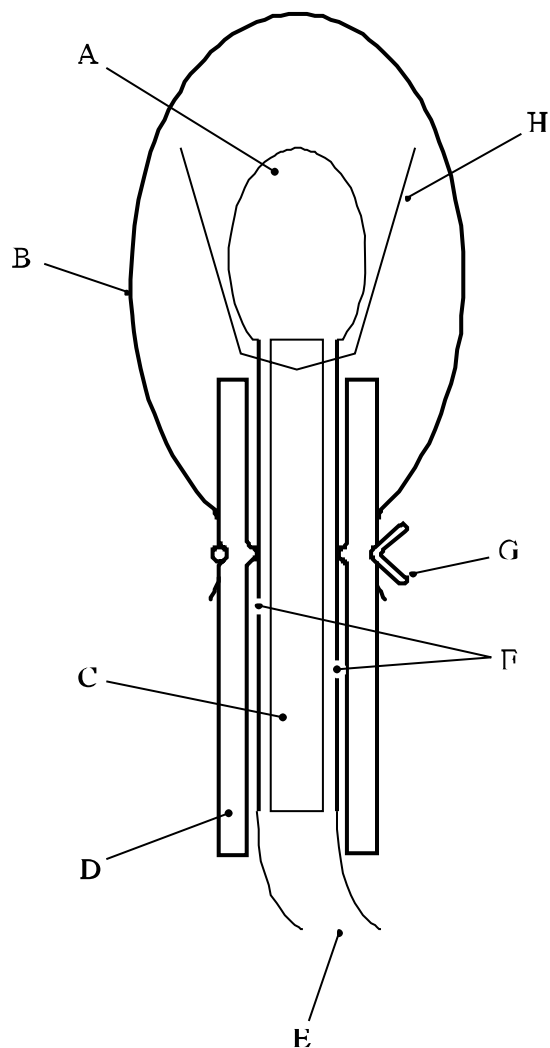


Figure 23.4.1.2 : PORTE-BOMBE



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

Figure 23.4.1.3 : DISPOSITIF D'ALLUMAGE POUR L'ESSAI DES MATIÈRES SOLIDES



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

Figure 23.4.1.4 : DISPOSITIF D'ALLUMAGE POUR L'ESSAI DES LIQUIDES

23.4.2 *Épreuve C.2 : Épreuve de déflagration*

23.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à propager une déflagration. Elle permet de répondre aux questions des cases 3, 4 et 5 de la figure 20.1.

23.4.2.2 *Appareillage et matériels*

23.4.2.2.1 L'épreuve est exécutée dans un vase de Dewar (figure 23.4.2.1) pourvu de fenêtres verticales d'observation diamétralement opposées. La vitesse de déflagration est mesurée avec un chronomètre précis à la seconde près.

23.4.2.2.2 Le vase de Dewar a un volume d'environ 300 cm³, un diamètre intérieur de 48 ± 1 mm, un diamètre extérieur de 60 mm et une hauteur de 180 à 200 mm. Le temps de demi-refroidissement avec 265 cm³ d'eau dans le Dewar obturé avec un bouchon doit être supérieur à 5 heures. Des repères horizontaux sont tracés à 50 et à 100 mm du bord supérieur du Dewar. La vitesse de déflagration est le temps que prend la décomposition pour se propager entre le repère à 50 mm et celui à 100 mm. La température de la matière soumise à l'épreuve est mesurée avant l'allumage avec un thermomètre en verre précis à 0,1 °C près. On peut aussi mesurer la vitesse de déflagration et la température de l'échantillon au moyen de deux thermocouples plongeant dans le Dewar à 50 mm et à 100 mm au-dessous de son bord supérieur.

23.4.2.2.3 Toute flamme de gaz longue au moins de 20 mm convient à l'allumage de la matière.

23.4.2.2.4 Pour la protection de l'expérimentateur, l'épreuve doit être exécutée dans une hotte pare-explosion ou dans une salle bien ventilée. Le débit du ventilateur d'évacuation doit suffire pour assurer un degré de dilution des produits de décomposition tel qu'il n'y ait pas de risque de constitution de mélanges explosifs avec l'air. Entre l'observateur et le vase de Dewar il faut placer un écran en glace de sécurité, bien assujéti.

23.4.2.3 *Mode opératoire*

23.4.2.3.1 ***Si des essais préliminaires de sécurité (par exemple chauffage dans une flamme) ou une épreuve de combustion à petite échelle (par exemple épreuve de la série 3, type d)) montrent qu'une réaction rapide est susceptible de se produire, il peut s'avérer nécessaire de procéder à des épreuves préliminaires dans des tubes en verre pyrex avant de passer à l'épreuve en Dewar.*** Il est recommandé d'exécuter l'essai d'abord dans un tube de diamètre 14 mm et ensuite un tube de diamètre 28 mm. Si la vitesse de déflagration dans l'un de ces essais préliminaires dépasse 5 mm/s, la matière peut être classée directement comme une matière sujette à déflagration rapide et l'on peut omettre l'épreuve principale, en Dewar.

23.4.2.3.2 Le vase de Dewar et la matière sont portés à la température critique comme indiqué dans le Règlement type. Si la matière est stable au point qu'une régulation de température n'est pas prescrite, la température d'épreuve sera de 50 °C. Le Dewar est rempli de 265 cm³ de matière. Les matières granulaires sont versées dans le vase Dewar de manière telle que la densité globale obtenue soit comparable à celle de la matière lors du transport et qu'il n'y ait pas de morceaux.

23.4.2.3.3 Lorsque la matière est pâteuse, le remplissage du Dewar se fera de manière à éviter la formation de poches d'air dans l'échantillon soumis à l'épreuve. La hauteur de remplissage doit être à environ 20 mm au-dessous du bord supérieur du Dewar. On note la température et la masse de la matière. Le vase de Dewar est alors placé dans une cellule d'essai ou une hotte, derrière un écran, et la surface de la matière est chauffée avec un bec à gaz. Dès que l'inflammation est observée ou, à défaut, si l'inflammation n'intervient pas en 5 minutes, le bec à gaz est éloigné et éteint. L'intervalle de temps nécessaire pour que la zone de réaction parcoure la distance entre les deux repères est mesuré avec le chronomètre. Si la réaction s'arrête avant d'atteindre le repère inférieur, la matière est considérée comme non déflagrante. L'épreuve est exécutée deux fois et la vitesse de déflagration est calculée par le temps de propagation le plus court. La vitesse de déflagration peut aussi être mesurée au moyen de deux thermocouples plongeant dans le Dewar

à 50 mm et 100 au-dessous de son bord supérieur. La force électromotrice (f.e.m) engendrée par les thermocouples est mesurée en continu. Le passage du front de réaction provoque une brusque montée de la f.e.m On mesure l'intervalle de temps entre les accroissements de la f.e.m.

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

23.4.2.4.1 Les résultats de l'épreuve sont interprétés en constatant la propagation éventuelle d'une zone de réaction de haut en bas dans la matière et, si tel est le cas, en mesurant la vitesse. La participation de l'oxygène de l'air à la réaction ayant pour siège la surface de l'échantillon devient négligeable dès que la zone de réaction a parcouru une distance de 30 mm. De ce fait, la réaction s'éteindra si la matière ne déflagre pas dans les conditions de l'épreuve. La vitesse de propagation de la zone de réaction (vitesse de déflagration) est une mesure du risque de déflagration que présente la matière à la pression atmosphérique.

23.4.2.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- "Oui, rapidement" : - Vitesse de propagation supérieure à 5,0 mm/s.
- "Oui, lentement" : - Vitesse de propagation entre 0,35 mm/s et 5,0 mm/s.
- "Non" : - Vitesse de propagation inférieure à 0,35 mm/s ou la réaction avant d'atteindre le repère inférieur.

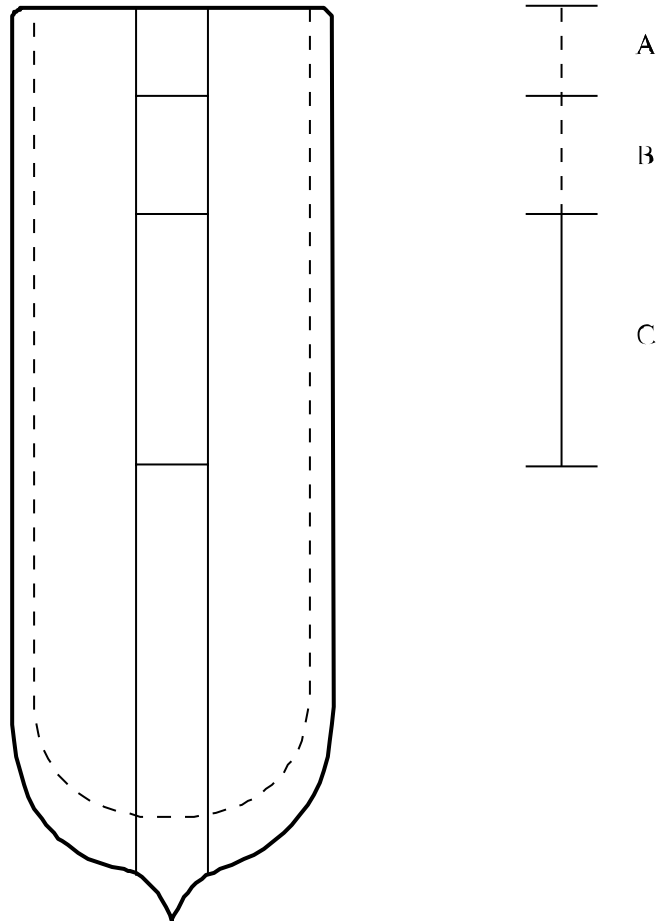
NOTA : L'épreuve pression/temps (épreuve C.1) est à exécuter si le résultat "Oui, rapidement" n'est pas obtenu.

23.4.2.5 Exemples de résultats

Matière	Masse de l'échantillon (g)	Température d'épreuve (°C)	Vitesse de propagation (mm/s)	Résultat (déflagration)
Azodicarbonamide	174	50	0,35	Oui, lentement
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	101	45	^a	Non
Diméthyl-2,5 bis(benzoylperoxy)-2,5 hexane	231	50	6,9	Oui, rapidement
Diméthyl-2,5 bis (tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	235	50	2,9	Oui, lentement
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	237	25	0,74	Oui, lentement
Hydroperoxyde de cumyle, à 80 % dans du cumène	273	50	0,12	Non
4-Nitrosophénol	130	35	0,90	Oui, lentement
Peroxyde de dibenzoyle	158	20	100 ^b	Oui, rapidement
Peroxyde de dicumyle	292	50	négatif	Non
Peroxyde de dilauroyle	130	45	négatif	Non
Peroxyde de dilauroyle, à 42 % en dispersion dans l'eau	265	45	négatif	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	276	50	0,65	Oui, lentement
Peroxyde de di-tert-butyle	212	50	0,27	Non
Peroxydicarbonate de bis(tert-butyl-4 cyclohexyle)	123	35	4,3	Oui, lentement
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle	-	26	26	Oui, rapidement
Peroxydicarbonate de dicétyle	159	35	négatif	Oui, lentement
Peroxydicarbonate de dicyclohexyle à 90 % avec de l'eau	-	15	13	Oui, rapidement
Triméthyl-3,5,5 peroxyhexanoate de tert-butyle, à 75 % dans un solvant	238	50	0,27	Non

^a *Flamme vacillante qui s'éteint, pas de propagation constante dans les conditions d'épreuve.*

^b *Essai préliminaire dans un tube en verre mesurant 14 mm de diamètre, à 20 °C au lieu de 50 °C.*



-
- (A) Hauteur de remplissage à 20 mm au-dessous du bord supérieur
 - (B) Intervalle de 30 mm pour la détection d'une déflagration
 - (C) Intervalle de 50 mm pour la mesure de la vitesse de déflagration
-

Figure 23.4.2.1 : DEWAR AVEC FENÊTRES D'OBSERVATION

SECTION 24

ÉPREUVES DE LA SÉRIE D

24.1 Introduction

La série d'épreuves D comprend une épreuve et des critères concernant la propagation de la déflagration rapide d'une matière telle qu'elle est emballée pour le transport. L'épreuve est à utiliser pour les matières qui déflagrent rapidement dans une épreuve de la série C.

24.2 Méthode d'épreuve

24.2.1 À la question "La déflagration dans un colis est-elle rapide ?" (case 6 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats de la méthode d'épreuve du tableau 24.1.

Tableau 24.1 : MÉTHODE D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE D

Code	Nombre de l'épreuve	Section
D.1	Épreuve de déflagration dans un colis ^a	24.4.1

^a *Épreuve recommandée.*

24.2.2 L'épreuve n'est indispensable que pour les matières pour lesquelles la réponse à une épreuve de la série C est "Oui, rapidement".

24.3 Conditions d'épreuve

24.3.1 L'épreuve de la série D doit être appliquée à des colis (d'une masse ne dépassant pas 50 kg) de matières dans l'état et la forme dans lesquels elles sont préparées pour le transport.

24.3.2 *La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).*

24.4 Série D : Dispositions d'épreuve

24.4.1 *Épreuve D.1 : Épreuve de déflagration dans un colis*

24.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une matière à propager rapidement une déflagration telle qu'elle est emballée pour le transport. Elle permet de répondre à la question de la case 6 de la figure 20.1.

24.4.1.2 *Appareillage et matériels*

Un allumeur juste suffisant pour assurer l'allumage de la matière (par exemple amorce contenant 2 g au maximum d'un mélange inflammateur pyrotechnique à combustion lente entouré d'un film de plastique mince) et un matériau de confinement approprié.

24.4.1.3 *Mode opératoire*

Cette épreuve est exécutée sur des matières emballées dans l'état et la forme dans lesquels elles sont préparées pour le transport. Le colis est placé sur le sol et l'allumeur au centre de la matière. S'il s'agit d'une matière liquide, il faut prévoir un support fait de fils métalliques afin de pouvoir fixer l'allumeur à l'endroit voulu. L'allumeur doit être protégé du liquide. L'épreuve est exécutée sous confinement. La méthode de confinement préconisée est le sable en vrac autour du colis d'épreuve, d'une épaisseur minimale de 0,5 m dans toutes directions. On peut aussi utiliser des caisses, des sacs ou des bidons remplis de terre ou de sable et disposés autour et au-dessus du colis sur une épaisseur minimale de 0,5 m. L'épreuve est exécutée trois fois, à moins que l'on n'observe une explosion avant. ***Si l'on n'observe pas de déflagration après l'allumage, il faut prendre garde à ne pas s'approcher du colis pendant au moins 30 minutes. Il est recommandé d'insérer un thermocouple à proximité de l'allumeur afin de pouvoir en surveiller le fonctionnement et déterminer quand on peut s'approcher du colis sans danger.***

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

24.4.1.4.1 Les résultats d'épreuve sont évalués en se fondant sur les indices d'une déflagration rapide de la matière éprouvée, à savoir :

- a) Fragmentation du colis;
- b) Éclatement et dispersion de la plus grande partie du matériau de confinement.

24.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

"Oui" : - Une fragmentation de l'emballage intérieur ou extérieur en plus de trois morceaux (sans tenir compte du dessus et du dessous de l'emballage) indique que la matière éprouvée a déflagré rapidement dans le colis.

"Non" : - L'absence de fragmentation ou la fragmentation de l'emballage intérieur ou extérieur en trois morceaux ou moins (sans tenir compte du dessus et du dessous de l'emballage) indique que la matière éprouvée n'a pas déflagré rapidement dans le colis.

24.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Emballage	Nombre de fragments	Résultat
Peroxyde de dibenzoyl	1A2, 25 kg	> 40	Oui
Peroxyde de dibenzoyl	4G, 25 kg	> 40	Oui
Peroxyde de dibenzoyl, à 94 % dans l'eau	1A2, 25 kg	> 40	Oui
Peroxyde de dibenzoyl, à 75 % dans l'eau	4G, 25 kg	Pas de fragmentation	Non

SECTION 25

ÉPREUVES DE LA SÉRIE E

25.1 Introduction

25.1.1 La série d'épreuve E comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs aux effets du chauffage sous confinement défini, comme l'indiquent les cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.2 Méthodes d'épreuve

25.2.1 À la question "Quelle est la réaction au chauffage sous confinement défini ?" (cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats combinés des méthodes d'épreuve du tableau 25.1.

Tableau 25.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE E

Code	Désignation de l'épreuve	Section
E.1	Épreuve de Koenen ^a	25.4.1
E.2	Épreuve de la bombe des Pays-Bas ^b	25.4.2
E.3	Épreuve de la bombe des États-Unis	25.4.3

^a Épreuve recommandée pour les matières autoréactives en combinaison avec l'une des autres épreuves.

^b Épreuve recommandée pour les peroxydes organiques en combinaison avec l'une des autres épreuves.

25.2.2 Pour les matières autoréactives, il faut utiliser une combinaison de l'épreuve de Koenen et de l'épreuve de la bombe des Pays-Bas ou de l'épreuve de la bombe des États-Unis. Pour les peroxydes organiques, il faut utiliser une combinaison de l'épreuve de la bombe des Pays-Bas et de l'épreuve de Koenen ou de l'épreuve de la bombe des États-Unis. On retient pour le classement, la classe du risque la plus élevée.

25.3 Conditions d'épreuve

25.3.1 *La procédure préliminaire (voir section 20.3) doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves.*

25.4 Série E : Dispositions d'épreuve**25.4.1 Épreuve E.1 : Épreuve de Koenen**25.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières à l'effet d'une chaleur intense sous confinement défini. Elle peut être utilisée, concurremment avec une épreuve supplémentaire de chauffage sous confinement, pour répondre aux questions des cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.4.1.2 *Appareillage et matériels*

25.4.1.2.1 L'appareillage d'essai est constitué par une douille en acier non réutilisable munie d'un dispositif de fermeture réutilisable, installée dans une enceinte de chauffage et de protection. La douille est obtenue par emboutissage d'une tôle d'acier répondant à la norme DC04 (EN 10027-1), ou la norme équivalente A620 (AISI/SAE/ASTM) ou la norme équivalente SPCEN (JIS G 3141). Ses cotes sont indiquées à la figure 25.4.1.1. À son extrémité ouverte, la douille comporte une collerette. Le disque à lumière, à travers lequel s'échappent les gaz de décomposition de l'échantillon, est en acier au chrome

résistant à la chaleur. Les diamètres de lumière disponibles sont les suivants : 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 - 5,0 - 8,0 - 12,0 - et 20,0 mm. Les cotes de la bague filetée et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 25.4.1.1.

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

- a) La masse des douilles doit être de $26,5 \pm 1,5$ g, les douilles utilisées à chaque séquence d'épreuve ne doivent pas présenter une différence de masse de plus de 1 g;
- b) La longueur des douilles doit être $75 \pm 0,5$ mm;
- c) L'épaisseur de paroi des douilles mesurée à 20 mm du fond de la douille doit être $0,5 \pm 0,05$ mm;
- d) La pression de rupture telle que déterminée par charge quasi-statique à travers un fluide incompressible doit être 30 ± 3 MPa.

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

25.4.1.2.3 Étant donné le risque d'éclatement de la douille lors de l'essai, le chauffage s'effectue dans une enceinte de protection en métal soudé, ayant la configuration et les dimensions indiquées à la figure 25.4.1.2. La douille est suspendue entre deux tiges passant par des trous percés en deux points opposés de la paroi de l'enceinte. La position des brûleurs est indiquée à la figure 25.4.1.2. Les brûleurs sont allumés simultanément au moyen d'une veilleuse ou d'un allumeur électrique. ***L'appareillage d'essai est installé dans un local protégé.*** Au cours de l'essai on doit prendre des mesures pour éviter que les flammes des brûleurs ne soient déviées par les courants d'air. Le local d'essais est muni d'un système d'extraction des gaz ou fumées provenant des essais.

25.4.1.3 *Mode opératoire*

25.4.1.3.1 La matière est normalement soumise à l'épreuve telle qu'elle a été reçue. Dans certains cas cependant il peut être nécessaire de la broyer avant l'épreuve. Pour les matières solides, la masse de matière à utiliser pour chaque essai est déterminée au moyen d'un essai à blanc en deux étapes. On remplit une douille préalablement tarée de 9 cm^3 de matière et on tasse avec une force de 80 N s'exerçant sur toute la section transversale de la douille¹ S'il s'agit d'une matière compressible, on complète le plein et on tasse jusqu'à ce que la douille soit remplie à 55 mm du bord. La masse totale de matière utilisée jusque-là est déterminée et deux portions supplémentaires, chacune tassée avec une force de 80 N, sont ajoutées. Ensuite, selon le cas, on enlève l'excédent ou on rajoute en tassant ce qui manque pour amener le niveau à 15 mm du bord.

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

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

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

25.4.1.3.3 La douille est ensuite placée dans un étau solidement fixé et l'écrou est serré avec une clé. Elle est ensuite suspendue entre les deux tiges dans l'enceinte de protection. On évacue la zone d'épreuve, on ouvre l'alimentation en gaz et on allume les brûleurs. Le temps jusqu'au début de la réaction et la durée de réaction peuvent fournir des renseignements supplémentaires utiles pour l'interprétation des résultats. S'il ne se produit pas d'éclatement, on doit prolonger le chauffage pendant au moins cinq minutes avant d'arrêter l'essai. Après chaque essai, s'il y a eu fragmentation, on rassemble et on pèse les fragments de la douille.

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

- "O" : Douille intacte;
- "A" : Fond de la douille gonflé;
- "B" : Fond et paroi de la douille gonflés;
- "C" : Fond de la douille fendu;
- "D" : Paroi de la douille fendue;
- "E" : Douille fendue en deux fragments²;
- "F" : Douille fragmentée en trois morceaux ou plus², qui restent éventuellement reliés par une bande étroite;
- "G" : Douille fragmentée en de nombreux morceaux, petits pour la plupart, dispositif de fermeture intact;
- "H" : Douille fragmentée en de nombreux très petits morceaux, dispositif de fermeture déformé ou rompu.

Des exemples des types de fragmentation "D", "E" et "F" sont montrés dans la figure 25.4.1.3. Si un essai aboutit à une fragmentation du type "O" à "E", on considère que le résultat est "pas d'explosion". Si l'on obtient le type de fragmentation "F", "G" ou "H", on considère que le résultat est "explosion".

25.4.1.3.5 La série d'essais commence par un essai simple avec disque à lumière de 20,0 mm. Si lors de cet essai, il y a "explosion", on poursuit la série avec des essais sur des douilles sans disque à lumière ni écrou mais seulement munie de la bague filetée (ouverture : 24,0 mm). Si par contre il n'y a pas d'explosion, avec le disque à lumière de 20,0 mm, on poursuit la série avec un essai pour chacun des diamètres de lumière suivants : 12,0 - 8,0 - 5,0 - 3,0 - 2,0 - 1,5 - et finalement 1,0 mm, jusqu'à ce que l'on obtienne le résultat (positif) "explosion". On exécute alors des essais à des diamètres croissants selon l'ordre indiqué en 25.4.1.2.1 jusqu'à ce que l'on obtienne trois résultats négatifs ("pas d'explosion") lors de trois essais au même diamètre. Le diamètre limite pour une matière donnée est le plus grand diamètre pour lequel le résultat "explosion" ait été obtenu. S'il n'y a pas d'explosion même au diamètre de 1,0 mm, on note comme résultat pour le diamètre limite moins de 1,0 mm.

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

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

25.4.1.4.1 Critères d'évaluation des résultats

Réaction "violente" : - Diamètre limite supérieur ou égal à 2,0 mm.

Réaction "modérée" : - Diamètre limite de 1,5 mm.

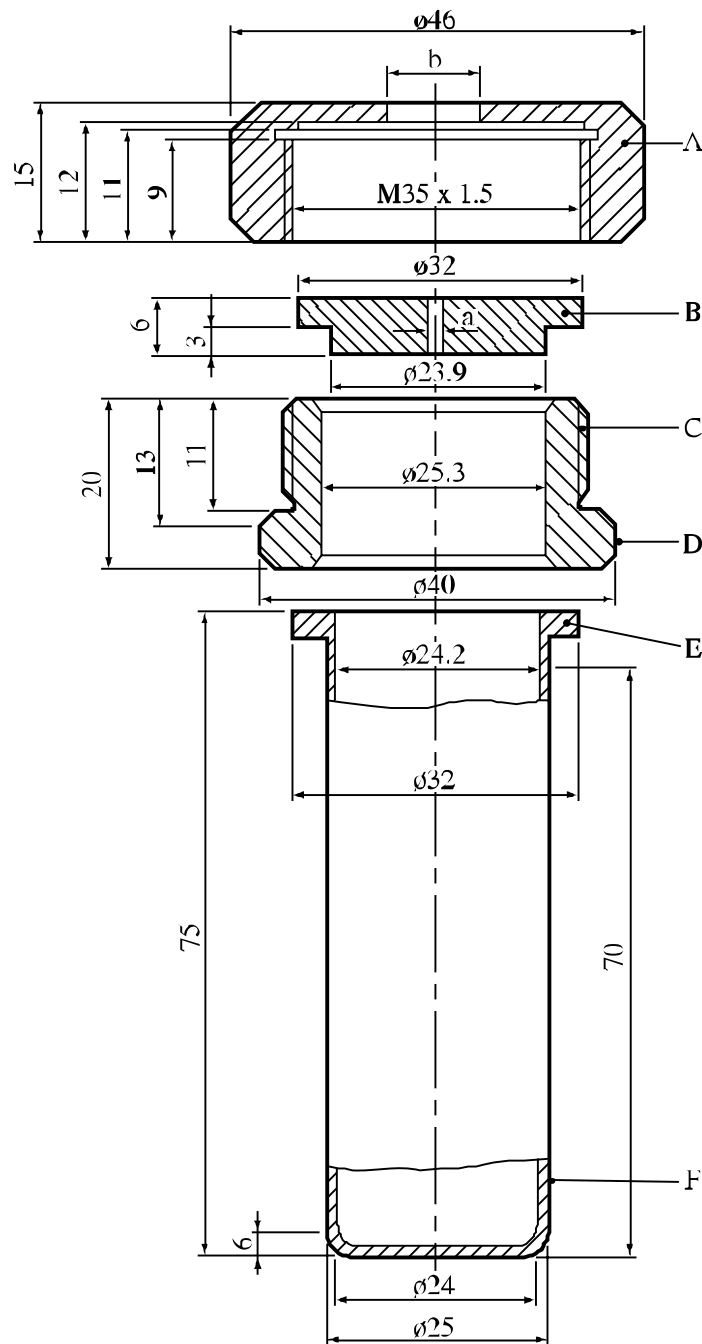
Réaction "faible" : - Diamètre limite de 1,0 mm ou moins et l'on observe l'un quelconque des essais un type de fragmentation autre que le type "O".

Réaction "nulle" : - Diamètre limite inférieur à 1,0 mm et l'on observe dans tous les essais le type de fragmentation "O".

25.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Masse de l'échantillon (g)	Diamètre limite (mm)	Type de fragmentation ^a	Réaction
Acide diperoxyisophtalique	18,0	24,0	H	Violente
Azodicarbonamide	20,0	1,5	F	Modérée
Azodicarbonamide, 67 % avec de l'oxyde de zinc	24,0	1,5	F	Modérée
Azo-2,2' bis (diméthyl-2,4 valéronitrile)	17,5	< 1,0	O	Nulle
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	15,0	3,0	F	Violente
Benzènedisulfonhydrazide-1,3		12,0	F	Violente
Benzènedisulfonhydrazide-1,3, 70 % avec de l'huile minérale		2,0	F	Violente
Benzènesulfonhydrazide	18,5	1,0	F	Faible
Chlorure de diazo-2 naphтол-1 sulfonyle-4	19,0	2,5	F	Violente
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexane	23,0	1,5	F	Modérée
N,N'-Dinitroso-N,N'-diméthyl-tétraphthalamide 70 %, avec de l'huile minérale	18,0	4,0	F	Violente
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	24,2	2,0	F	Violente
Hydroperoxyde de cumyle à 84,1 % avec du cumène	27,5	1,0	F	Faible
4-Nitrosophénol	17,0	< 1,0	A	Faible
Peroxyde de dibenzoyl	17,5	10,0	F	Violente
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	20,0	2,5	F	Violente
Peroxyde de di-tert-butyle	21,5	< 1,0	O	Nulle
Peroxyde de dichloro-2,4 benzoyl	21,0	6,0 ^b	F	Violente
Peroxyde de dicumyle	18,0	< 1,0	O	Nulle
Peroxyde de dilauroyl	14,0	< 1,0	O	Nulle
Peroxyde de disuccinyle	18,0	6,0	F	Violente
Peroxybenzoate de tert-butyle	26,0	3,5	F	Violente
Peroxydicarbonate de cétyl	16,0	< 1,0	O	Nulle
Peroxydicarbonate de diisopropyle	21,0	8,0	F	Violente
Peroxydicarbonate de dimyristyle	16,0	< 1,0	O	Nulle

^a Au diamètre limite.^b Pour un échantillon de 13 g, le diamètre limite est < 1,0 mm.



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

Figure 25.4.1.1 : DOUILLE ET ACCESSOIRES

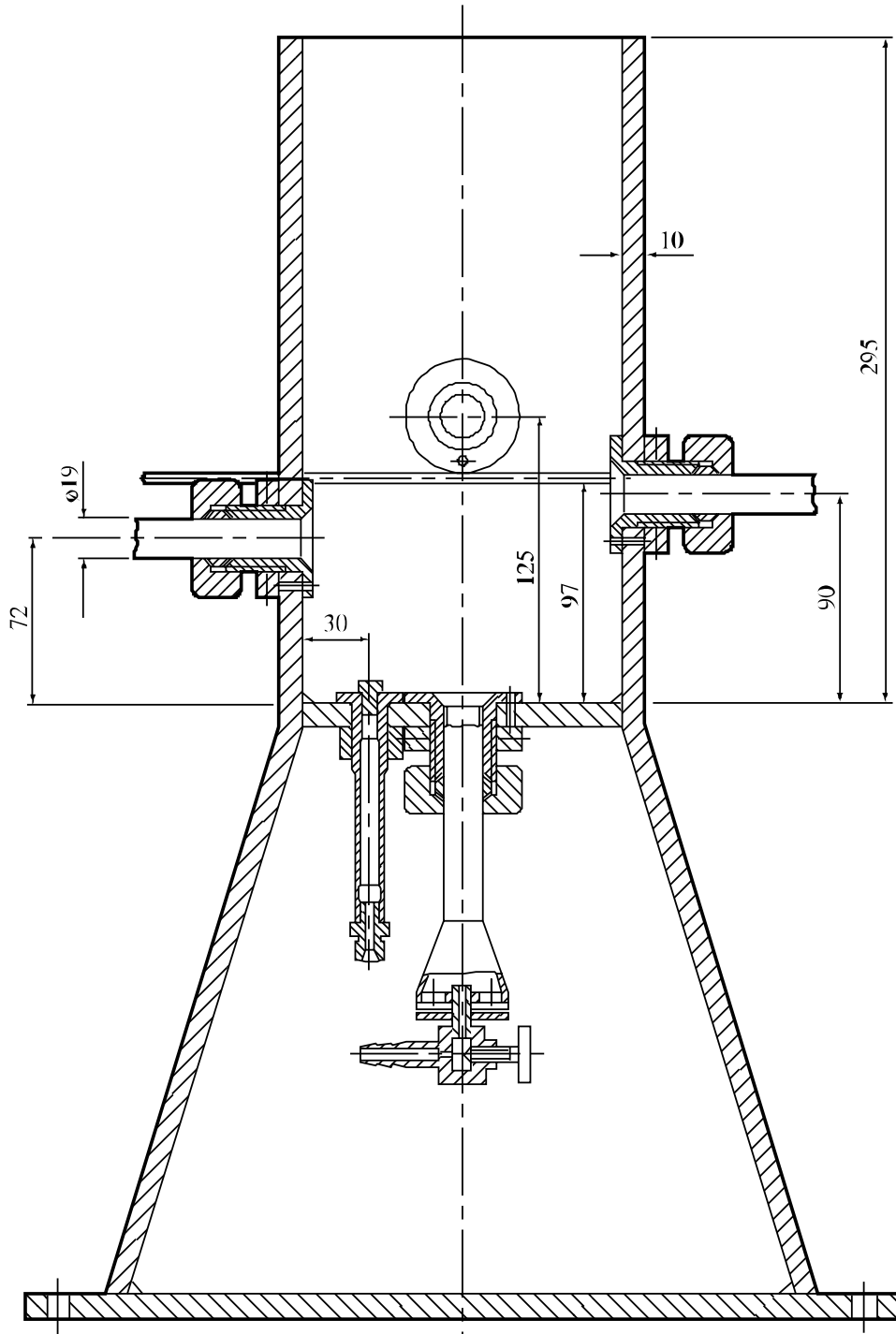


Figure 25.4.1.2 : ENCEINTE DE CHAUFFAGE ET DE PROTECTION

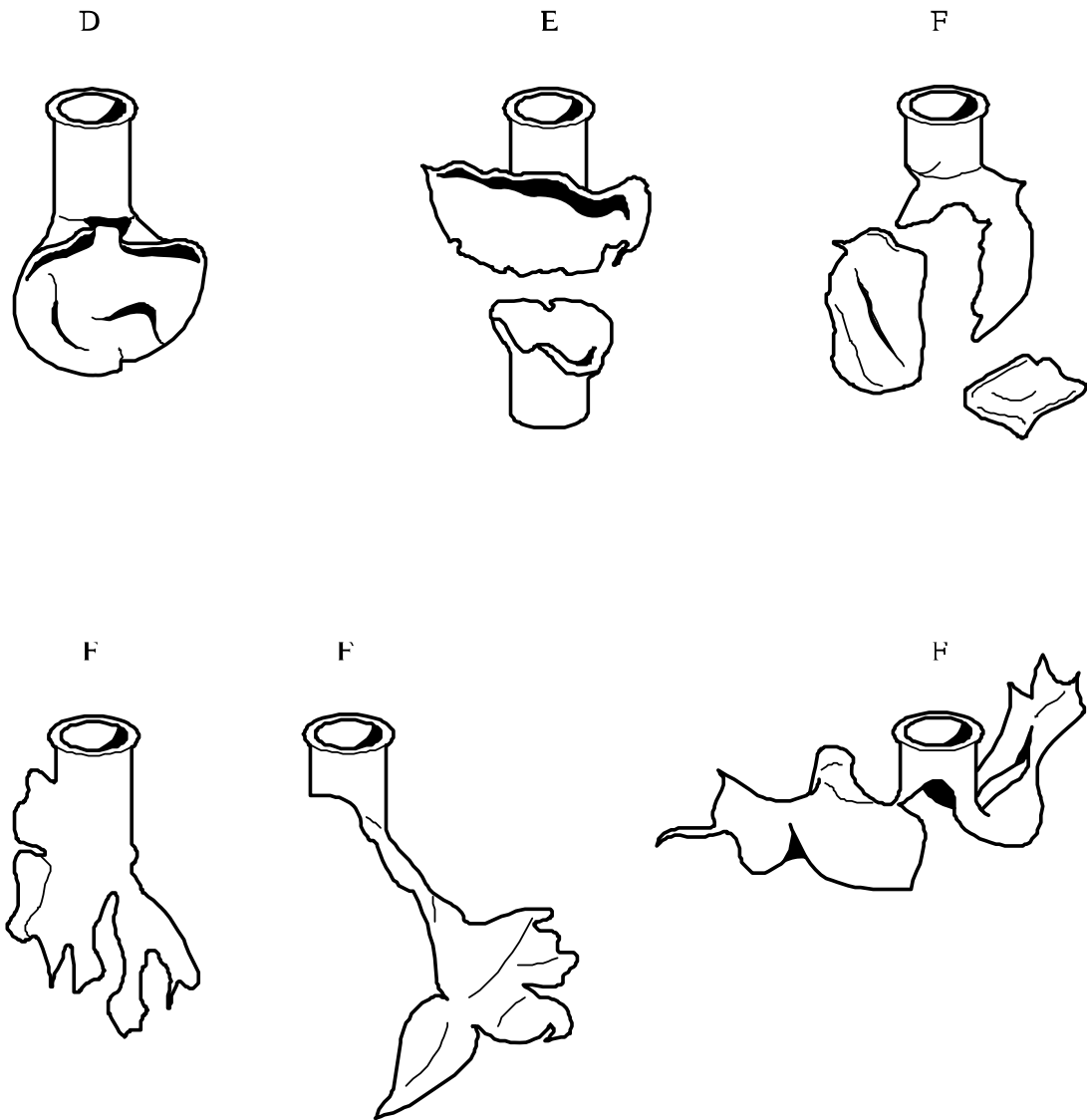


Figure 25.4.1.3 : EXEMPLES DES TYPES DE FRAGMENTATION D, E ET F

25.4.2 *Épreuve E.2 : Épreuve de la bombe des Pays-Bas*

25.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières à l'effet d'un chauffage intense sous confinement défini. On peut l'utiliser concurremment avec une épreuve supplémentaire de chauffage sous confinement, pour répondre aux questions des cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.4.2.2 *Appareillage et matériels*

25.4.2.2.1 Description de la bombe

La figure 25.4.2.1 en montre le schéma. La bombe est en acier inoxydable (type AISI 316). Il est prévu d'utiliser 8 disques à lumière ayant des diamètres de lumière suivants (mm) : 1,0 - 2,0 - 3,5 - 6,0 - 9,0 - 12,0 - 16,0 et 24,0. L'épaisseur des disques est de 2,0 mm \pm 0,2 mm. Les disques de rupture, en aluminium, ont un diamètre de 38 mm et sont tarés, pour l'éclatement, à 620 \pm 60 kPa à 22 °C (voir la figure 25.4.2.2).

25.4.2.2.2 Dispositif de chauffage

La bombe est chauffée avec du butane de qualité industrielle provenant d'une bouteille munie d'un détendeur. On utilise un brûleur Téclu. On peut remplacer le butane par d'autres gaz, avec un brûleur approprié, à condition que l'on obtienne une vitesse de montée en température de 3,5 \pm 0,3 K/s. La vitesse de montée en température est à vérifier en mesurant la température de 10 g phtalate de dibutyle placé dans la bombe. On calcule la vitesse de montée de température en mesurant le temps voulu pour porter la température de l'huile de 50 °C à 200 °C.

25.4.2.3 *Mode opératoire*

25.4.2.3.1 Pour une épreuve normale, il faut placer dans la bombe 10 g de matière, de façon que celle-ci en recouvre uniformément le fond. On commence avec le disque à lumière de 16,0 mm. Le disque de rupture, la plaque à orifice central et la bague de retenue sont ensuite mis en place. Les écrous à ailettes sont serrés à la main et l'écrou de la boîte à l'aide d'une clé. Le disque de rupture est couvert d'une quantité d'eau suffisante pour en modérer l'échauffement. La bombe est placée sur un trépied (dont la bague a un diamètre interne de 67 mm) qui est à l'intérieur d'un cylindre de protection. La bague située à la base de la bombe repose sur le trépied.

25.4.2.3.2 On allume le brûleur, on règle l'arrivée du gaz et celle de l'air au débit voulu pour que la flamme soit bleue et son cône intérieur bleu clair. La hauteur du trépied doit permettre au cône intérieur de la flamme d'affleurer le fond de la bombe. Le brûleur est ensuite placé sous la bombe par une ouverture pratiquée dans le cylindre de protection. **La zone d'épreuve doit être très bien ventilée et son accès interdit pendant l'épreuve.** La bombe est observée de l'extérieur soit au moyen de miroirs soit par une ouverture dans le mur munie d'une vitre blindée. Le temps jusqu'au début de la réaction et la durée de la réaction peuvent fournir des renseignements supplémentaires utiles pour l'interprétation des résultats. Enfin, le récipient est refroidi dans l'eau et nettoyé.

25.4.2.3.3 Si l'on n'observe pas de rupture du disque avec une lumière de 16,0 mm, on exécute les essais suivants avec des diamètres de 6,0, 2,0 et 1,0 mm (un essai par diamètre) jusqu'à ce qu'une rupture du disque se produise. Si l'on n'observe pas de rupture du disque avec une lumière de 1,0 mm, on répète l'expérience avec ce même diamètre, mais avec 50,0 g de matière au lieu de 10,0 g. Si l'on n'observe toujours pas de rupture, on répète l'expérience jusqu'à obtenir trois essais successifs sans rupture. En cas de rupture du disque, on répète les expériences en passant au niveau supérieur (10 g au lieu de 50 g ou avec l'orifice de diamètre immédiatement supérieur), jusqu'à ce que l'on ait trouvé le niveau pour lequel on n'obtient aucune rupture du disque pendant trois essais successifs.

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

25.4.2.4.1 On exprime le degré relatif de sensibilité d'une matière à l'échauffement dans une bombe par le diamètre limite, c'est-à-dire l'orifice ayant le plus grand diamètre en millimètres, pour lequel, au cours de trois essais, le disque de rupture casse au moins une fois alors qu'il est resté intact au cours des trois essais effectués avec le diamètre immédiatement supérieur.

25.4.2.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

Réaction "violente" : - Rupture du disque pour un orifice de 9,0 mm ou plus et un échantillon de 10,0 g.

Réaction "modérée" : - Pas de rupture du disque pour un orifice de 9,0 mm, mais rupture du disque pour un orifice de 3,5 mm ou plus et un échantillon de 10,0 g.

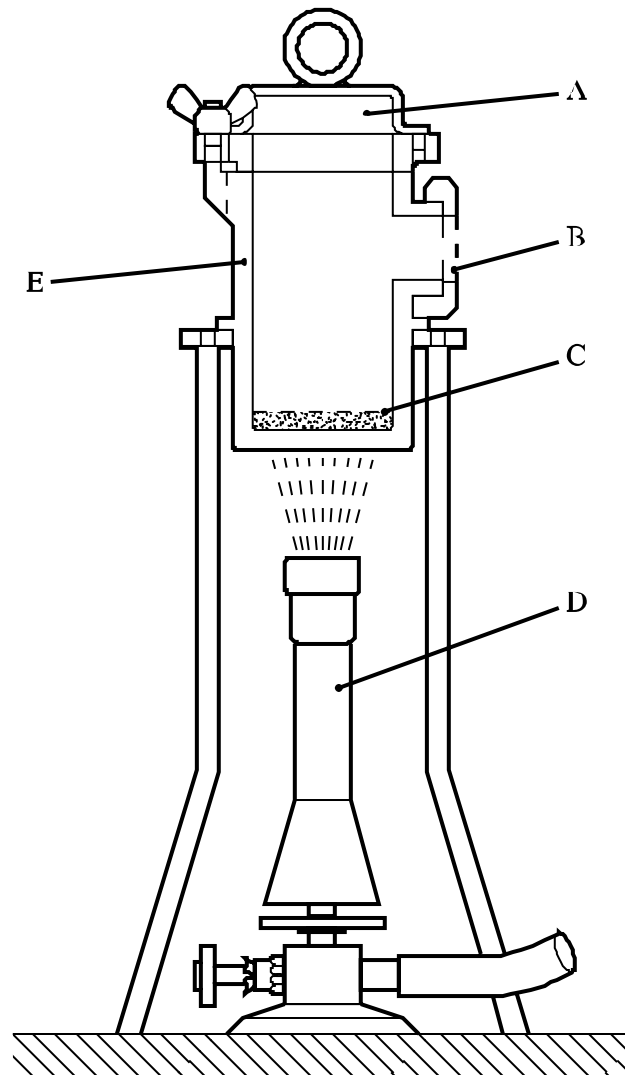
Réaction "faible" : - Pas de rupture du disque pour un orifice de 3,5 mm et un échantillon de 10,0 g, mais rupture du disque pour un orifice de 1,0 mm ou de 2,0 mm et un échantillon de 10,0 g ou rupture du disque avec un orifice de 1,0 mm et un échantillon de 50 g.

Réaction "nulle" : - Pas de rupture du disque pour un orifice de 1,0 mm et un échantillon de 50,0 g.

25.4.2.5 Exemples de résultats

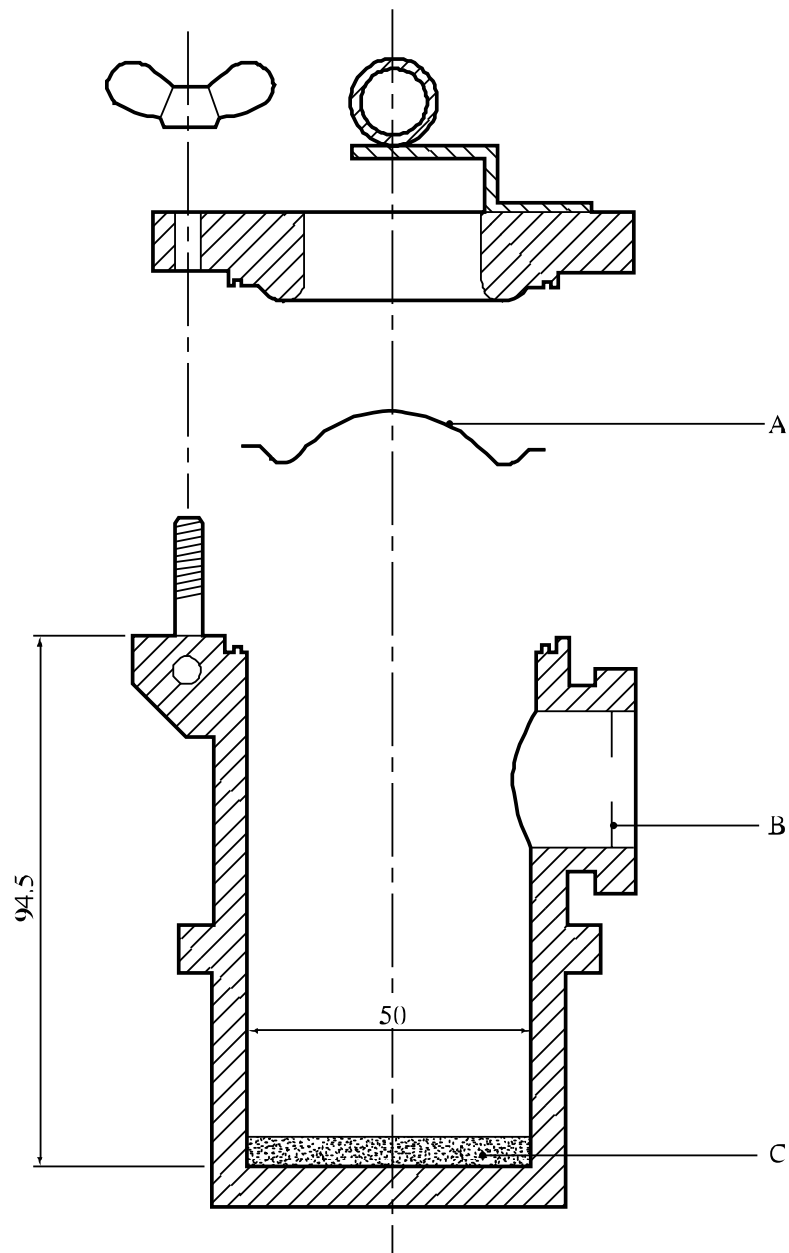
Matière	Diamètre limite (mm)	Réaction
Azodicarbonamide	1,5	Faible
Azo-2,2' bis (diméthyl-2,4 valéronitrile)	6,0	Modérée
Azo-2,2' bis(isobutyronitrile)	5,5	Modérée
Azo-2,2' bis (méthyl-2 butyronitrile)	6,0	Modérée
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium, 90 %	< 1,0 ^a	Nulle
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 (phénylesulfonyl)-4 benzènediazonium, 67 %	< 1,0 ^a	Nulle
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	6,0	Modérée
Hydroperoxyde de cumyle (à 80 % dans le cumène)	1,0	Faible
4-Nitrosophénol	1,0 ^a	Faible
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec l'eau	6,0	Modérée
Peroxybenzoate de tert-butyle	9,0	Violente
Peroxyde de di-tert-butyle	3,5	Modérée
Peroxyde de dicumyle	3,5	Modérée
Peroxyde de dilauroyle	2,0	Faible
Peroxyde de dilauroyle à 42 % en dispersion stable dans l'eau	< 1,0 ^a	Nulle
Peroxydicarbonate de dicétyl	1,0	Faible
Tétrafluoroborate de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium, 97 %	< 1,0	Nulle
Tétrafluoroborate de méthyl-3 (pyrrolidinyl-1)-4 benzènediazonium, 95 %	< 1,0 ^a	Nulle

^a Essai effectué avec 50 g d'échantillon.



-
- | | |
|-----|---|
| (A) | Disque de rupture |
| (B) | Disque à lumière |
| (C) | Matière éprouvée (10 g ou 50 g) |
| (D) | Bec Téclu |
| (E) | Bombe, diamètre intérieur de 50 mm, hauteur intérieure de 94,5 mm |
-

Figure 25.4.2.1 : ÉPREUVE DE LA BOMBE DES PAYS-BAS



-
- (A) Disque de rupture
 - (B) Disque à lumière
 - (C) Échantillon
-

Figure 25.4.2.2 : MONTAGE DU DISQUE À LUMIÈRE

25.4.3 *Épreuve E.3 : Épreuve de la bombe des États-Unis*

25.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité des matières à l'effet d'un échauffement intense sous confinement défini. Elle permet, en conjonction avec une épreuve supplémentaire de chauffage sous confinement, de répondre aux questions des cases 7, 8, 9 et 13 de la figure 20.1.

25.4.3.2 *Appareillage et matériaux*

On utilise les appareillages et les matériaux suivants :

- a) Bombe d'épreuve : bombe cylindrique en acier inoxydable 316 (figure 25.4.3.1);
- b) Support de la bombe (figure 25.4.3.2);
- c) Élément chauffant (par exemple résistance électrique de 700 W);
- d) Porte-échantillon : coupelle en aluminium de 25 × 30 mm;
- e) Disques de rupture en aluminium de 38 mm, tarés à 620 ± 50 kPa à 22 °C;
- f) Orifice des disques : disques épais de 2 mm avec les diamètres de lumière suivants (mm) : 1,0 - 1,2 - 2,0 - 3,0 - 3,5 - 5,0 - 6,0 - 8,0 - 9,0 - 12,0 - 16,0 et 24,0.

25.4.3.3 *Mode opératoire*

25.4.3.3.1 Le montage général de l'appareil est montré à la figure 25.4.3.1. La vitesse de montée en température doit être vérifiée en mesurant la température de 5,0 g de phtalate de dibutyle contenu dans une coupelle placée dans la bombe. La vitesse de montée en température est calculée en mesurant le temps nécessaire pour porter la température du phtalate de dibutyle de 50 °C à 200 °C. La vitesse de montée en température devrait être de $0,5 \pm 0,1$ K/s. Un disque à lumière avec un diamètre d'orifice plus grand que le diamètre jugé nécessaire pour obtenir l'éclatement du disque de rupture est choisi et monté sur le porte-évent de la bombe.

25.4.3.3.2 Un échantillon de 5,0 g de la matière à éprouver est pesé avec précision dans une coupelle en aluminium. Celle-ci est ensuite introduite dans la bombe au moyen de pinces et positionnée en son centre. Le disque de rupture est monté sur la bombe et l'étanchéité est obtenue en serrant convenablement les boulons de la bride. Un peu d'eau est versé sur le disque de rupture pour en modérer l'échauffement pendant l'épreuve. Le chauffage électrique est branché et réglé à la puissance convenable au moins 30 minutes avant le début de l'épreuve. La bombe est fixée sur sa plaque-support et placée sur le chauffage électrique. Cette plaque-support empêche la bombe de tomber; elle empêche également les vapeurs qui s'échappent par l'évent de toucher la plaque chaude. Le temps de décomposition est noté.

25.4.3.3.3 Si le disque à lumière ne s'est pas rompu, l'essai est répété en utilisant un évent plus petit jusqu'à ce que la rupture se produise. Dans le cas d'une rupture du disque, l'expérience est répétée au diamètre immédiatement supérieur de lumière jusqu'à ce que le niveau soit trouvé où il n'y a pas de rupture dans trois essais successifs.

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

25.4.3.4.1 Le nombre USA-PVT est défini comme le diamètre (en mm) du plus petit évent qui n'a pas provoqué la rupture du disque durant la décomposition de l'échantillon. Cette valeur est utilisée comme une mesure des effets du chauffage d'une matière sous confinement défini. L'échelle USA-PVT est basée, pour toutes les matières, sur les mêmes conditions d'épreuve et le même programme de chauffage.

25.4.3.4.2 L'effet du chauffage d'une matière sous confinement est noté selon les critères suivants :

Réaction "violente" : - Matières ayant un nombre USA-PVT de 9,0 à 24,0.

Réaction "modérée" : - Matières ayant un nombre USA-PVT de 3,5 à 8,0.

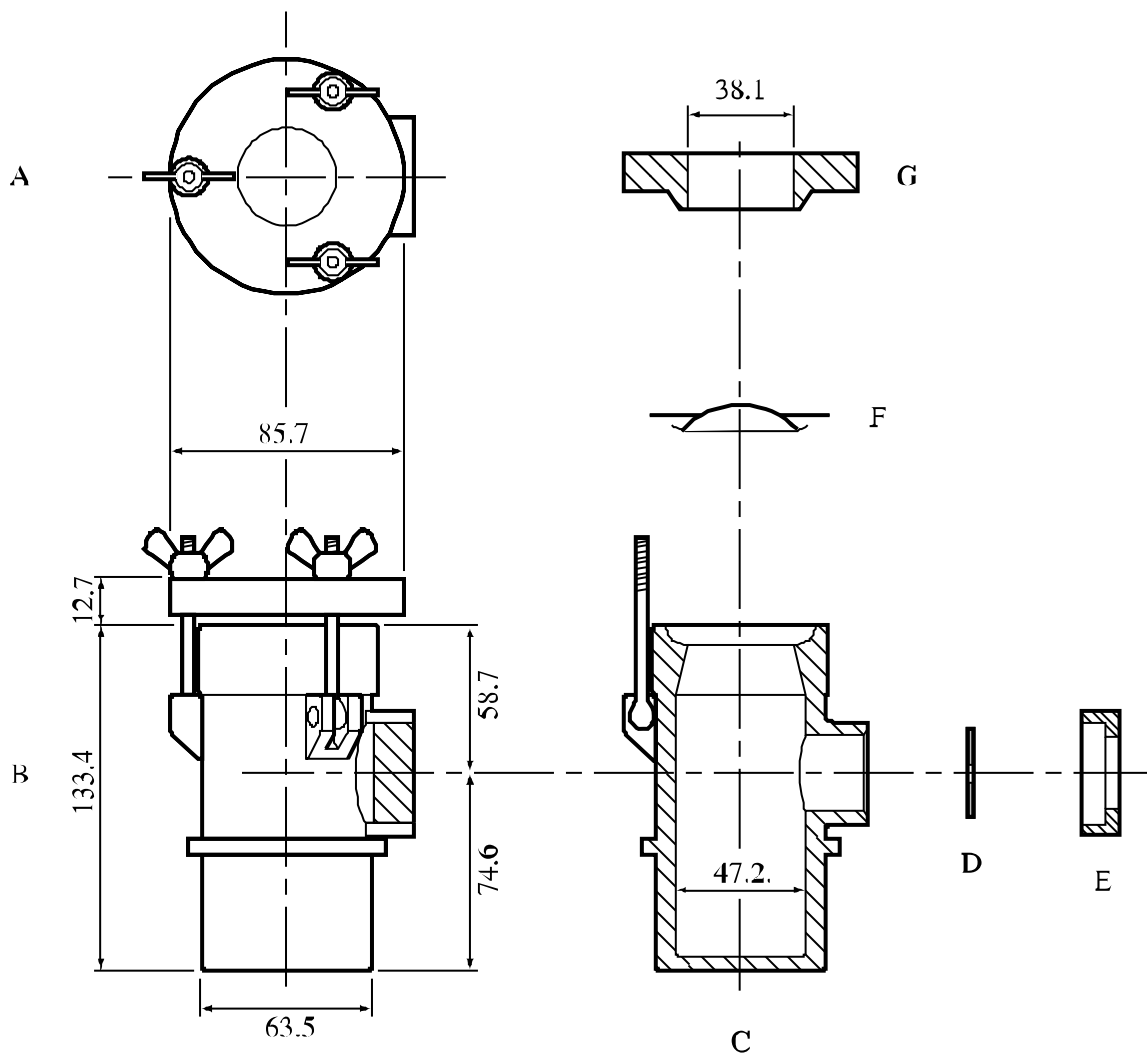
Réaction "faible" : - Matières ayant un nombre USA-PVT de 1,2 à 3,0.

Réaction "nulle" : - Matières ayant un nombre USA-PVT de 1,0.

25.4.3.5 *Exemples de résultats*

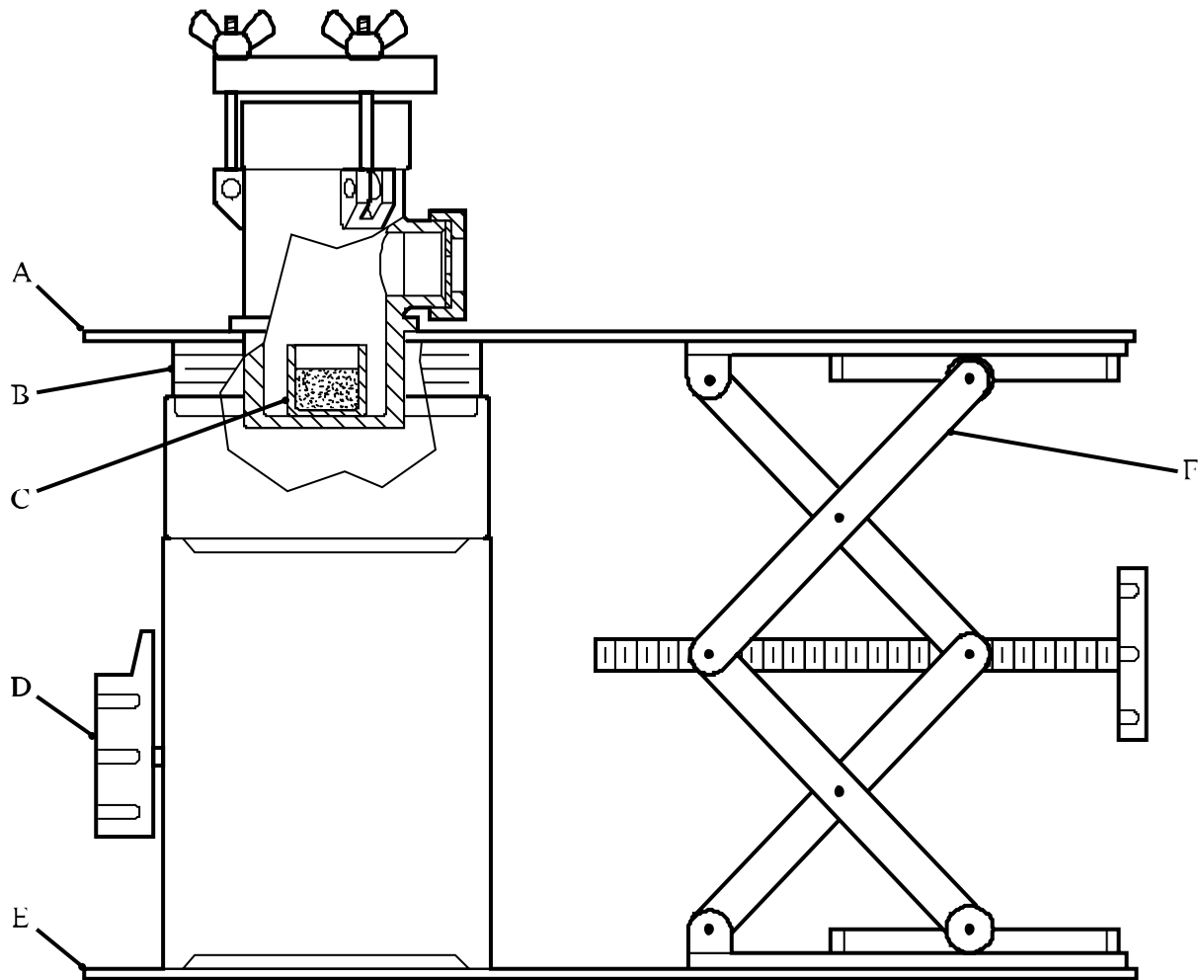
Matière	Nombre USA-PVT	Réaction
Carbonate d'isopropyle et de peroxy-tert-butyle à 75 % en solution	2,0	Faible
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	9,0	Violente
Hydroperoxyde de tert-butyle à 70 % dans l'eau	1,0	Nulle
Hydroperoxyde de cumyle, 85 % avec cumène	1,0	Nulle
Peroxyacétate de tert-butyle à 75 % en solution	8,0	Modérée
Peroxybenzoate de tert-butyle	8,0	Modérée
Peroxyde de dibenzoyl	18,0 ^a	Violente
Peroxyde de di-tert-butyle	1,0	Nulle
Peroxyde de dicumyle	2,0	Faible
Peroxyde de dicumyle, avec 60 % de solide inerte	1,0	Nulle
Peroxyde de dilauroyle	6,0	Modérée
Peroxyphthalate de tert-butyle à 75 % en solution	4,5 ^a	Modérée

^a *Diamètres intermédiaires, qui ne sont plus utilisés.*



-
- (A) Vue en plan couvercle
 - (B) Vue en élévation latérale
 - (C) Corps de la pompe
 - (D) Disque avec orifice
 - (E) Écrou de retenue
 - (F) Disque de rupture
 - (G) Couvercle
-

Figure 25.4.3.1 : ÉPREUVE DE LA BOMBE DES ÉTATS-UNIS



-
- | | |
|-----|----------------------|
| (A) | Écran |
| (B) | Isolement thermique |
| (C) | Porte-échantillon |
| (D) | Chauffage électrique |
| (E) | Base |
| (F) | Cric de laboratoire |
-

Figure 25.4.3.2 : APPAREIL D'ÉPREUVE ET SON SUPPORT
(vue en élévation latérale)

SECTION 26

ÉPREUVES DE LA SÉRIE F

26.1 Introduction

26.1.1 La série d'épreuves F comprend des essais de laboratoire et des critères relatifs à la puissance explosive des matières, permettant de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1. Elle s'applique aux matières dont on envisage le transport en grands conteneurs pour vrac (GRV) ou en conteneurs-citernes, ou que l'on envisage d'exempter des dispositions relatives aux matières autoréactives de la division 4.1 ou aux peroxydes organiques de la division 5.2 (voir case 11 de la figure 20.1). Les matières pour lesquelles on n'envisage ni le transport en vrac ni l'exemption peuvent être affectées au type E sans procéder à d'autres épreuves.

26.1.2 Toutes ces épreuves, exception faite de la F.5, peuvent aussi être utilisées pour les matières que l'on présélectionne pour leur capacité de propager la détonation (voir 21.2.2).

26.2 Méthodes d'épreuve

Il est répondu à la question "Quelle est sa puissance explosive ?" (case 12 de la figure 20.1) d'après les résultats de l'une des épreuves du tableau 26.1.

Tableau 26.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE F

Code	Nom de l'épreuve	Section
F.1	Épreuve de tir au mortier balistique Mk.III d	26.4.1
F.2	Épreuve du mortier balistique	26.4.2
F.3	Épreuve de Trauzl BAM	26.4.3
F.4	Épreuve de Trauzl modifiée ^a	26.4.4
F.5	Épreuve à l'autoclave haute pression	26.4.5

^a *Épreuve recommandée.*

26.3 Conditions d'épreuve

26.3.1 *Avant de procéder à ces épreuves, il faut effectuer des essais de sécurité à petite échelle (voir la section 20.3).*

26.3.2 Les résultats obtenus dans les épreuves F.1 à F.4 dépendent de la sensibilité de la matière au choc détonateur et de la puissance du détonateur utilisé. Si les résultats sont trop inférieurs à ceux que l'on obtient avec des substances comparables, on peut utiliser un dispositif d'amorçage plus puissant, avec une adaptation appropriée des conditions (par exemple, mise à feu avec des échantillons inertes) par rapport aux critères d'épreuve.

26.3.3 Les épreuves sont à exécuter à la température ambiante. Toutefois, si la température de régulation est inférieure à la température ambiante, la sécurité exige des précautions spéciales. Si la matière est transportée à l'état solide avec régulation de température mais est en fait liquide à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée à une température juste au-dessous du point de fusion.

26.4 Série F : Dispositions d'épreuve

26.4.1 Épreuve F.1 : Épreuve de tir au mortier balistique Mk.III d

26.4.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. La matière, confinée dans le tube d'un mortier, est soumise à l'action d'un détonateur. La mesure du recul du mortier permet, après déduction de l'effet du détonateur, de calculer la puissance en pourcentage de l'équivalent d'énergie en acide picrique, utilisé comme étalon de puissance explosive. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1.

26.4.1.2 Appareillage et matériels

26.4.1.2.1 Le mortier est un tube en acier long de 457 mm, fermé à l'une de ses extrémités et ayant un diamètre extérieur de 203 mm; l'âme, qui mesure 229 mm de long et 25 mm de diamètre, s'évase à l'extrémité ouverte en forme de tromblon. Il est suspendu par quatre câbles en acier inoxydable fixés à chaque extrémité par des tendeurs à pivots, lui laissant liberté de recul. La masse de l'ensemble est d'environ 113,2 kg et la longueur de suspension de 2 080 mm. Une plume fixée à l'extrémité d'un bras articulé solidaire du mortier inscrit sur une table horizontale une ligne de longueur égale à la projection du mouvement de recul du mortier. Le mortier est fait de deux parties : une gaine extérieure en acier doux et un cylindre intérieur en acier Vibrac V30 amené par traitement thermique à une résistance nominale de 772 MPa. Ce dernier est retenu par une bride annulaire (figure 26.4.1.1).

26.4.1.2.2 Pour le bourrage on prend un sable quartzéux propre et sec, passé au tamis BS de 600 microns, avec refus total au tamis BS de 250 microns. L'acide picrique est un produit pur, sec et cristallisé, tamisé comme le sable. L'acide borique (Analar) passe entièrement au tamis BS de 500 microns. Les sacs à charge (gargousses), en papier mince, ont un diamètre de 25 mm. Le sac intérieur mesure 90 mm de long, le sac extérieur, 200 mm.

26.4.1.2.3 Le détonateur est du type en aluminium à base plate et contient 0,6 g de penthrite.

26.4.1.3 Mode opératoire

26.4.1.3.1 Avant de procéder à l'épreuve au mortier, on soumet normalement la matière à des essais de sensibilité au choc, au frottement et à l'étincelle électrique. Dans le sac à charge intérieur on tasse $10,00 \pm 0,01$ g de matière. Le détonateur est introduit dans une cavité de 6 mm produite dans la matière avec une tige de bronze au phosphore et le col du sac est serré autour du détonateur. La charge est ensuite glissée dans le sac extérieur et poussée au fond de celui-ci avec un outil spécial. On ajoute alors 57 g de sable tamisé que l'on compacte doucement par tapotement. Le col du sac extérieur est roulé autour des fils du détonateur et l'ensemble de la charge est placé dans le mortier et bourré avec un outil spécial. On tire le détonateur et l'on calcule le recul moyen de la matière (S_m). L'épreuve est exécutée trois fois.

26.4.1.3.2 Pour éprouver les matières liquides, on utilise au lieu du sac en papier un récipient cylindrique en verre¹ d'une contenance approximative de 16 ml. Le col du récipient est rétréci pour former un tube mesurant 8 mm de diamètre et de long. Le détonateur normalisé gainé d'une longueur suffisante de tube de polyéthylène fait un joint à frottement doux dans le col du récipient. Ce dernier est alors inséré dans le sac de charge extérieur, comme pour les matières solides.

26.4.1.3.3 Les valeurs types du recul, déterminées pour l'acide picrique et pour le détonateur avec des sacs à charge en papier, peuvent s'appliquer au calcul des équivalences énergétiques des matières liquides essayées dans les récipients en verre.

¹ Les récipients en verre employés avec des explosifs puissants peuvent endommager l'âme du mortier. Mais s'il est vrai que pour l'acide picrique les tirs avec un récipient en verre provoquent une forte usure du mortier, la même usure s'observe dans les tirs avec les sacs en papier.

26.4.1.3.4 Chaque fois qu'un nouveau cylindre intérieur est inséré dans la gaine extérieure du mortier, on détermine le recul moyen (moyenne de 10 tirs) correspondant à l'acide borique (B_m) et à l'acide picrique (P_m).

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

26.4.1.4.1 La puissance explosive (P) en pourcentage (arrondie au nombre entier le plus proche) de la valeur correspondant à l'acide picrique est donnée par la formule suivante :

$$P = 100 \times \frac{(S_m^2 - B_m^2)}{(P_m^2 - B_m^2)}$$

26.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

La réponse est :

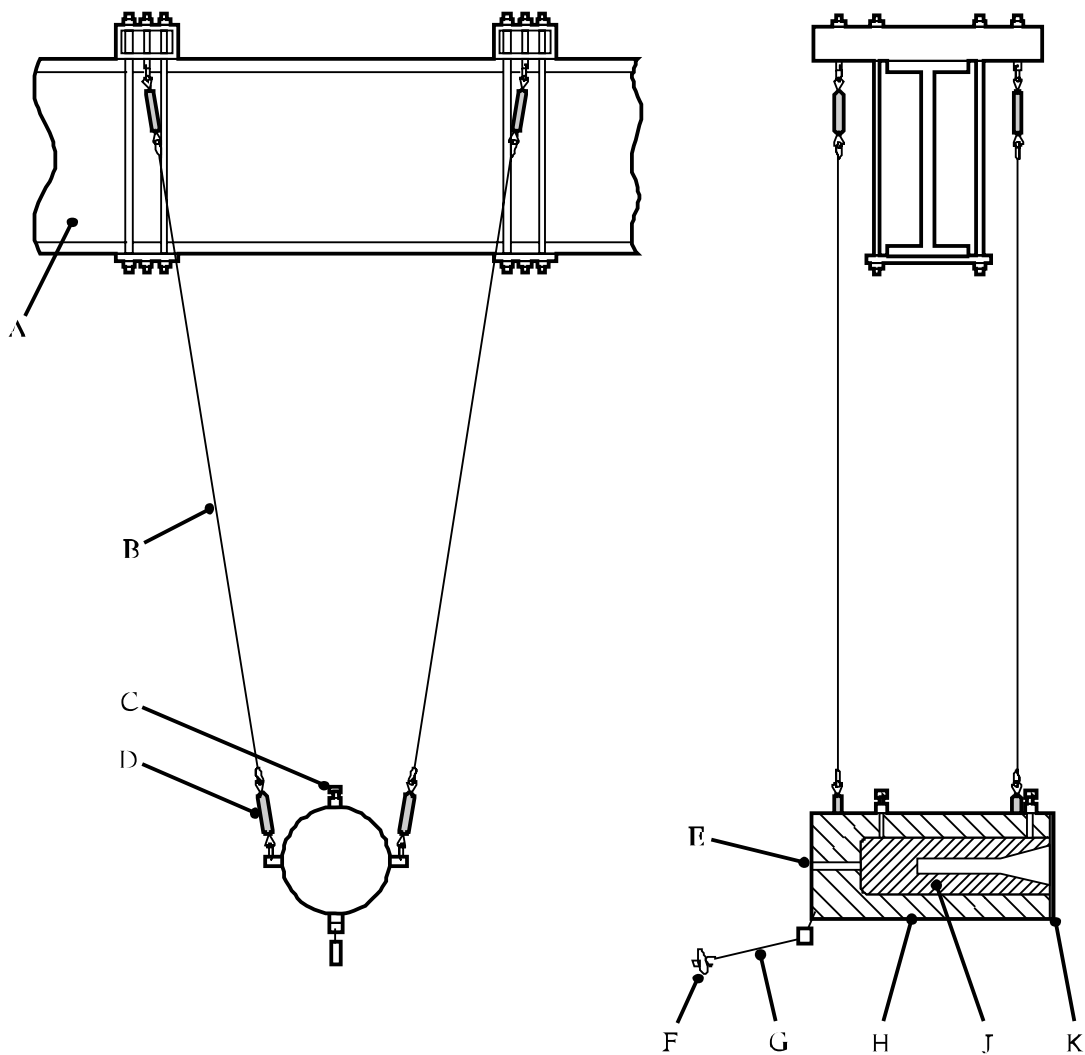
"Réaction significative" : - 7 % ou plus du recul produit par l'acide picrique.

"Réaction faible" : - Moins de 7 %, mais plus de 1 % du recul produit par l'acide picrique.

"Réaction nulle" : - 1 % ou moins du recul produit par l'acide picrique.

26.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Pourcentage moyen de la valeur de référence (acide picrique)	Réponse
Diméthyl-2,5 bis (tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	17	Significative
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	8	Significative
Hydroperoxyde de tert-butyle, à 70 % avec de l'eau	2	Faible
Hydroperoxyde de cumyle, à 80 % dans le cumène	4	Faible
Monoperoxyphthalate de magnésium hexahydraté à 85 % avec du sulfate de magnésium	1	Nulle
Peroxybenzoate de tert-butyle	13	Significative
Peroxyde de dibenzoyl	8	Significative
Peroxyde de dibenzoyl, à 75 % dans l'eau	6	Faible
Peroxyde de di-tert-butyle	8	Significative
Peroxyde de dicumyle, avec 60 % de solide inerte	1	Nulle
Peroxyde de dilauroyl	1	Nulle
Peroxydicarbonate de dicétyl	1	Nulle



(A)	Poutre de suspension	(B)	Câble suspenseur
(C)	Vis de blocage de la gaine	(D)	Tendeur à pivot
(E)	Trou facilitant l'extraction de (J)	(F)	Porte-plume
(G)	Bras articulé	(H)	Gaine du mortier
(J)	Tube du mortier	(K)	Bride annulaire

Figure 26.4.1.1 : MORTIER BALISTIQUE MK.IIID

26.4.2 *Épreuve F.2 : Épreuve du mortier balistique*

26.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. Celle-ci, confinée dans l'âme d'un mortier par un boulet en acier, est soumise à l'action d'un détonateur. Le recul du mortier est mesuré et la puissance explosive est calculée en pourcentage de l'équivalent d'énergie en acide picrique, utilisé comme étalon de puissance explosive. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1.

26.4.2.2 *Appareillage et matériaux*

26.4.2.2.1 Mortier

Réalisé en acier "chrome-nickel", le mortier a une masse de $248,50 \pm 0,25$ kg. Il a une forme cylindrique et sa cavité axiale comprend, de l'avant à l'arrière, le logement du boulet, la chambre de tir et le passage pour les fils de détonateur. Au cours de son emploi, le mortier subit une certaine usure qui en change les dimensions (en particulier, élargissement de la chambre de tir) et entraîne une diminution du recul enregistré pour le tir d'une charge donnée. On utilise comme référence la charge de 10,00 g d'acide picrique (voir 26.4.2.2.7). On remplace le mortier usé par un mortier neuf lorsque l'énergie moyenne obtenue au cours des 10 derniers tirs de cette charge devient inférieure à 90 % de l'énergie moyenne obtenue lors des 10 premiers tirs (pour des températures voisines et avec un boulet en bon état).

26.4.2.2.2 Pendule balistique

Le mortier est suspendu, par des bras en acier, à un axe horizontal monté sur des paliers garnis de roulements à rouleaux. Le mortier-pendule ainsi obtenu est rendu balistique par adjonction d'une masse d'acier (surcharge) sous son corps. La figure 26.4.2.1 donne un schéma du mortier-pendule, dont les caractéristiques principales sont :

- Période d'oscillation 3,47 s;
- Masse oscillante 479 kg;
- Distance de l'axe de rotation à l'axe du mortier 2,99 m.

Pour déterminer le recul, on utilise un cavalier mobile sur le secteur gradué et animé par un doigt latéral solidaire du mortier. La graduation portée sur le secteur est proportionnelle à $(1 - \cos A)$, A étant l'angle de recul du pendule; autrement dit, elle est proportionnelle au travail.

26.4.2.2.3 Boulet

Le boulet est un cylindre d'acier. Les dimensions (diamètre 127 mm et longueur 162 mm) sont, en réalité, ajustées pour satisfaire aux conditions suivantes :

- a) Le jeu entre le boulet neuf et son logement dans le mortier doit être inférieur à 0,1 mm;
- b) Le boulet neuf doit avoir une masse de $16,00 \pm 0,01$ kg.

Un boulet neuf doit être substitué au boulet usé lorsque le jeu entre ce dernier et son logement dans le mortier dépasse 0,25 mm. Lors du tir, le boulet est généralement projeté à une vitesse comprise entre 100 et 200 km/h. Un réceptacle garni d'un matériau absorbant permet de l'arrêter sans l'abîmer.

26.4.2.2.4 Étuïs

Pour l'épreuve d'une matière liquide, on utilise des ampoules en verre, de masse 16 g, comportant un orifice de remplissage et un trou borgne pour le logement du détonateur (figure 26.4.2.3), dans lesquelles sont contenues les prises d'essai. Pour les charges d'autres matières (solides, granulaires, pâteuses, etc.) on utilise des étuis cylindriques, de diamètre 20 mm, formés à partir d'une feuille d'étain d'épaisseur 0,03 mm et de masse 2 g environ. C'est notamment le cas des charges d'acide picrique.

26.4.2.2.5 Étriers

Servant au centrage de la charge dans la chambre de tir du mortier (pour réduire l'usure du mortier), l'étrier réalisé en fil de fer est un anneau muni de trois pieds comme le montre schématiquement la figure 26.4.2.2.

26.4.2.2.6 Détonateurs

Il s'agit des détonateurs européens normalisés à charge de 0,6 g de penthrite, tels que les montre l'appendice 1.

26.4.2.2.7 Acide picrique (matière de référence)

Acide picrique pur, broyé, en grains de dimensions inférieures à 0,5 mm, séché en étuve à 100 °C et conservé dans un flacon bien bouché.

26.4.2.3 *Mode opératoire*

26.4.2.3.1 Préparation d'une charge

26.4.2.3.1.1 Les solides compacts doivent se présenter sous forme de blocs cylindriques de diamètre 20 ± 1 mm et comportant à une extrémité une cavité axiale (de diamètre $7,3 \pm 0,2$ mm et profondeur 12 mm) pour le logement du détonateur. La masse de ces blocs doit être de $10,0 \pm 0,1$ g. Pour préparer la charge, on enroule une feuille d'étain d'épaisseur 0,03 mm et de masse 2 g environ autour du bloc pour former un étui. Après la mise en place du détonateur dans son logement, on serre l'extrémité de l'étui autour de la tête du détonateur (figure 26.4.2.3).

26.4.2.3.1.2 Les autres matières, à l'exception des liquides, sont chargées à densité normale dans les étuis d'étain, la prise d'essai étant de $10,0 \pm 0,1$ g par charge. Le détonateur est enfoncé d'environ 12 mm dans la matière. L'extrémité de l'étui est serrée autour de la tête du détonateur (figure 26.4.2.3).

26.4.2.3.1.3 Pour les liquides, on prépare des charges de $10,0 \pm 0,1$ g de la substance à éprouver, en ampoule de verre. Le détonateur est mis en place dans le logement prévu à cet effet. Si besoin est, on peut utiliser du fil métallique pour le maintenir en place (mais en aucun cas un matériau combustible).

26.4.2.3.1.4 On prépare aussi des charges de $10,0 \pm 0,1$ g d'acide picrique, à densité normale, en étuis d'étain. Le détonateur est enfoncé d'environ 12 mm dans l'acide picrique. L'extrémité de l'étui est serrée autour de la tête du détonateur.

26.4.2.3.2 Réalisation d'un essai

26.4.2.3.2.1 La charge munie d'un étrier (voir 26.4.2.2.5) est enfoncée au maximum dans la chambre de tir du mortier, la tête du détonateur venant au contact de la face postérieure de la chambre de tir (figure 26.4.2.3).

26.4.2.3.2.2 Le boulet est graissé avec une graisse de qualité constante, puis il est introduit et poussé à fond dans son logement dans le mortier. Pour éviter une dispersion des résultats due à une réformation éventuelle du mortier ou du boulet, la position du boulet par rapport au mortier est repérée et notée.

26.4.2.3.2.3 Le cavalier (voir 26.4.2.2.2) est mis en place au contact du doigt pour la détermination du recul du pendule. Après tir, on note la déviation (D) du pendule, c'est-à-dire la graduation où se situe le cavalier immobilisé sur le secteur gradué en fin de course.

26.4.2.3.2.4 Le boulet et l'âme du mortier doivent être ensuite soigneusement nettoyés.

26.4.2.4 *Mode opératoire*

26.4.2.4.1 On effectue d'abord quatre tirs d'acide picrique. On calcule la moyenne des quatre déviations obtenues. Dans l'unité de travail arbitraire retenue pour graduer le secteur qui mesure le recul du pendule, cette moyenne a une valeur voisine de 100. Les résultats des quatre tirs ne doivent pas s'en écarter de plus d'une unité. Si c'est bien le cas, on retient la valeur D_0 de la moyenne des quatre déviations obtenues. Si l'un des résultats s'écarte de plus d'une unité de la moyenne, on ne tient pas compte de ce résultat. On retient alors la valeur D_0 de la moyenne des trois autres résultats.

26.4.2.4.2 On note ensuite la température ambiante.

26.4.2.4.3 On reprend ensuite les opérations avec la matière à éprouver, en effectuant au minimum trois tirs, les déviations obtenues étant D_1 , D_2 , D_3 , etc. Les travaux correspondants, exprimés en pourcentage du travail de l'acide picrique, sont calculés par la relation :

$$T_k = 100 \times D_k/D_0, \text{ où } k = 1, 2, 3, \dots;$$

ou, pour les liquides tirés en étuis de verre :

$$T_k = 200 \times D_k/D_0, \text{ où } k = 1, 2, 3, \dots$$

26.4.2.4.4 On calcule ensuite la valeur moyenne de T_k . Le résultat de ce calcul, arrondi au nombre entier le plus proche, est dit "travail au mortier balistique" (TMB) de la matière.

NOTA : Lorsque plusieurs matières sont éprouvées successivement, dans la même demi-journée, on ne fait qu'une série de quatre tirs d'acide picrique au début de la demi-journée.

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

26.4.2.5.1 On présente le résultat de l'épreuve sous forme détaillée en donnant les travaux T_1 , T_2 , T_3 ... et la valeur du TMB avec mention de la température ambiante. Sous forme résumée, on indique seulement la valeur du TMB.

26.4.2.5.2 Critères d'évaluation des épreuves :

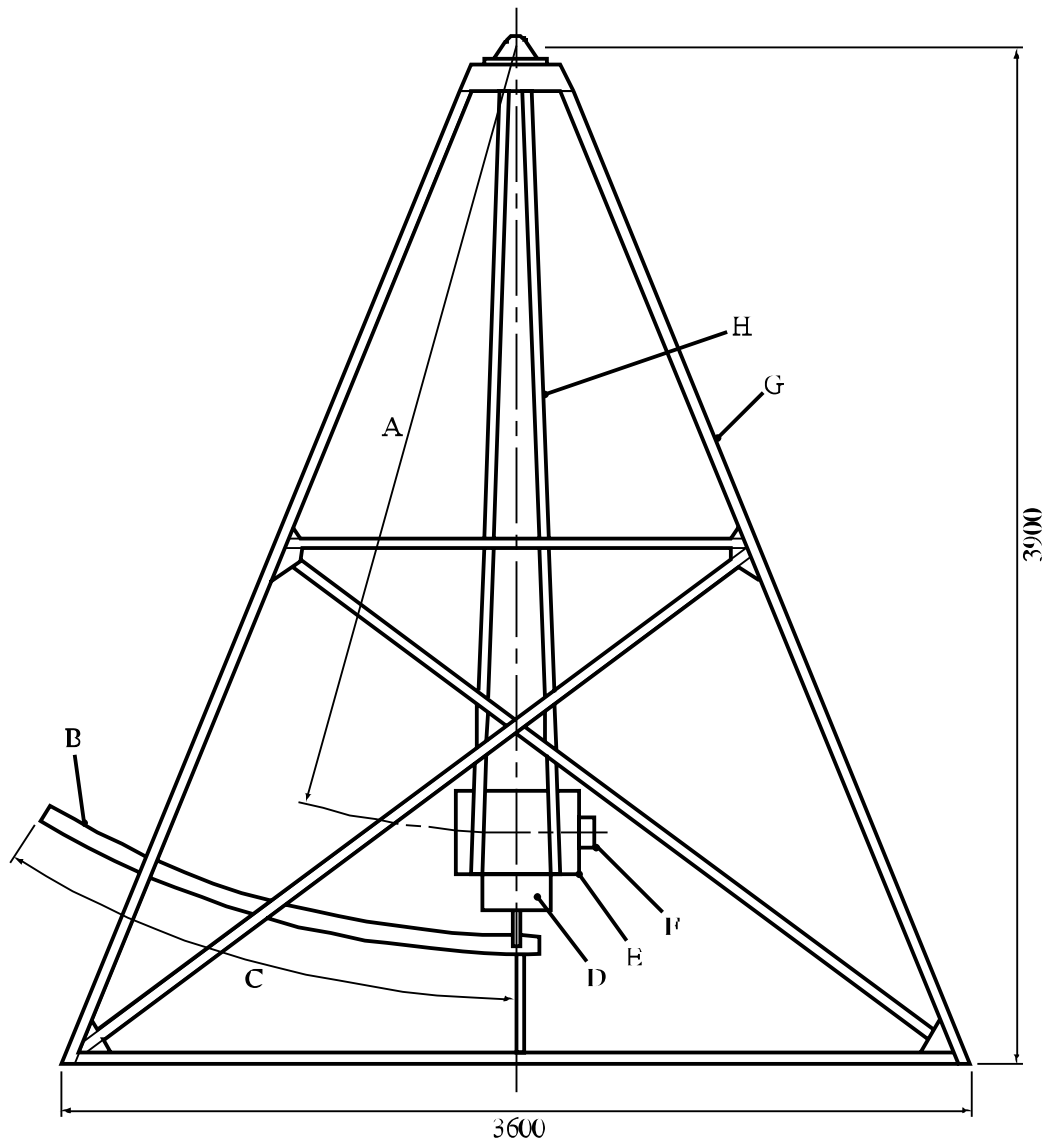
"Réaction significative" : - Valeur du TMB supérieure ou égale à 7.

"Réaction faible" : - Valeur du TMB inférieure à 7 mais supérieure à 1.

"Réaction nulle" : - Valeur du TMB inférieure ou égale à 1.

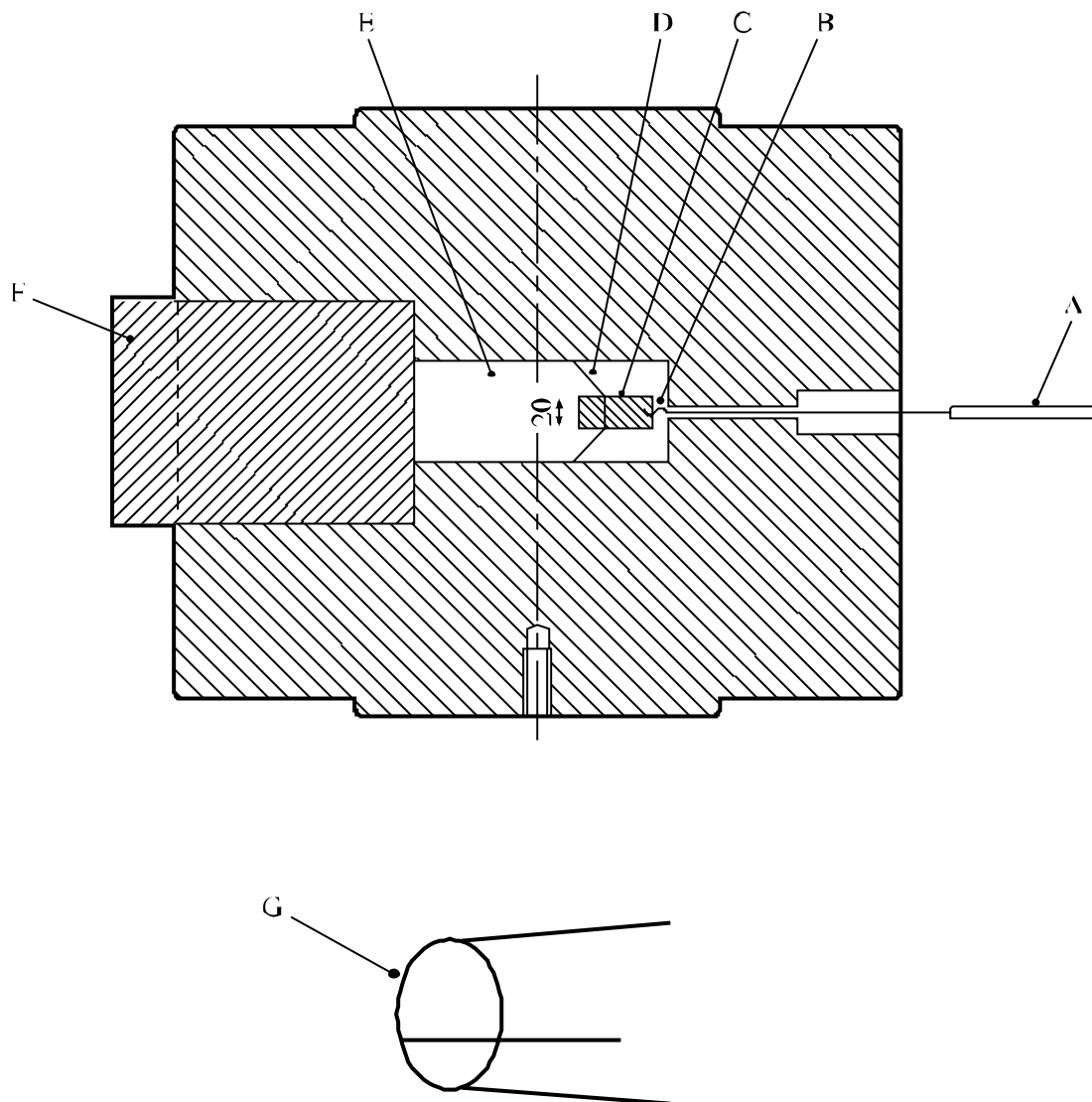
26.4.2.6 *Exemples de résultats*

Matière	TMB	Réponse
Acide peroxyacétique à 36 % avec 19 % d'eau, 36 % d'acide acétique et 6 % de peroxyde d'hydrogène	27	Significative
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	13	Significative
Hydroperoxyde de p-menthyle à 55 % dans le p-menthane	3	Faible
Hydroperoxyde de pinanyle à 54 % dans le pinane	2	Faible
Peroxybenzoate de tert-butyle	16	Significative
Peroxyde de dibenzoyle	16	Significative
Peroxyde de dibenzoyle à 75 % avec de l'eau	8	Significative
Peroxyde de di-tert-butyle	7	Significative
Peroxyde de dilauroyle	5	Faible
Peroxy-2 éthylhexanoate de tert-butyle	7	Significative
Acide picrique	100	
Trinitrotoluène	95	
Sable	1	



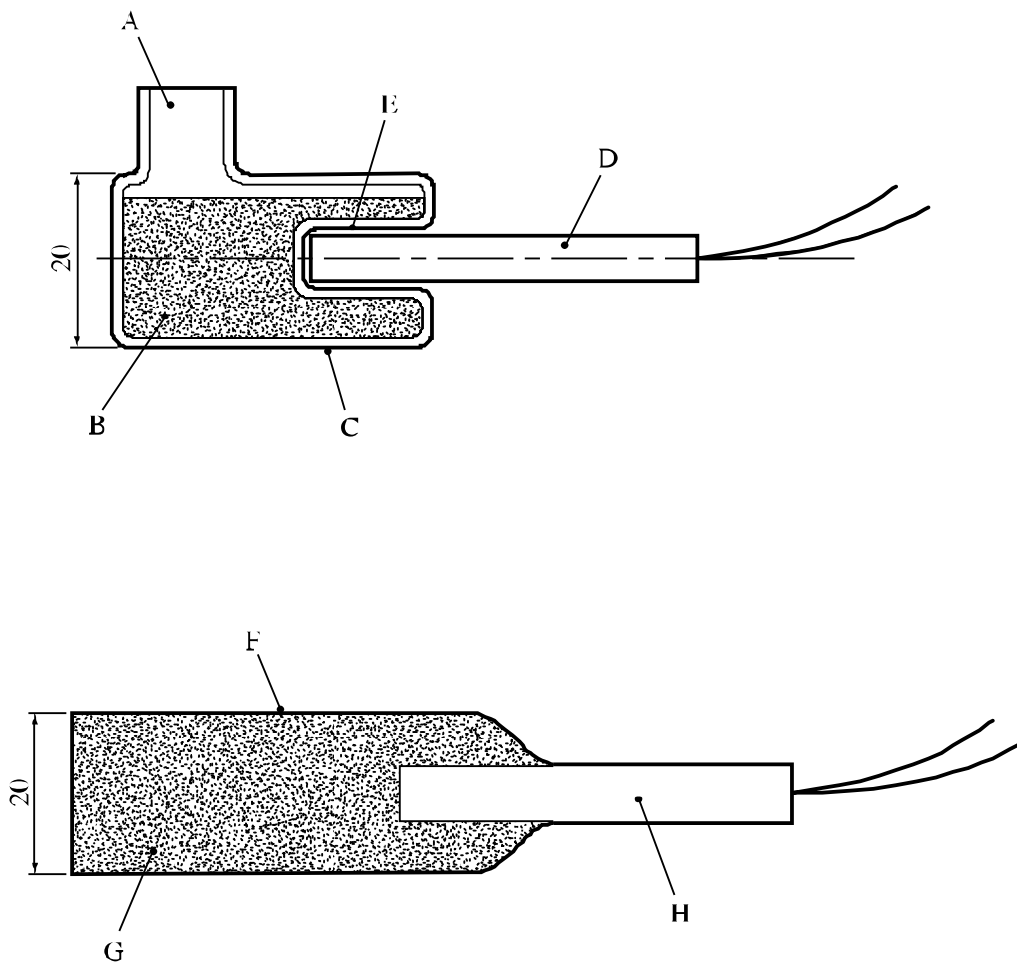
-
- | | |
|-----|-------------------------------|
| (A) | Distance entre axes, 2 905 mm |
| (B) | Secteur gradué |
| (C) | Course 30° |
| (D) | Surcharge |
| (E) | Mortier |
| (F) | Boulet |
| (G) | Charpente |
| (H) | Bras oscillant |
-

Figure 26.4.2.1 : ÉPREUVE DU MORTIER BALISTIQUE



-
- (A) Vers exploseur
 - (B) Détonateur
 - (C) Cartouche
 - (D) Étrier
 - (E) Chambre de tir
 - (F) Boulet
 - (G) Schéma de l'étrier
-

Figure 26.4.2.2 : MORTIER BALISTIQUE (en haut) ET ÉTRIER (en bas)



-
- | | |
|-----|---------------------------------|
| (A) | Orifice de remplissage |
| (B) | Matière (10 g) |
| (C) | Ampoule de verre (16 g) |
| (D) | Détonateur (0,6 g de penthrite) |
| (E) | Logement du détonateur |
| (F) | Étui d'étain (2 g) |
| (G) | Matière (10 g) |
| (H) | Détonateur (0,6 g de penthrite) |
-

Figure 26.4.2.3 : CHARGE POUR LES LIQUIDES (en haut) ET POUR LES MATIÈRES AUTRES QUE LES LIQUIDES (en bas)

26.4.3 *Épreuve F3 : Épreuve de Trauzl (BAM)*

26.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. Celle-ci, confinée dans la cavité ménagée dans un bloc de plomb, est soumise à l'action d'un détonateur. La puissance explosive est exprimée en relation avec la dilatation de la cavité dans le bloc de plomb, exprimée en cm^3 pour 10 g de matière. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1.

26.4.3.2 *Appareillage et matériels*

26.4.3.2.1 La matière est amorcée par un détonateur européen normalisé avec 0,6 g de penthrite (voir l'appendice 1).

26.4.3.2.2 Pour cette épreuve, on utilise des blocs de plomb Trauzl normalisés de forme cylindrique, d'une hauteur et d'un diamètre de 200 mm. Ils sont munis d'une cavité axiale de 25 mm de diamètre et de 125 mm de profondeur, soit un volume de 61 cm^3 (figure 26.4.3.1). On fabrique ces blocs en coulant du plomb doux pur dans des moules à une température de coulée de $390 \text{ }^\circ\text{C}$ à $400 \text{ }^\circ\text{C}$. On vérifie la qualité d'une série de moulages de blocs de plomb par trois explosions d'essai pour chacune desquelles on utilise 10 cm^3 d'acide picrique cristallisé (densité de chargement $1,0 \text{ g/cm}^3$). La moyenne des trois valeurs de dilatation nette obtenues doit se situer entre 287 cm^3 et 300 cm^3 .

26.4.3.3 *Mode opératoire*

26.4.3.3.1 On donne aux matières solides la forme de charges d'essai cylindriques d'un volume de 10 cm^3 en les enveloppant dans une feuille d'étain pesée et la masse de charge est déterminée. Les charges d'essai ont un diamètre extérieur de 24,5 mm, une hauteur de 22,2 mm et sont munies d'une cavité coaxiale de 7 mm de diamètre et de 12 mm de profondeur pour recevoir le détonateur. On prépare la charge d'essai dans un dispositif comprenant un piston, une matrice en deux parties, un cadre de fixation et une embase (figure 26.4.3.2). On enroule une feuille d'étain trapézoïdale (environ 0,01 mm d'épaisseur) de 55 mm de large, autour du piston. L'étampe et son étui d'étain sont ensuite introduits dans la matrice, jusqu'à la butée de l'embase. On fixe la matrice à l'aide du cadre et on retire lentement le piston du tube constitué par la feuille d'étain, après l'avoir pressé fermement contre l'embase. On perce soigneusement le fond du tube d'étain en son centre, à l'aide d'une fine baguette de bois. Le détonateur normalisé de 0,6 g de penthrite est introduit par le côté du cadre de fixation dans l'embase, de façon à tirer les fils du détonateur à travers l'orifice de la vis de réglage jusqu'à ce que le détonateur touche la vis. Celle-ci est ajustée de façon que le détonateur fasse saillie de 12,0 mm par rapport à la surface de l'embase. On remplit ensuite le tube d'étain avec la matière éprouvée en tassant celle-ci légèrement à l'aide d'une baguette de bois. Le bord de la feuille d'étain qui dépasse est replié vers l'intérieur, et le piston est enfoncé dans la matrice jusqu'à la bague d'arrêt. Après avoir retiré le piston, on enlève délicatement de la matrice la charge d'essai préparée dans le tube d'étain contenant le détonateur.

26.4.3.3.2 Les matières liquides sont éprouvées dans des cylindres de verre à paroi fine de forme analogue et pouvant contenir 10 cm^3 d'échantillon ainsi que le détonateur quand il est introduit dans le liquide jusqu'à une profondeur de 12 mm. Le col du récipient doit être assez long pour maintenir le détonateur dans une position centrale. Après avoir déterminé la masse de l'échantillon, on introduit délicatement la charge d'essai dans la cavité du bloc de plomb en l'enfonçant à fond. Les blocs de plomb sont stockés dans une pièce à température dirigée, afin que la température mesurée au fond de la cavité immédiatement avant d'y introduire la charge soit comprise entre 10 et $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Lors de l'épreuve, le bloc de plomb doit reposer sur un support d'acier massif, plat, posé sur le sol. Pour bourrer la cavité, on remplit l'espace restant de sable quartzueux, sec, tamisé dans un crible à 144 mailles/ cm^2 et d'une densité gravimétrique de $1,35 \text{ g/cm}^3$. On frappe ensuite trois fois le côté du bloc à l'aide d'un marteau de 2 kg de masse, et l'on enlève l'excédent de sable du sommet.

26.4.3.3.3 On actionne le détonateur, et l'on vide le bloc de tous résidus. On détermine le volume de dilatation en remplissant le vide d'une quantité d'eau mesurée et on calcule ensuite la dilatation qui serait produite par un échantillon de 10 g, au moyen de la relation :

$$10 \times \frac{\text{volume de la cavité dilatée (cm}^3\text{)} - 61}{\text{masse de l'échantillon (g)}}.$$

26.4.3.3.4 Normalement, cet essai est effectué deux fois; pour caractériser la matière, on utilise la plus forte des deux valeurs de dilatation obtenue.

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

26.4.3.4.1 La puissance explosive est exprimée en fonction de la dilatation intérieure du bloc de plomb par 10 g de matière. Pour une puissance d'amorçage donnée, la puissance explosive est d'autant plus élevée que le bloc de plomb s'est dilaté.

26.4.3.4.2 Critères d'évaluation des résultats

La réponse sera :

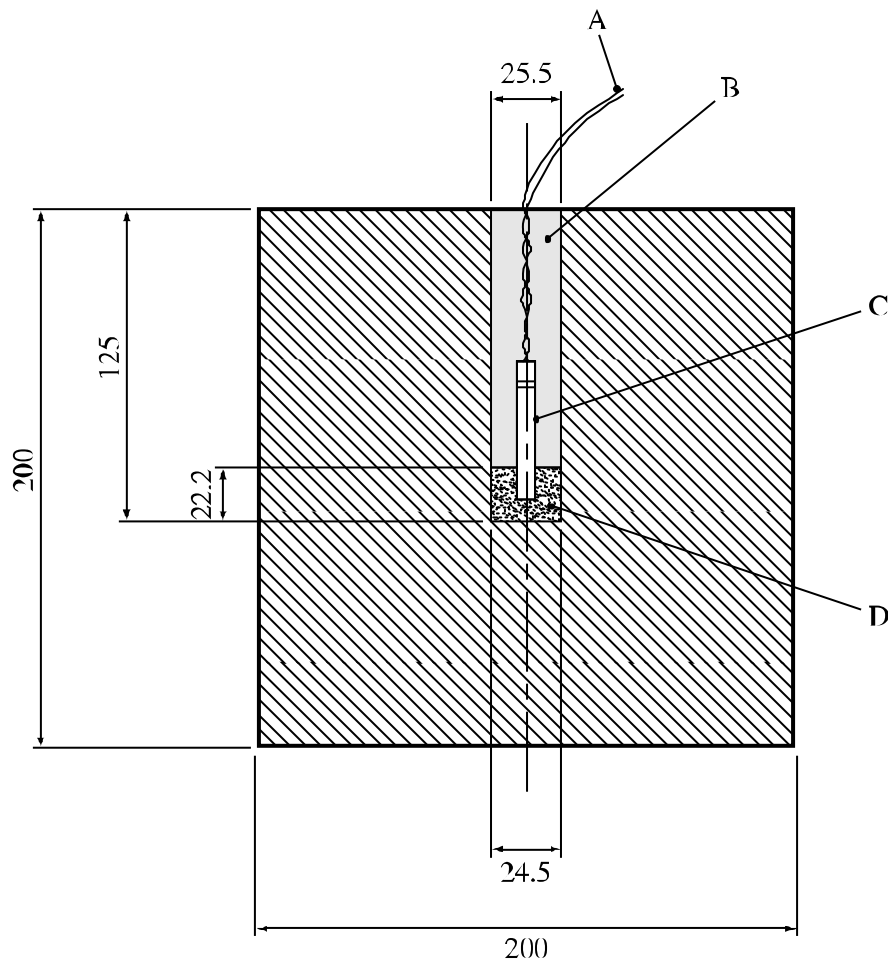
- "Réaction significative" : - Si la dilatation du bloc de plomb est supérieure ou égale à 25 cm³ pour 10 g d'échantillon;
- "Réaction faible" : - Si la dilatation du bloc de plomb est inférieure à 25 cm³ mais égale ou supérieure à 10 cm³ pour 10 g d'échantillon;
- "Réaction nulle" : - Si la dilatation du bloc de plomb est inférieure à 10 cm³ pour 10 g d'échantillon.

26.4.3.5 Exemples de résultats

Matière	Masse de l'échantillon (g)	Dilatation (cm ³ /10 g)	Réponse
Acide 3-chloroperoxybenzoïque, pas plus de 86 % avec de l'acide 3-chlorobenzoïque	7,1	42 ^a	Significative
Acide diperoxy isophtalique	8,7	144	Significative
Azodicarbonamide		9	Nulle
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)		26 ^a	Significative
Benzènedisulfonhydrazide-1,3		50 ^a	Significative
Benzènedisulfonhydrazide-1,3, 70 % avec de l'huile minérale		11 ^a	Faible
Benzènesulfonhydrazide	8,4	8	Nulle
N,N'-Dinitrosopentaméthylènetétramine		145 ^a	Significative
N,N'-Dinitrosopentaméthylènetétramine 80 %, avec 17 % de solide inorganique et 3 % d'huile minérale	10,2	7 ^b	Nulle
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	7,2	28 ^a	Significative
Hydroperoxyde de cumyle, 84,1 % avec cumène	9,3	10	Faible
4-Nitrosophénol	7,3	11	Faible
Peroxybenzoate de tert-butyle	9,1	32 ^a	Significative
Peroxyde(s) de cyclohexanone	6,4	50 ^a	Significative
Peroxyde de dibenzoyl	8,0	31 ^a	Significative
Peroxyde de dibenzoyl, 75 % avec de l'eau	8,0	21 ^a	Faible
Peroxyde de di-tert-butyle	7,2	28 ^a	Significative
Peroxyde de dicumyle	6,9	12 ^a	Faible
Peroxyde de dilauroyle	8,0	11 ^a	Faible
Peroxydicarbonate de dicétyl	7,3	5 ^a	Nulle
Peroxydicarbonate de diisopropyle	7,8	78 ^a	Significative
Peroxydicarbonate de dimyristyle	7,4	11	Faible
Peroxydicarbonate de dimyristyle, 42 %, dispersion stable dans l'eau	7,8	5 ^a	Nulle
Acide borique		0	
Phtalate de diméthyle		5	
Eau		6	

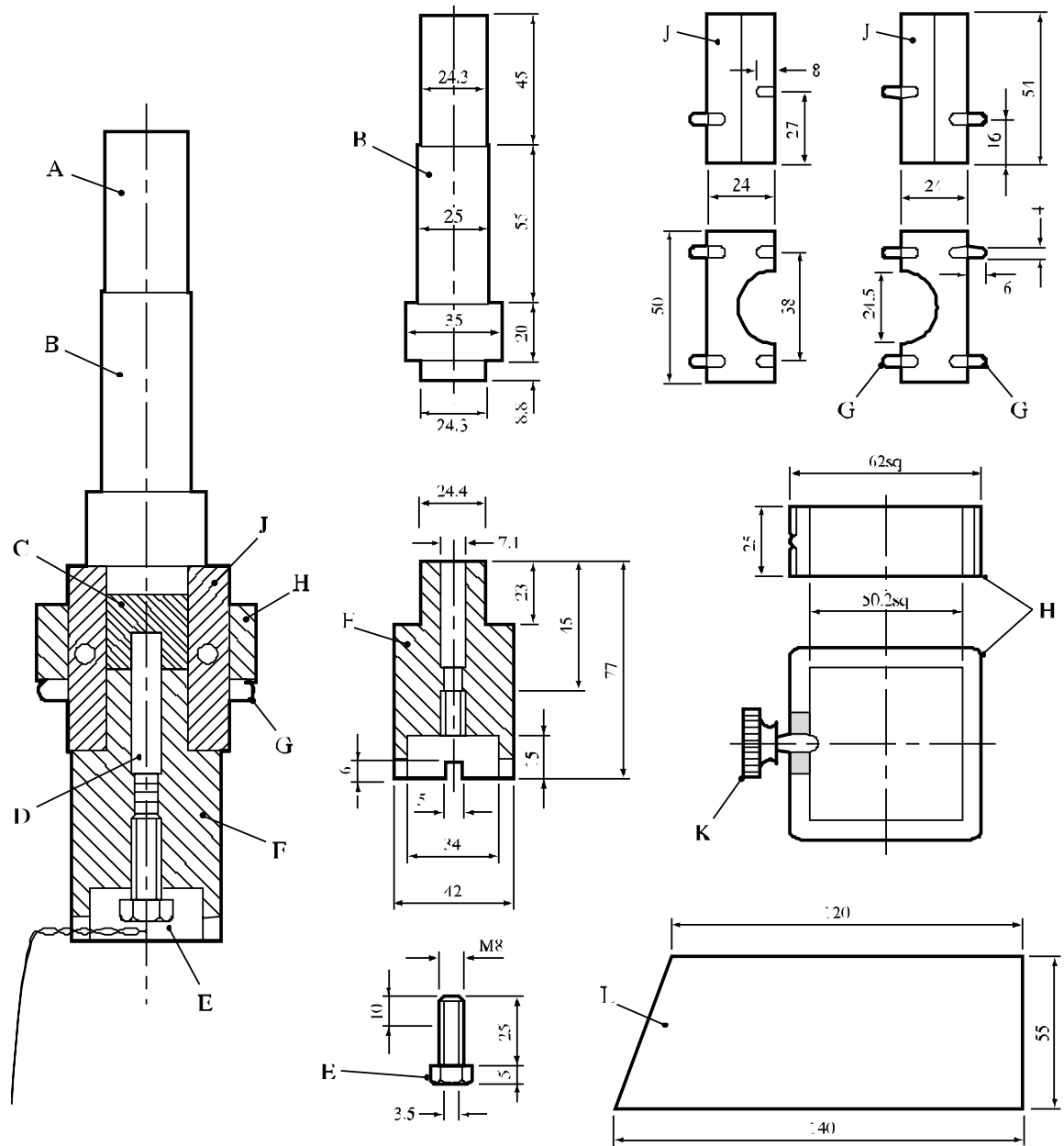
^a Déterminé avec des échantillons de 11 cm³ et une capsule détonante un peu plus forte avec un tube en cuivre d'un diamètre externe de 6,85 mm et longueur de 45 mm, avec fond plat contenant 0,5 g de penthrite avec 10 % de cire, 0,2 g de tetryle et 0,5 g de fulminate de mercure comme charge explosive, le tout soumis à une pression de 400 bar.

^b L'amorçage avec 3 détonateurs donne 123 cm³ pour 10 g, réponse : significative.



-
- (A) Fils du détonateur
 - (B) Bourrage de sable sec
 - (C) Détonateur européen normalisé
 - (D) Échantillon
-

Figure 26.4.3.1 : ÉPREUVE DE TRAUZL (BAM)



(A)	Extrémité du piston pour préparer le tube de feuille d'étain	(B)	Piston
(C)	Échantillon	(D)	Détonateur
(E)	Vis de réglage (perçage axial 3,5 mm, largeur de la fente 1 mm, longueur 100 mm)	(F)	Embase
(G)	Broches	(H)	Cadre de fixation
(J)	Matrice	(K)	Vis moletée
(L)	Feuille d'étain		

Figure 26.4.3.2 : DISPOSITIF POUR LA PRÉPARATION DES CHARGES (de 10 cm³ de volume, de diamètre 24,55 mm et de hauteur 22,2 mm) POUR L'ÉPREUVE DE TRAUZL (BAM)

26.4.4 *Épreuve F.4 : Épreuve de Trauzl modifiée*

26.4.4.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la puissance explosive d'une matière. Celle-ci, confinée dans un trou foré dans un bloc de plomb, est soumise à l'action d'un détonateur. La puissance explosive est exprimée en fonction de l'accroissement moyen du volume de la cavité dans le bloc de plomb. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1

26.4.4.2 *Appareillage et matériels*

Le bloc de plomb est usiné dans un barreau extrudé ou moulé de plomb de 50 ± 1 mm de diamètre, long de 70 mm, pourvu d'une cavité mesurant 25,4 mm de diamètre et 57,2 mm de long (figure 26.4.4.1). La cavité est faite avec un foret normalisé à pointe plate, pour éviter la perforation du bloc. On utilise un détonateur normalisé No 8 des États-Unis d'Amérique (voir appendice 1). Le montage A est utilisé pour les liquides, le montage B pour les matières solides (figure 26.4.4.2). Le récipient à échantillon utilisé pour le montage A est un flacon du commerce de 12 ml, mesurant 21 mm de diamètre extérieur. Le récipient à échantillon utilisé avec le montage B est un flacon du commerce de 16 ml, mesurant 24,9 mm de diamètre extérieur. Les bouchons en polyéthylène sont ceux qui sont fournis de série avec les flacons. Le tube en verre servant à positionner le détonateur dans les montages A et B est un tube de culture en pyrex. Il a un diamètre extérieur de 10 mm et mesure 75 mm de long. Un trou de 10 mm de diamètre percé au centre du bouchon de polyéthylène maintient le tube fermement. Deux joints toriques en caoutchouc (diamètre intérieur 16,5 mm, section 2,5 mm) servent à centrer le flacon dans la cavité du bloc, dans le montage A.

26.4.4.3 *Mode opératoire*

Un échantillon de 6,0 g de matière est placé dans le flacon à échantillon, qui est ensuite assemblé et introduit dans le bloc de plomb. Celui-ci est alors posé sur une surface bien ferme dans un local protégé, le détonateur est inséré dans le tube et mis à feu après qu'on a évacué le local. Le volume de la cavité du bloc de plomb est mesuré avec l'eau, à 0,2 ml près, avant et après l'essai. On procède à trois essais pour chaque matière et la matière inerte de référence, avec le même montage.

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

26.4.4.4.1 La puissance explosive de l'échantillon est exprimée en fonction de l'accroissement moyen de la cavité du bloc de plomb par rapport à la dilatation due à la matière témoin inerte.

26.4.4.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

La réponse est :

- "Réaction significative" : - Si la dilatation moyenne du bloc est égale ou supérieure à 12 cm^3 .
- "Réaction faible" : - Si la dilatation moyenne du bloc est inférieure à 12 cm^3 mais supérieure à 3 cm^3 .
- "Réaction nulle" : - Si la dilatation moyenne du bloc est égale ou inférieure à 3 cm^3 .

26.4.4.5 Exemples de résultats

Matière	Dilatation moyenne (cm³)	Réponse
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	18	Significative
Azo-2,2' bis (méthyl-2 butyronitrile)	14	Significative
Diméthyl-2,5 bis(benzoylperoxy)-2,5 hexane	9	Faible
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	31	Significative
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	10	Faible
Hydroperoxyde de tert-butyle, à 72 % au plus avec de l'eau	7	Faible
Hydroperoxyde de cumyle, à 85 % avec du cumène	5	Faible
Peroxyacétate de tert-butyle, à 75 % en solution	25	Significative
Peroxybenzoate de tert-butyle	19	Significative
Peroxyde de dibenzoyle	16	Significative
Peroxyde de di-tert-butyle	12	Significative
Peroxydicarbonate de bis(sec-butyle)	23 ^a	Significative
Peroxydicarbonate de diisopropyle	45 ^a	Significative
Peroxydicarbonate de di-n-propyle	32 ^a	Significative
Dilatation mesurée avec des matières de référence inertes dans le montage A		
Air	6	
Phtalate de diméthyle	10	
Alcool dénaturé	10,5	
Pâte constituée de 60 % de CaCO ₃ et 40 % de phtalate de diméthyle	8	
Eau	10	
Dilatation mesurée avec des matières de référence inertes dans le montage B		
Air	5,5	
Acide benzoïque	7	
Carbonate de calcium (poudre)	5	
Argile kaolin	6	

^a Exécuté à la température ambiante.

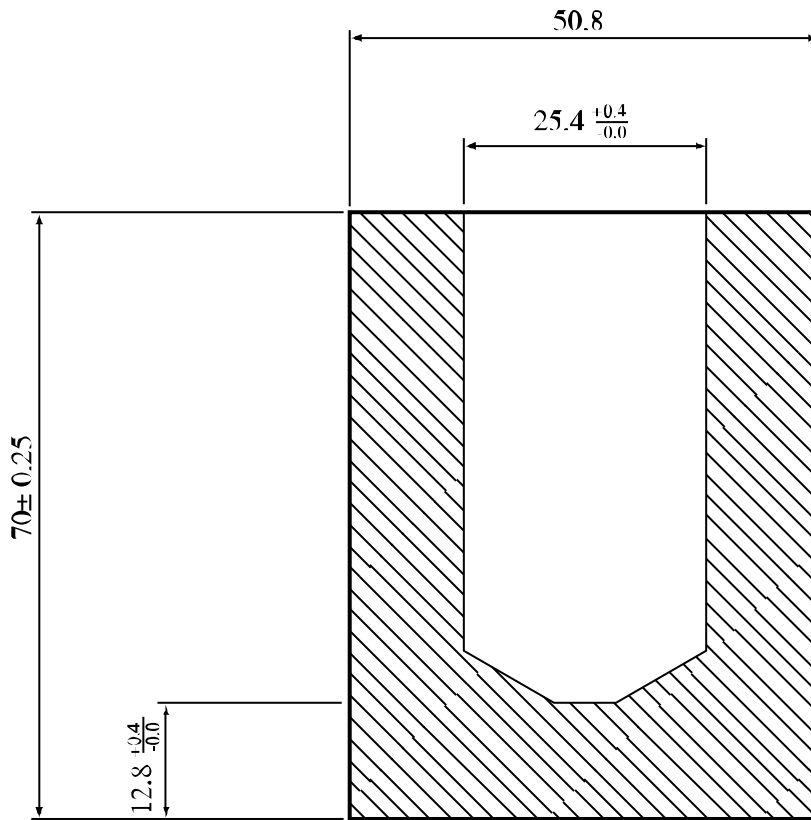
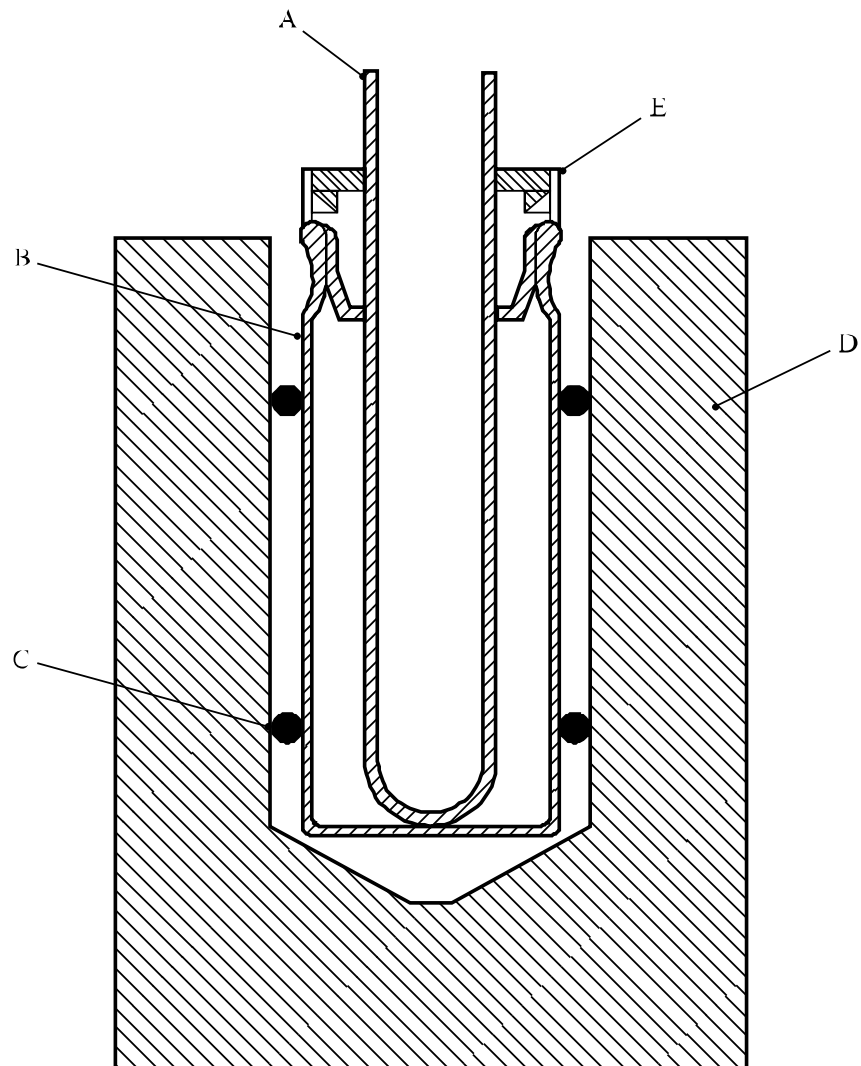


Figure 26.4.4.1 : BLOC POUR ÉPREUVE DE TRAUZL MODIFIÉE



-
- (A) Tube en verre
 - (B) Flacon en verre (12 ml montage A, 16 ml montage B)
 - (C) Joint torique (seulement montage A)
 - (D) Bloc de plomb
 - (E) Bouchon
-

Figure 26.4.4.2 : MONTAGES A ET B

26.4.5 *Épreuve F.5 : Épreuve à l'autoclave haute pression*

26.4.5.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer l'énergie spécifique d'une matière. On chauffe des quantités variables de matière en vase clos et on mesure la pression maximale obtenue pour chaque taille d'échantillon. L'énergie spécifique est fonction de l'accroissement maximal de la pression. L'épreuve permet de répondre à la question de la case 12 de la figure 20.1

26.4.5.2 *Appareillage*

L'autoclave haute pression (figure 26.4.5.1) est un récipient cylindrique en acier inoxydable d'une capacité de 96 ml, ayant une pression de fonctionnement de 150 MPa à la température de 473 K. Ce récipient est en acier inoxydable type AISI 431. Son diamètre intérieur est de 38 mm et sa hauteur intérieure de 84 mm. Dans l'autoclave est introduit un récipient intérieur (acier inoxydable type AISI 316, ayant un diamètre intérieur de 32 mm et une hauteur intérieure de 77 mm, contenant l'échantillon. Un fil résistant Ni/Cr (résistance spécifique d'environ 10 Ω/m), enroulé autour d'un tube de verre, sert de source de chaleur. Le courant constant donne une puissance de chauffe de 50-150 W. Du fait de l'utilisation d'un récipient interne, le transfert de chaleur de la matière à l'autoclave est relativement faible par rapport à ce qu'il serait en l'absence de ce récipient. L'échauffement rapide provoquera donc une réaction exothermique accompagnée d'un échauffement spontané et d'une explosion. On détermine l'évolution de la relation pression/temps. La pression est enregistrée par capteur piézoélectrique.

26.4.5.3 *Mode opératoire*

La quantité nécessaire de matière est pesée dans le récipient porte-échantillon, puis celui-ci est placé dans l'autoclave. Le serpentin de chauffe est raccordé au couvercle de l'autoclave, qui est ensuite refermé. On s'assure que tout le serpentin de chauffe se trouve complètement immergé dans la matière. Les extrémités du fil chauffant sont alors raccordées aux électrodes d'alimentation par un fil à faible résistance. L'échantillon est chauffé jusqu'à ce qu'une explosion se produise. Les essais sont exécutés normalement avec les échantillons de masses de 5, 10, 15, 20 et 25 g de matière et la pression maximale est enregistrée. Toutefois, ces quantités sont susceptibles d'être modifiées en fonction de la densité globale et de la détonabilité de la matière.

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

26.4.5.4.1 Les résultats sont évalués d'après l'énergie spécifique (F), qui est une fonction de l'accroissement maximal de la pression (P_m). Il faut connaître la masse initiale (M_o) et le volume (V) du récipient de réaction pour calculer l'énergie spécifique selon l'équation suivante :

$$V/M_o = F/P_m + C$$

où V est le volume interne de l'autoclave moins le volume de l'acier du récipient porte-échantillon intérieur;
C est une constante dans les conditions de l'épreuve;
F est déterminée par la pente du tracé V/M_o en fonction de $1/P_m$.

La puissance explosive d'une matière est uniquement fonction de la valeur de l'énergie spécifique F.

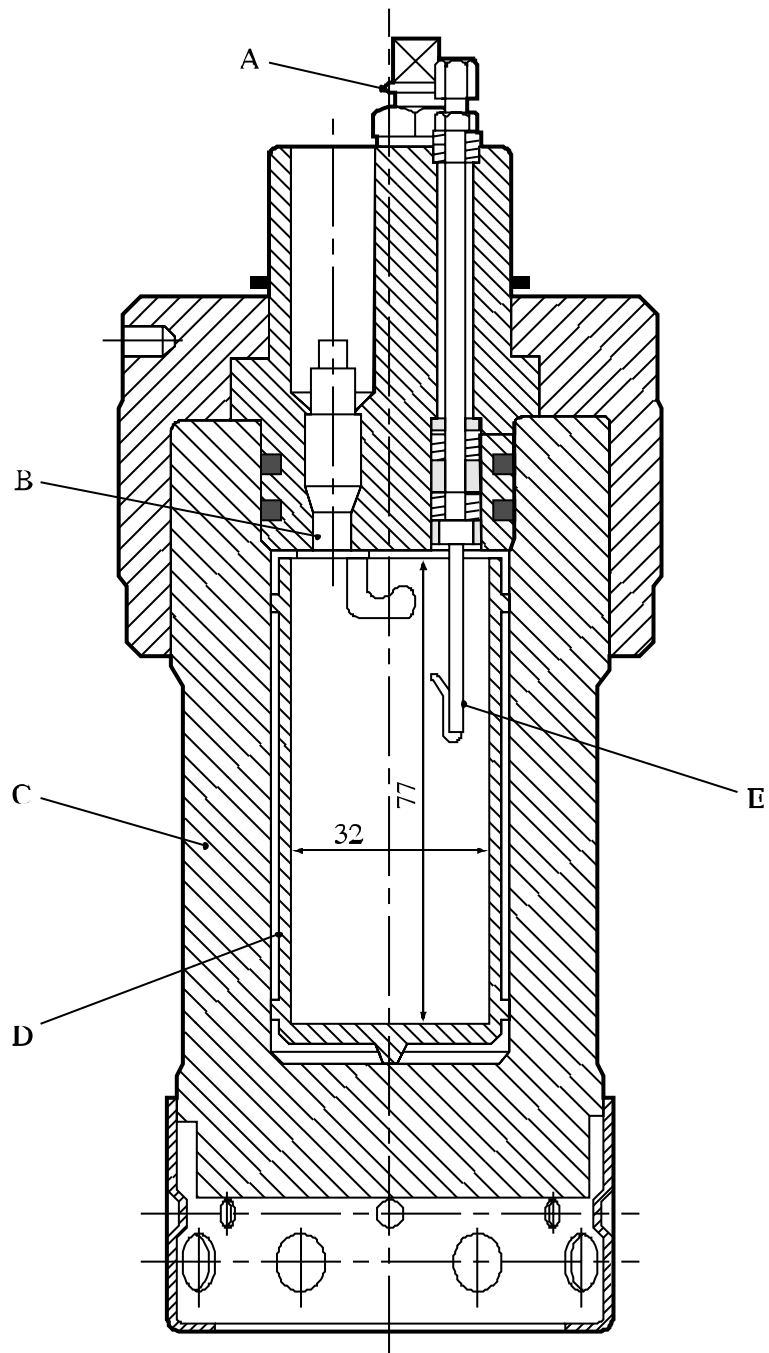
26.4.5.4.2 Critères d'évaluation des résultats

La réponse est :

- "Réaction significative" : - Si l'énergie spécifique est supérieure à 100 J/g.
- "Réaction faible" : - Si l'énergie spécifique est inférieure ou égale à 100 J/g mais supérieure ou égale à 5 J/g.
- "Réaction nulle" : - Si l'énergie spécifique est inférieure à 5 J/g.

26.4.5.5 Exemples de résultats

Matière	F(J/g)	Réponse
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	101	Significative
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	56	Faible
Hydroperoxyde de cumyle (à 80 % dans le cumène)	60	Faible
Peroxybenzoate de tert-butyle	110	Significative
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	41	Faible
Peroxyde de tert-butyle	140	Significative
Peroxyde de dicumyle à 40 % avec un solide inerte	Pas de réaction	Nulle
Peroxyde de dilauroyl	8	Faible
Peroxyde de dilauroyl, à 42 % en dispersion dans l'eau	1,3	Nulle
Peroxydicarbonate de dicétyl	Pas de réaction	Nulle



-
- (A) Soupape
 - (B) Capteur de pression
 - (C) Autoclave
 - (D) Récipient intérieur contenant l'échantillon
 - (E) Électrodes
-

Figure 26.4.5.1 : AUTOCLAVE HAUTE PRESSION

SECTION 27

ÉPREUVES DE LA SÉRIE G

27.1 Introduction

27.1.1 La série d'épreuves G comprend des essais et des critères relatifs à l'explosion sous l'effet de la chaleur d'une matière telle qu'elle est emballée pour le transport; elle permet de répondre à la question de la case 10 de la figure 20.1. L'épreuve n'est nécessaire que pour les matières qui ont présenté un effet violent pendant les essais de chauffage sous un confinement défini (série d'épreuves E).

27.2 Méthodes d'épreuve

27.2.1 À la question "Peut-il exploser tel qu'emballé pour le transport ?" (case 10 de la figure 20.1), il est répondu d'après les résultats des épreuves indiqués au tableau 27.1

Tableau 27.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE POUR LA SÉRIE D'ÉPREUVES G

Code	Nom de l'épreuve	Section
G.1	Épreuve d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis ^a	27.4.1
G.2	Épreuve de décomposition accélérée dans un colis	27.4.2

^a *Épreuve recommandée.*

27.2.2 Ces deux épreuves sont considérées comme équivalentes pour toutes les matières à l'exception des matières solides humidifiées à l'eau. Pour ces dernières, les résultats de l'épreuve G.1 auront la priorité sur ceux de l'épreuve G.2.

27.3 Conditions d'épreuve

27.3.1 La série d'épreuves G est exécutée sur des colis de matière (ne dépassant pas 50 kg) dans l'état et la forme dans lesquels ils sont préparés pour le transport.

27.3.2 *La procédure préliminaire doit être appliquée avant d'exécuter ces épreuves (voir section 20.3).*

27.4 Série G : Dispositions d'épreuve**27.4.1 Épreuve G.1 : Épreuve d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis**27.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la possibilité d'explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis. Elle permet de répondre à la question de la case 10 de la figure 20.1

27.4.1.2 *Appareillage et matériels*

27.4.1.2.1 Un emballage (ne dépassant pas le volume nécessaire pour 50 kg de matière), la matière, un dispositif de chauffage approprié (par exemple, 2 kW pour 25 kg de matière) et un appareil à mesurer la température.

27.4.1.3 *Mode opératoire*

Cette épreuve est exécutée sur des matières emballées dans l'état et la forme dans lesquels elles sont présentées pour le transport. La méthode pour obtenir l'explosion sous l'effet de la chaleur consiste à chauffer la matière de façon aussi homogène que possible à l'aide d'un serpentin de chauffage électrique placé à l'intérieur du colis. La température superficielle du serpentin chauffant ne doit pas être élevée au point de provoquer une inflammation prématurée de la matière. Il sera parfois nécessaire d'utiliser plus d'un serpentin chauffant. Le colis doit être installé sur un support, le maintenant dressé. Le chauffage est branché et la température de la matière est enregistrée en continu, la vitesse de montée en température doit être d'environ 60 °C/h. La différence de température entre le haut et le bas du colis doit être aussi petite que possible. ***Il est prudent de prévoir un système de destruction à distance du colis en cas d'avarie du chauffage.*** L'épreuve est exécutée deux fois sauf si une explosion se produit au premier essai.

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

27.4.1.4.1 On observe les signes d'explosion par fragmentation du colis soumis à l'épreuve. Les résultats obtenus sont valables seulement pour le colis éprouvé.

27.4.1.4.2 Critères d'évaluation des résultats :

- "Oui" :
- Une fragmentation de l'emballage intérieur et/ou extérieur en plus de trois morceaux (à l'exclusion des parties supérieures et inférieures de l'emballage) indique que la matière éprouvée peut provoquer l'explosion de ce colis;
- "Non" :
- L'absence de fragmentation ou une fragmentation en trois morceaux ou moins indique que la matière éprouvée n'explose pas dans le colis.

27.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Emballage	Nombre de fragments^a	Résultat
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	4G, 30 kg	NF	Non
Bis(tert-butylperoxy)-2,2 butane à 50 % en solution	3H1, 25 litres	NF	Non
Bis(tert-butylperoxy)-2,2 butane à 50 % en solution	6HG2, 30 litres	NF	Non
Carbonate d'isopropyle et de peroxy tert-butyle	1B1, 25 litres	> 80	Oui
Carbonate d'isopropyle et de peroxy tert-butyle	6HG2, 30 litres	> 20	Oui
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	1B1, 25 litres	> 5	Oui
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	6HG2, 30 litres	NF	Non
Peroxyde de dibenzoyl à 75 % avec de l'eau	4G, 25 kg	NF	Non
Peroxybenzoate de tert-butyle	1B1, 25 litres	> 30	Oui
Peroxybenzoate de tert-butyle	6HG2, 30 litres	NF	Non
Peroxy-pivalate de tert-butyle à 75 % en solution	6HG2, 30 litres	NF	Non

^a *NF = non fragmenté.*

27.4.2 Épreuve G.2 : Épreuve de décomposition accélérée dans un colis27.4.2.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la possibilité d'une explosion sous l'effet de la chaleur dans un colis. Elle permet de répondre à la question de la case 10 de la figure 20.1.

27.4.2.2 *Appareillage et matériels*

L'appareillage nécessaire pour cette épreuve (figure 27.4.2.1) est une chambre d'épreuve du type couramment utilisé pour déterminer la TDAA et correspond à la description de l'épreuve H.1 de la section 28.

27.4.2.3 *Mode opératoire*

L'épreuve est exécutée comme indiqué dans l'épreuve H.1 de la section 28. La température de la chambre d'épreuve peut être approximativement de 10 °C au-dessus de la TDAA, si cette dernière est connue. La chambre d'épreuve pour la TDAA est conçue de façon à éliminer rapidement toute surpression importante qui serait produite pendant la décomposition d'un échantillon. Les couvercles de la chambre d'essai sont simplement posés et ne tiennent en place que par la force de gravité.

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

27.4.2.4.1 L'état de l'échantillon, de l'emballage, de la chambre d'épreuve et de l'environnement immédiat offrent une excellente mesure de la réaction de décomposition du produit/colis dans la configuration soumise à l'épreuve.

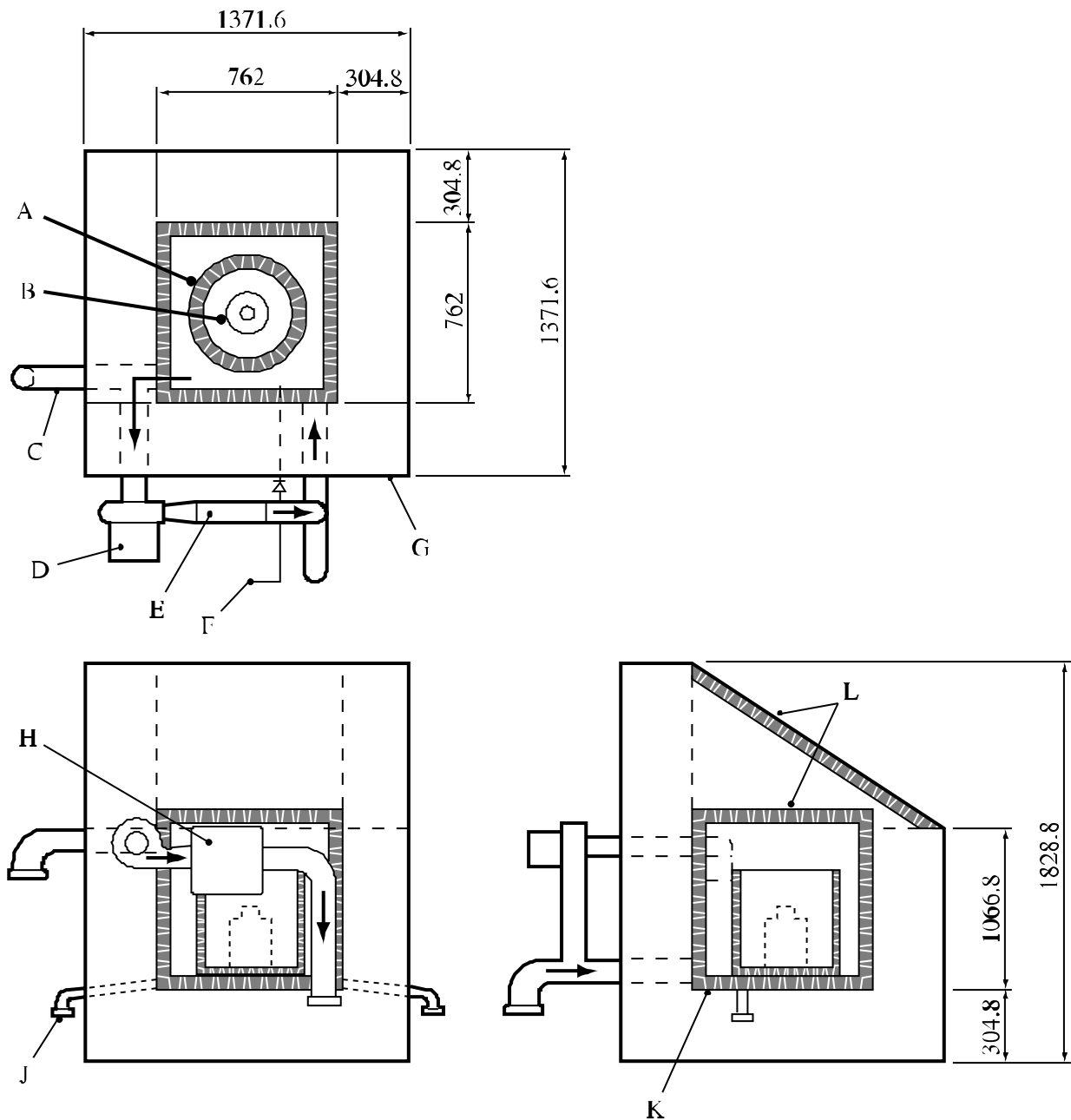
27.4.2.4.2 Les critères d'épreuve sont donnés par l'état de la chambre d'épreuve, du colis et l'éventualité d'une explosion; ils sont les suivants :

"Oui" : - Dislocation importante de l'intérieur de la chambre d'épreuve. Le couvercle extérieur a parfois été expulsé et projeté à au moins deux mètres de distance - indice d'une pression interne appréciable. L'emballage a été gravement endommagé et s'est brisé en au moins trois fragments.

"Non" : - Dislocation légère à nulle de la chambre d'épreuve. Son couvercle extérieur a éventuellement été soulevé mais non projeté à plus de deux mètres. Le colis est souvent disloqué et endommagé, par exemple : bouteille fendue ou carton déchiré.

27.4.2.5 *Exemples de résultats*

Matière	Emballage	Résultat
Carbonate d'isopropyle et de peroxy tert-butyle (75 % en solution)	6HG2, 20 litres	Non
Diméthyl-2,5 bis(tert-butylperoxy)-2,5 hexyne-3	6HG2, 20 litres	Oui
Éthyl-2 peroxyhexanoate de tert-butyle	6HG2, 20 litres	Non
Peroxyacétate de tert-butyle (75 % en solution)	6HG2, 20 litres	Oui
Peroxybenzoate de tert-butyle	6HG2, 20 litres	Non
Peroxyde de dibenzoyle	4G, 0,454 kg	Oui
Peroxyphthalate de tert-butyle (75 % en solution)	6HG2, 20 litres	Non



- | | | | |
|-----|---------------------------|-----|---------------------|
| (A) | Récepteur d'épreuve | (B) | Emballage d'épreuve |
| (C) | Conduit d'air | (D) | Ventilateur |
| (E) | Air à chaud | (F) | Dioxyde de carbone |
| (G) | Cadre | (H) | Chauffage |
| (J) | Tuyauteries avec capsules | (K) | Isolation |
| (L) | Couvercles isolés | | |

Figure 27.4.2.1 : ÉPREUVE DE DÉCOMPOSITION ACCÉLÉRÉE DANS UN COLIS

SECTION 28

ÉPREUVES DE LA SÉRIE H

28.1 Introduction

Cette série d'épreuves comprend des méthodes permettant de déterminer la TDAA (température de décomposition auto-accélérée ou point de décomposition exothermique). La TDAA est définie comme la température minimale à laquelle la décomposition auto-accélérée d'une matière peut se produire dans l'emballage utilisé pour le transport. La TDAA est une mesure de l'effet combiné de la température ambiante, de la cinétique de la décomposition, des dimensions du colis et des propriétés de transfert de la chaleur, de la matière et de son emballage. Pour faciliter l'interprétation des résultats, il est possible d'utiliser des modèles dans lesquels la principale résistance au transfert de chaleur est la suivante :

- a) À la périphérie, c'est-à-dire au niveau de l'emballage (modèle de Semenov);
- b) À l'intérieur de la matière (modèle de Frank-Kamenskii); ou
- c) Effet combiné de ces deux modèles (modèle de Thomas).

Ce texte devrait être utilisé conjointement avec les prescriptions applicables à la régulation de la température qui figurent à la sous-section 2.5.3.4 du Règlement type.

Références : *N.N. Semenov, Z. Physik, 48, 1928, 571.*
D.A. Frank-Kamenskii, Zhur, Fiz. Khim., 13, 1939, 738.
P.H. Thomas, Trans. Faraday Soc., 54, 1958, 60."

28.2 Méthodes d'épreuve

28.2.1 La série H comprend des épreuves et des critères concernant la stabilité thermique des matières aux températures de transport ou relatifs aux résultats permettant de déterminer si une matière répond à la définition d'une matière autoréactive.

28.2.2 Chaque épreuve comporte soit le stockage à une température externe constante et l'observation de toute réaction se produisant, soit le stockage dans des conditions quasi-adiabatiques et la mesure du taux de dégagement de chaleur en fonction de la température. Le tableau 28.1 présente les méthodes d'épreuve de la série H. Chacune des méthodes énumérées est utilisable pour les matières solides, les liquides, les matières pâteuses et les dispersions.

Tableau 28.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE H

Code	Nom de l'épreuve	Section
H.1	Épreuve TDAA des États-Unis ^a	28.4.1
H.2	Épreuve de stockage adiabatique (ESA) ^b	28.4.2
H.3	Épreuve de stockage isotherme (ESI)	28.4.3
H.4	Épreuve de stockage avec accumulation de chaleur ^c	28.4.4

^a Épreuve recommandée pour les matières transportées sous emballage.

^b Épreuve recommandée pour les matières transportées sous emballage, en GRV ou en citernes.

^c Épreuve recommandée pour les matières transportées sous emballage, en GRV ou en petites citernes.

La liste d'épreuves n'est pas exhaustive; on peut utiliser d'autres épreuves à condition que leurs résultats donnent la TDAA juste de la matière telle qu'emballée pour le transport.

28.2.3 En cas de besoin (TDAA ≤ 50 °C pour les peroxydes organiques, TDAA ≤ 55 °C pour les matières autoréactives), le tableau 28.2 permet de déduire de la TDAA, la température de régulation et la température critique.

Tableau 28.2 : DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE DE RÉGULATION ET DE LA TEMPÉRATURE CRITIQUE

Type de récipient	TDAA ^a	Température de régulation	Température critique
Emballages individuels et GRV	≤ 20 °C	20 °C au-dessous de la TDAA	10 °C au-dessous de la TDAA
	> 20 °C; ≤ 35 °C	15 °C au-dessous de la TDAA	10 °C au-dessous de la TDAA
	> 35 °C	10 °C au-dessous de la TDAA	5 °C au-dessous de la TDAA
Conteneurs citernes	< 50 °C	10 °C au-dessous de la TDAA	5 °C au-dessous de la TDAA

^a On entend par là, la température de décomposition exothermique dans l'emballage utilisé pour le transport.

28.2.4 Quand on soumet à épreuve une matière pour déterminer s'il s'agit d'une matière autoréactive de la division 4.1, il faut exécuter une épreuve de la série H afin de déterminer si sa TDAA serait égale ou inférieure à 75 °C en cas de transport dans un colis de 50 kg.

28.2.5 Normalement, les résultats obtenus pour les grands colis du commerce s'appliquent aux emballages plus petits de conception et de construction similaires à condition que le transfert de chaleur par unité de masse ne soit pas inférieur à celui correspondant au plus grand colis.

28.3 Conditions d'épreuve

28.3.1 La procédure préliminaire (voir section 20.3) doit être appliquée et l'effet du chauffage sous confinement (série d'épreuves E) est à déterminer avant d'exécuter les épreuves de TDAA. ***Des précautions de sécurité sont à prendre en prévision du risque d'une défaillance catastrophique du récipient d'épreuve et du danger découlant de l'inflammation des mélanges combustible secondaire-air ainsi que du dégagement de produits de combustion toxiques. Les matières susceptibles de détoner ne doivent être éprouvées qu'avec des précautions spéciales.***

28.3.2 L'épreuve choisie doit être exécutée d'une manière qui soit représentative du colis à transporter, aussi bien par la dimension que par le matériau qui le constitue. Pour le transport dans des emballages métalliques, des GRV ou des citernes, il pourrait être nécessaire d'inclure une quantité représentative du métal de l'échantillon mis à l'épreuve, c'est-à-dire représentative du (des) métal (aux) et de la surface de contact.

28.3.3 ***Un soin particulier devrait être pris dans le cas d'échantillons qui ont été mis à l'épreuve depuis que pourraient être intervenus des changements de nature à rendre la matière plus instable et plus vulnérable. Les échantillons mis à l'épreuve doivent être détruits aussi rapidement que possible après l'épreuve.***

28.3.4 Les échantillons qui ont été mis à l'épreuve à une température déterminée et sont en apparence intacts peuvent être utilisés à nouveau uniquement à des fins de sélection à condition qu'il en soit pris un soin particulier. De nouveaux échantillons doivent être utilisés pour déterminer la TDAA avec précision.

28.3.5 Si l'épreuve ne porte pas sur le colis complet, les données relatives aux pertes de chaleur utilisées pour déterminer la TDAA doivent être représentatives de l'emballage, du GRV ou de la citerne présentés au transport. La perte de chaleur par unité de masse d'emballage, de GRV ou de citerne peut être déterminée par le calcul (en fonction de la quantité de matière, des dimensions du colis, du transfert de chaleur dans la matière et du transfert de chaleur à travers l'emballage vers l'environnement) ou en mesurant

le temps de demi-refroidissement du colis rempli de la matière à éprouver ou d'une autre matière douée de propriétés physiques comparables. La perte de chaleur par unité de masse, $L(W/kg.K)$, peut être calculée d'après le temps de demi-refroidissement, $t_{1/2}$ (s), et la chaleur spécifique, C_p (J/kg.K), de la matière, au moyen de la relation :

$$L = \ln 2 \times C_p / t_{1/2}.$$

28.3.6 Le temps de demi-refroidissement peut être déterminé en mesurant le temps qui s'écoule pour que l'écart de température entre l'échantillon et son environnement diminue de moitié. Par exemple, pour les liquides, l'emballage peut être rempli au moyen de phtalate de dibutyle ou de phtalate de diméthyle chauffé à environ 80 °C. Il ne faut pas utiliser de l'eau car des résultats irréguliers peuvent être obtenus par évaporation/condensation. La chute de température est mesurée au centre du colis pour toute la gamme de températures qui comprend la TDAA escomptée. Pour établir une échelle, il pourrait être nécessaire de mesurer en continu la température de la matière et du voisinage avant d'utiliser une régression linéaire pour calculer les coefficients de l'équation ci-après :

$$\ln\{T - T_a\} = c_0 + c \cdot t$$

dans laquelle : T = température de la matière (°C);
 T_a = température ambiante (°C);
 c_0 = \ln {température initiale de la matière - température ambiante initiale}; et
 c = L/C_p ;
 t = temps (s).

28.3.7 Le tableau 28.3 contient des exemples des caractéristiques de perte de chaleur pour certains colis types. La valeur réelle obtenue dépend de la forme, de l'épaisseur, du revêtement de surface, etc. de l'emballage.

Tableau 28.3 : PERTE DE CHALEUR PAR UNITÉ DE MASSE DES COLIS, GRV ET CITERNES

Type de récipient	Capacité nominale (en litres)	Remplissage	Perte de chaleur par unité de masse (L) (mW/K.kg)
<u>Pour les liquides :</u>			
1A1	50	47,5 kg DMP ^a	63
1H1	50	47,5 kg DMP	94
1H1	200	200 kg eau	56
3H1 (noir)	60	47,5 kg DMP	105
6HG2	30	35,0 kg DMP	69
GRV 31 HA1	500	500 kg eau	51
Citerne	3 400	3 400 kg eau	18 ^b
Conteneur-citerne (calorifugé)	20 000	14 150 kg isododecane	1,7
<u>Pour les solides :</u>			
1G	38	28,0 kg DCHP ^c	35
1G	50	37,0 kg DCHP	29
1G	110	85,0 kg DCHP	22
4G	50	32,0 kg DCHP	27

^a DMP = Phtalate de diméthyle.

^b Chiffre calculé en utilisant un coefficient de transfert de chaleur de 5 W/m².K.

^c Phtalate de dicyclohexyle (solide).

28.4 Série H : Dispositions d'épreuve

28.4.1 Épreuve H.1 Épreuve TDAA des États-Unis

28.4.1.1 *Introduction*

Cette méthode vise à déterminer la température constante minimale de l'air ambiant à laquelle la décomposition auto-accélérée d'une matière se produit dans un colis donné. La méthode est applicable aux colis d'une contenance jusqu'à 220 litres. Une indication du risque d'explosion par suite de la décomposition peut aussi être obtenue.

28.4.1.2 *Appareillage et matériels*

28.4.1.2.1 La matière et l'emballage soumis à l'épreuve doivent être représentatifs de ceux destinés à un usage commercial. L'emballage constitue un élément essentiel de l'épreuve.

28.4.1.2.2 L'appareillage est constitué par une chambre d'épreuve pourvue de dispositifs permettant de maintenir une température uniforme de l'air ambiant autour du colis soumis à l'épreuve pendant une durée de 10 jours au moins.

28.4.1.2.3 La construction de la chambre d'épreuve doit être telle que :

- a) Son isolation soit efficace;
- b) Une circulation d'air réglée par thermostat soit assurée afin de maintenir l'uniformité de la température de l'air à ± 2 °C de la température voulue; et
- c) La distance minimale entre les côtés de l'emballage et la paroi soit de 100 mm.

On peut utiliser tout type d'étuve, à condition que celle-ci puisse répondre aux critères de régulation de la température et ne provoque pas l'inflammation des produits de décomposition éventuels. Les paragraphes 28.4.1.2.4 et 28.4.1.2.5 donnent des exemples d'étuve convenant, respectivement, aux petits colis et aux grands colis.

28.4.1.2.4 On peut construire une étuve pour petits colis à partir d'un fût en acier de 220 litres à dessus amovible. On peut y loger sans difficulté des colis d'un volume jusqu'à 25 litres. La figure 28.4.1.1 donne le schéma détaillé de ce modèle. Des emballages plus grands peuvent y être essayés, à condition qu'il subsiste un espace de 100 mm entre le colis et la paroi de l'étuve.

28.4.1.2.5 Pour les grands colis on peut construire une étuve consommable faite d'un bâti cubique de 1,2 m de côté en bois de 50 × 100 mm de section. On revêt ce bâti à l'intérieur et à l'extérieur de contre-plaqué imperméable de 6 mm d'épaisseur et, sur toute la surface extérieure, d'un tapis de laine de verre de 100 mm d'épaisseur. La figure 28.4.1.2 en donne le schéma de construction. Une des parois est montée sur charnières pour permettre le chargement et le déchargement des fûts soumis à l'épreuve. Sur le fond, des bois de 50 × 100 mm sont posés sur tranche, à 200 mm d'entraxe, pour maintenir le récipient soumis à l'épreuve au-dessus du fond et permettre ainsi une circulation d'air entre les deux. Les tasseaux sont orientés perpendiculairement à la porte pour permettre la manutention des fûts par chariots à fourche. Le ventilateur de circulation de l'air doit être installé sur la paroi opposée à la porte. L'aspiration doit se faire dans un des angles supérieurs de l'étuve et le refoulement dans l'angle diagonalement opposé. Un dispositif de chauffage électrique de 2,5 kW suffit pour le chauffage de l'air. Des thermocouples doivent être installés dans la conduite d'aspiration et la conduite de retour d'air ainsi qu'en haut, au centre et en bas de l'étuve. Pour les matières dont la TDAA est inférieure à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée dans une chambre de refroidissement ou de l'anhydride carbonique solide doit être utilisée pour refroidir l'étuve.

28.4.1.2.6 Le colis peut être pourvu d'un conduit thermique qui positionne le thermocouple en son point central. Le conduit thermique peut être fait en verre, en acier inoxydable ou en tout autre matériau, mais son introduction ne doit pas réduire la résistance du colis ou l'aptitude de ventilation.

28.4.1.2.7 Il est nécessaire de prévoir le matériel voulu pour mesurer et enregistrer en continu la température, en veillant à le protéger des risques d'incendie et d'explosion.

28.4.1.2.8 ***Les épreuves doivent être exécutées dans un endroit qui offre une protection suffisante contre les risques d'incendie et d'explosion, ainsi que contre les fumées toxiques. Une distance de sécurité par rapport à la voie publique et aux bâtiments occupés, par exemple 90 m, est recommandée. En cas de fumées toxiques, de plus grandes distances de sécurité peuvent être exigées.***

28.4.1.3 *Mode opératoire*

28.4.1.3.1 Le colis est pesé. Un thermocouple est inséré dans le colis soumis à l'épreuve de manière telle qu'on puisse suivre la température au centre de l'échantillon. Si l'étuve doit être à une température inférieure à la température ambiante, mettre l'étuve en marche et refroidir l'intérieur de l'étuve jusqu'à la température voulue avant d'introduire le colis dans l'étuve. Si la température de l'étuve doit être égale ou supérieure à la température ambiante, l'étuve est mise en marche après y avoir introduit le colis, à la température ambiante. Il doit y avoir une distance minimale de 100 mm entre le colis et les côtés de l'étuve.

28.4.1.3.2 L'échantillon est chauffé et les températures de l'échantillon et de la chambre d'épreuve sont contrôlées en permanence. Le moment auquel la température de l'échantillon atteint une température de 2 °C en dessous de la température de la chambre d'épreuve est noté. L'épreuve est alors poursuivie pendant sept jours ou jusqu'à ce que la température de l'échantillon dépasse de 6 °C ou plus la température de la chambre d'épreuve si ce dépassement de température survient plus tôt. Noter le temps qu'il a fallu pour que l'échantillon passe de la température de 2 °C en dessous de la température de la chambre d'épreuve à sa température maximale.

28.4.1.3.3 À la fin de l'épreuve, refroidir l'échantillon et l'extraire de la chambre d'épreuve. Noter la variation de la température avec le temps. Si le colis est intact, noter la perte de masse en pourcentage et déterminer tout changement de composition. Éliminer l'échantillon le plus tôt possible.

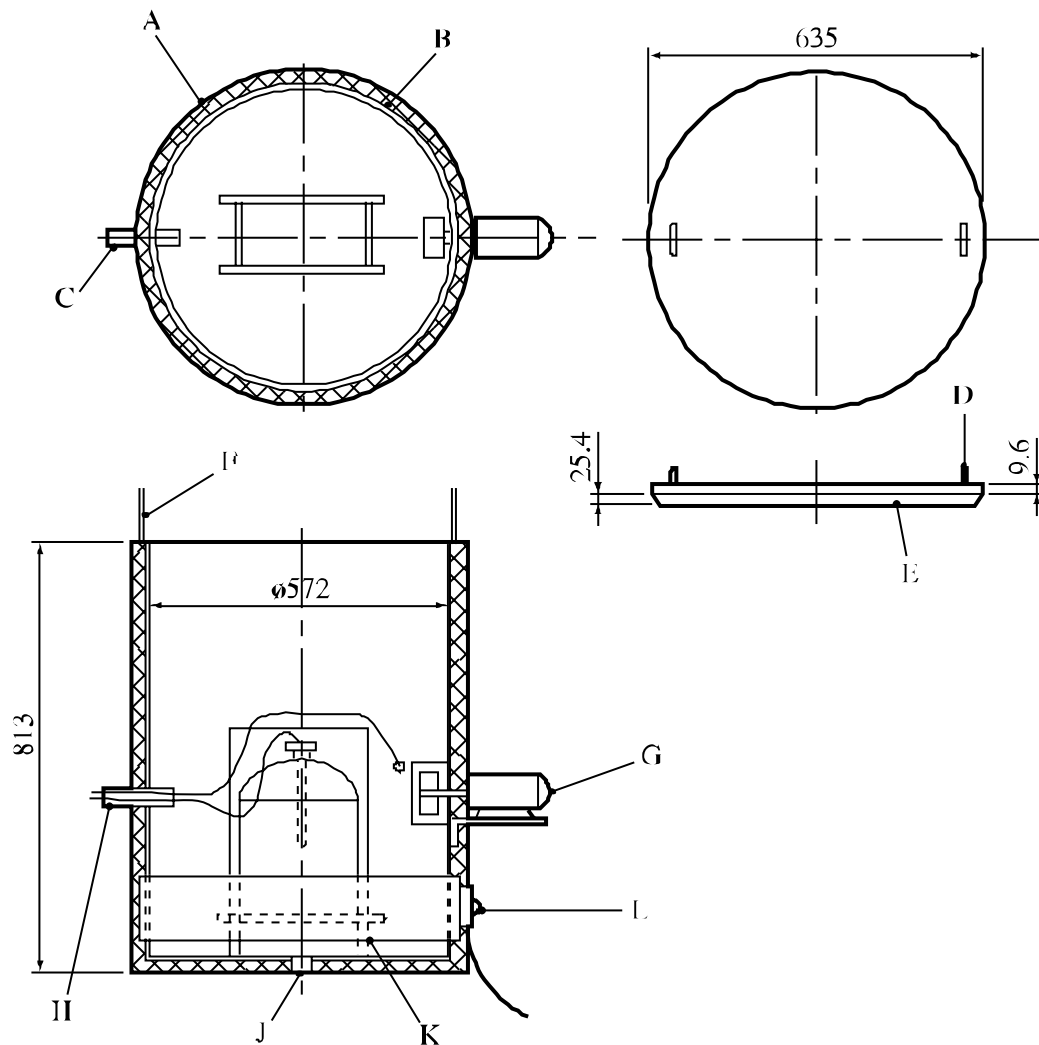
28.4.1.3.4 Si la température de l'échantillon ne dépasse pas la température du four de 6 °C ou plus, répéter l'épreuve à une température plus élevée de 5 °C. La température de décomposition auto-accélérée (TDAA) est définie comme la température la plus basse de l'étuve à laquelle la température de l'échantillon dépasse la température de l'étuve de 6 °C ou plus. Quand l'épreuve vise à établir si la matière doit faire l'objet d'une régulation de température, exécuter un nombre suffisant d'épreuves pour déterminer la TDAA au multiple de 5 °C le plus proche ou pour constater si la TDAA est égale ou supérieure à 60 °C. Quand l'épreuve a pour but de vérifier si la matière répond au critère TDAA d'une matière autoréactive, exécuter suffisamment d'épreuves pour déterminer si la TDAA pour un colis de 50 kg est égale ou inférieure à 75 °C.

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

28.4.1.4.1 La TDAA à retenir est la température la plus basse à laquelle l'échantillon dépasse la température de l'étuve de 6 °C ou plus. Si la température de l'échantillon ne dépasse dans aucun essai la température de l'étuve de 6 °C ou plus, on considère que la TDAA est supérieure à la température la plus élevée utilisée dans l'étuve.

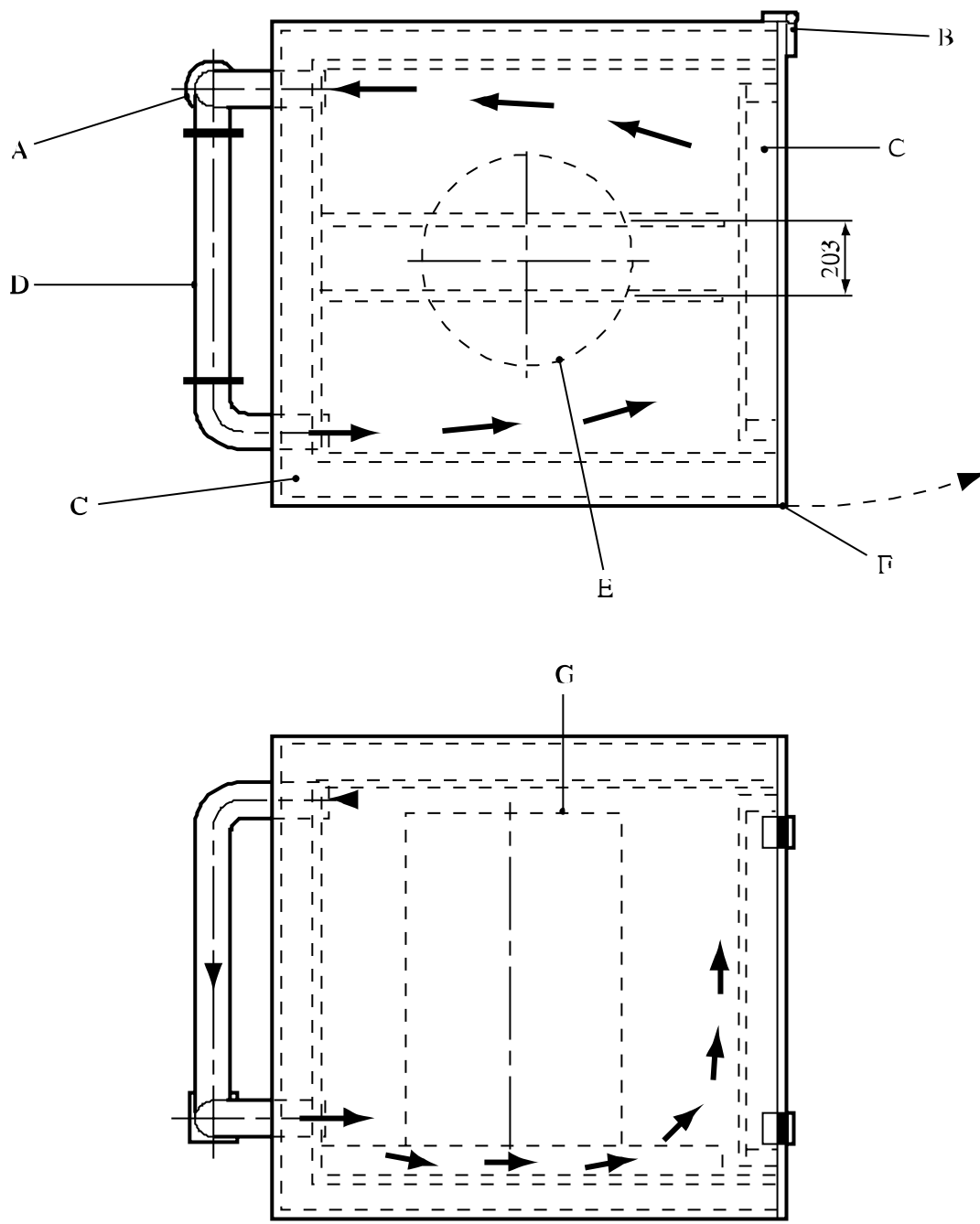
28.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Masse de l'échantillon (kg)	Emballage	TDAA (°C)
Peroxybenzoate de tert-amyle	18,2	6HG2, 22,8 litres	65
Peroxyacétate de tert-butyle (à 60 %)	7,2	6HG2, 22,8 litres	75
Peroxyde de dibenzoyl	0,45	1G	70
Peroxydicarbonate de bis (tert-butyl-4 cyclohexyle)	43	1G	40
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium (à 66 %)	30	1G, 50 litres	50
Chlorure double de zinc et de (N-éthoxycarbonyl-N-phénylamino)-2 méthoxy-3 (N-méthyl-N-cyclohexylamino)-4 benzènediazonium (à 62 %)	10	6HG1, 25 litres	50



(A)	Isolation de 25 mm	(B)	Fût de 220 litres à ouverture totale
(C)	Tuyau de 19 mm	(D)	Boulon de 9,6 mm à clavette, sur le couvercle en acier
(E)	Isolation du couvercle en acier	(F)	Câble de 3 mm
(G)	Ventilateur	(H)	Thermocouples et câbles de commande
(J)	Orifice d'écoulement	(K)	Embase de 25 mm
(L)	Chauffage du fût, 2 kW		

Figure 28.4.1.1 : ÉTUVE POUR PETIT COLIS



- | | | | |
|-----|---|-----|-------------------------|
| (A) | Ventilateur | (B) | Charnières (2) |
| (C) | Isolation | (D) | Dispositif de chauffage |
| (E) | Fût | (F) | Loquet |
| (G) | Fût (mesurant par exemple
0,58 m × 0,89 m) | | |

Figure 28.4.1.2 : ÉTUVE POUR GRAND COLIS (vue en plan et en élévation)

28.4.2 *Épreuve H.2 : Épreuve de stockage adiabatique*

28.4.2.1 *Introduction*

28.4.2.1.1 Cette méthode d'épreuve vise à déterminer le taux de production de chaleur par une matière sujette à réaction en fonction de la température. Les paramètres de la production de chaleur et les données sur le transfert de chaleur concernant l'emballage permettent de calculer la TDAA d'une matière dans son emballage. Cette méthode convient pour n'importe quel type d'emballage, y compris les GRV et les citernes.

28.4.2.1.2 Des mesures peuvent être faites entre -20 °C et 220 °C. La plus faible augmentation de température détectable correspond à une production de chaleur de 15 mW/kg. La limite supérieure est déterminée par la capacité du serpentin refroidisseur de refroidir la matière en toute sécurité (jusqu'à 500 W/kg si l'on utilise l'eau comme agent de refroidissement). L'épreuve n'est pas parfaitement adiabatique, mais les pertes de chaleur représentent moins de 10 mW. L'erreur maximale est d'au moins 30 % à 15 mW/kg et de 10 % de 100 mW/kg à 10 W/kg.

28.4.2.1.3 Si le dispositif refroidisseur n'est mis en action qu'au stade où la production de chaleur dépasse sa capacité de refroidissement, il peut y avoir explosion. ***C'est pourquoi on doit choisir le lieu des épreuves avec soin pour réduire au minimum les risques éventuels d'explosion, ainsi que ceux d'une explosion ultérieure de gaz des produits de décomposition (explosion secondaire).***

28.4.2.2 *Appareillage et matériels*

28.4.2.2.1 L'appareillage consiste en un vase de Dewar (1 ou 1,5 litre) pour contenir l'échantillon, une étuve avec système de réglage différentiel pour y maintenir la température à 0,1 °C près de celle de l'échantillon et un couvercle inerte pour le Dewar. Dans des cas spéciaux, on peut être amené à utiliser des porte-échantillons faits d'autres matériaux. Un serpentin chauffant et un tube de refroidissement inertes traversent le couvercle et plongent dans l'échantillon. Pour prévenir l'accroissement de pression dans le vase de Dewar, on munit celui-ci d'un tube capillaire en PTFE de 2 m de long, qui traverse le couvercle isolé. Un dispositif de chauffage à puissance constante est utilisé pour le chauffage interne de la matière jusqu'à une température préréglée, où à des fins d'étalonnage. Le chauffage et le refroidissement interne peuvent être arrêtés ou démarrés automatiquement, à des températures préréglées. Outre le système de refroidissement, on prévoit un dispositif de sécurité secondaire, qui coupe l'alimentation de l'étuve à une température préréglée. La figure 28.4.2.1 présente le schéma de l'appareil pour l'épreuve de stockage adiabatique.

28.4.2.2.2 La température de la matière est mesurée en son centre au moyen de thermocouples ou de capteurs à résistance en platine placés dans un tube en acier ou en verre. La température de l'air ambiant est mesurée à la même hauteur que la température de l'échantillon, également à l'aide de thermocouples ou de capteurs à résistance en platine. Un appareillage de mesure et d'enregistrement continu de la température est nécessaire pour l'observation des températures de la matière et de l'air dans l'étuve. Ce matériel doit être protégé du risque d'incendie et d'explosion. Pour les matières dont la TDAA est inférieure à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée dans une chambre de refroidissement ou de l'anhydride carbonique solide doit être utilisé pour refroidir l'étuve.

28.4.2.3 *Mode opératoire*

28.4.2.3.1 *Étalonnage*

Procéder comme suit :

- a) Remplir le vase de Dewar de chlorure de sodium ou d'une huile appropriée et le placer dans le porte-vase de l'étuve utilisée pour l'épreuve de stockage adiabatique;
- b) Chauffer l'échantillon par paliers de 20 °C au moyen du chauffage interne à puissance connue et constante, par exemple 0,333 W ou 1,000 W, et déterminer les pertes de chaleur à 40 °C, 60 °C, 80 °C et 100 °C;

- c) Utiliser les données obtenues pour déterminer la capacité calorifique du vase de Dewar en suivant la méthode décrite au paragraphe 28.4.2.4.

28.4.2.3.2 Épreuve

Procéder comme suit :

- a) Remplir le Dewar avec l'échantillon pesé, ajouter une quantité représentative de matériau d'emballage (s'il est métallique) et placer le vase dans le porte-vase de l'étuve utilisée pour l'épreuve;
- b) Mettre en marche la mesure de la température et ensuite porter la température de l'échantillon, au moyen du chauffage interne, à une température préétablie à laquelle il peut y avoir un auto-échauffement détectable. L'élévation de la température, la durée de chauffage et la puissance de chauffage permettent de calculer la chaleur spécifique de la matière;
- c) Arrêter le chauffage interne et observer la température. Si aucune augmentation de température par échauffement spontané n'est constatée dans un délai de 24 h, augmenter la température initiale de 5 °C. Répéter ces opérations jusqu'à ce qu'un auto-échauffement soit détecté;
- d) Dès qu'un auto-échauffement est détecté, laisser l'échantillon s'échauffer dans des conditions adiabatiques jusqu'à une température préétablie où le taux de production de chaleur reste inférieur à la capacité de refroidissement, température à laquelle le refroidissement est enclenché;
- e) Après refroidissement, déterminer la perte éventuelle de masse et, au besoin, le changement de composition.

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

28.4.2.4.1 Calculer le taux des pertes de chaleur A (en °C/h) du Dewar aux différentes températures utilisées lors de l'étalonnage. Établir un diagramme des valeurs obtenues afin de déterminer le taux des pertes de chaleur à une température quelconque.

28.4.2.4.2 Calculer la capacité calorifique H (en J/°C) du Dewar à l'aide de la relation ci-après :

$$H = \frac{3600 \times E_1}{A + B} - M_1 \times Cp_1$$

- où
- E_1 = puissance énergétique appliquée à l'appareil de chauffe interne (W)
- A = taux des pertes de chaleur à la température de calcul (°C/h)
- B = pente de la courbe de chauffage interne (matière d'étalonnage) à la température de calcul (°C/h)
- M_1 = masse de la matière d'étalonnage (kg)
- Cp_1 = chaleur spécifique de la matière d'étalonnage (J/kg.°C)

28.4.2.4.3 Déterminer la perte de chaleur K(W) à l'aide de la formule suivante :

$$K = A \times \frac{H + M_1 \times Cp_1}{3600}$$

à chaque température souhaitée et établir la courbe des valeurs ainsi obtenues.

28.4.2.4.4 Calculer la chaleur spécifique de la matière Cp_2 (en J/kg.°C) au moyen de la formule suivante :

$$Cp_2 = \frac{3600 \times (E_2 + K)}{C \times M_2} - \frac{H}{M_2}$$

où E_2 = puissance appliquée à l'appareil de chauffage interne (W)
 C = pente de la courbe de chauffage interne (échantillon) à la température de calcul (°C/h)
 M_2 = masse de l'échantillon (kg)

28.4.2.4.5 Calculer la production de chaleur Q_T (W/kg) de la matière à des intervalles de 5 °C au moyen de la formule suivante, pour chaque température :

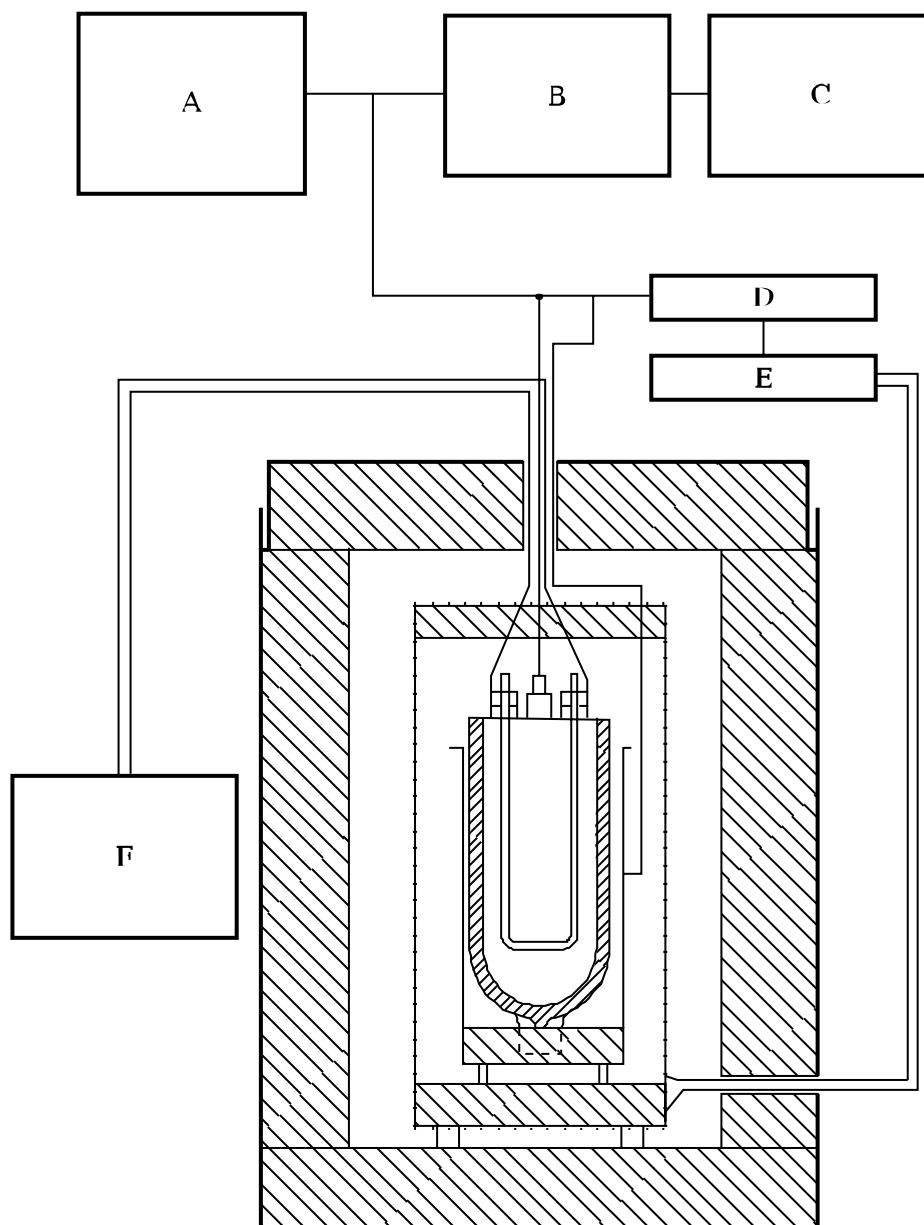
$$Q_T = \frac{(M_2 \times Cp_2 + H) \times \frac{D}{3600} - K}{M_2}$$

où D = pente de la courbe d'échauffement spontané à la température de calcul (°C/h)

28.4.2.4.6 Reporter les taux de production de chaleur calculés par unité de masse en fonction de la température sur un diagramme à échelles linéaires et tracer la courbe la mieux ajustée entre les points. Déterminer les pertes de chaleur par unité de masse L (W/kg.°C) de l'emballage, du GRV ou de la citerne soumis à l'épreuve (voir 28.3.5). Tracer sur le diagramme mentionné une ligne droite de pente L tangente à la courbe de production de chaleur. L'intersection de la ligne droite et de l'axe des abscisses représente la température ambiante critique, c'est-à-dire la température la plus élevée à laquelle le produit tel qu'il est emballé ne manifeste pas de décomposition auto-accelérée. La TDAA est donnée par la température ambiante critique, en °C, arrondie au multiple de 5 °C le plus proche par valeur supérieure. Un exemple est donné à la figure 28.4.2.2.

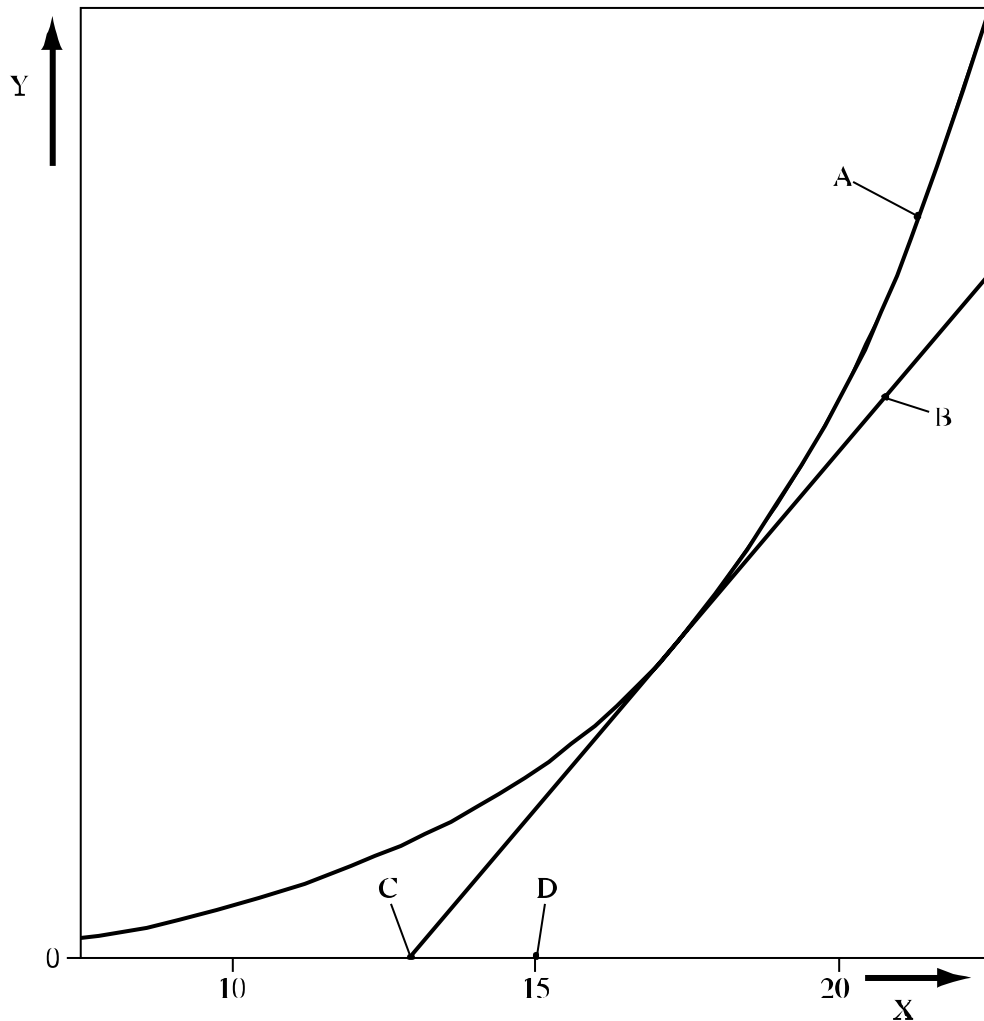
28.4.2.5 Exemples de résultats

Matière	Masse (kg)	Emballage	Pertes de chaleur par unité de masse (mW/kg.K)	TDAA (°C)
Azodicarbonamide	30	1G	100	> 75
Peroxybenzoate de tert-butyle	25	6HG2	70	55
Peroxy-2-éthylhexanoate de tert-butyle	25	6HG2	70	40
Peroxy-pivalate de tert-butyle	25	6HG2	70	25



-
- (A) Enregistreur de données multipoints et régulateur de température (10 mV)
 - (B) Réglage de zéro extérieur
 - (C) Enregistreur (mesures précises)
 - (D) Régulation
 - (E) Relais
 - (F) Appareil de préchauffage interne
-

Figure 28.4.2.1 : INSTALLATION POUR L'ÉPREUVE DE STOCKAGE ADIABATIQUE



-
- (A) Courbe de production de chaleur
 - (B) Ligne droite dont l'inclinaison est égale au taux de perte de chaleur et qui est tangente à la courbe de production de chaleur
 - (C) Température ambiante critique (au point d'intersection de la ligne droite de perte de chaleur et de l'axe des abscisses)
 - (D) Température de décomposition auto-accélérée (TDAA) - température ambiante critique arrondie au multiple de 5 °C le plus proche par valeur supérieure.
 - (X) Température
 - (Y) Flux thermique (production ou perte de chaleur) par unité de masse
-

Figure 28.4.2.2 : EXEMPLE DE DÉTERMINATION DE LA TDAA

28.4.3 *Épreuve H.3 : Épreuve de stockage isotherme (ESI)*

28.4.3.1 *Introduction*

28.4.3.1.1 Cette méthode vise à déterminer le taux de production de chaleur en fonction du temps, à température constante, par des matières sujettes à réaction ou à décomposition. Les paramètres de la production de chaleur obtenus sont utilisés de pair avec les données sur les pertes de chaleur concernant l'emballage pour calculer la TDAA d'une matière dans son emballage. La méthode convient à n'importe quel type d'emballage, y compris les GRV et les citernes. Quelques matières présentent un accroissement du taux de leur production de chaleur à mesure que progresse la décomposition (par exemple, par autocatalyse ou décomposition induite). Cette propriété est aussi prise en considération.

28.4.3.1.2 Les mesures peuvent être effectuées entre -20 °C à 200 °C. Les taux de production de chaleur mesurables vont de 5 mW/kg à 5 W/kg. La résistance thermique entre le porte-échantillon et le bloc en aluminium donnée par l'intermédiaire du flux thermique atteint 0,1 W/°C. L'appareillage permet de couvrir une gamme de taux de production de chaleur comprise entre 15 mW/kg et 1 500 mW/kg, avec une erreur maximale de 30 % à 15 mW/kg et de 5 % de 100 à 1 500 mW/kg.

28.4.3.1.3 Par sa construction robuste et la taille relativement petite de l'échantillon utilisé, ainsi que les conditions d'utilisation bien définies, l'appareil se prête à l'exécution d'épreuves dans un laboratoire ordinaire. Les effets d'une explosion par échauffement, par exemple la fragmentation du porte-échantillon et la production d'une pression, doivent pouvoir être confinés au sein de l'appareillage.

28.4.3.2 *Appareillage et matériels*

28.4.3.2.1 L'appareillage consiste en un puits thermique (bloc d'aluminium) isolé par l'air, qui est maintenu à température constante par chauffage réglé. Les températures inférieures à 40 °C sont obtenues par un cryostat. Le thermostat permet de maintenir la température voulue à 0,2 °C près. La température du puits thermique est mesurée au moyen d'un capteur à résistance en platine. Les deux trous forés dans le bloc contiennent des fluxmètres thermiques (par exemple, éléments Peltier). La figure 28.4.3.1 donne le schéma de l'installation pour l'épreuve de stockage isotherme. Pour les matières dont la TDAA est inférieure à la température ambiante, l'épreuve doit être exécutée dans une chambre de refroidissement ou de l'anhydride carbonique solide doit être utilisé pour refroidir l'étauve.

28.4.3.2.2 Un récipient est placé sur chaque fluxmètre thermique; l'un contient l'échantillon, l'autre une matière inerte. Les deux récipients sont identiques et ont un volume de 70 cm³. Chacun contient environ 20 g de matière. Les récipients sont en verre ou en acier inoxydable. L'acier doit être compatible avec la matière mise à l'épreuve. Lorsqu'un récipient en verre est utilisé, il est muni d'un long tube capillaire qui empêche toute surpression ainsi que l'évaporation de l'échantillon.

28.4.3.2.3 La différence de potentiel résultant de la différence de flux de chaleur du porte-échantillon au puits thermique et du récipient à matière inerte au puits thermique est enregistrée en continu en fonction du temps (mesure différentielle) par un enregistreur ou un ordinateur.

28.4.3.3 *Mode opératoire*

28.4.3.3.1 *Étalonnage*

Avant de pouvoir effectuer une mesure, il faut déterminer le signal résiduel et la sensibilité du fluxmètre thermique, en procédant comme suit :

- a) Régler l'appareillage à la température d'épreuve choisie;
- b) Insérer un serpentin chauffant dans le porte-échantillon. Remplir les compartiments échantillon et témoin de matière inerte (par exemple chlorure de sodium ou perles de verre pilées) en vérifiant que le serpentin chauffant est complètement recouvert. Placer les deux récipients dans l'appareil;

- c) Déterminer le signal résiduel (signal produit par l'enregistreur, le serpentin chauffant n'étant pas sous tension);
- d) Déterminer la sensibilité du fluxmètre thermique en utilisant deux ou trois valeurs différentes de puissance de chauffage situées dans la gamme escomptée de la production de chaleur de l'échantillon à soumettre à l'épreuve.

28.4.3.3.2 Épreuve

Procéder comme suit :

- a) Régler l'appareillage à la température d'épreuve voulue;
- b) Introduire dans le porte-échantillon l'échantillon pesé et une quantité représentative de matériau d'emballage (s'il est métallique) et l'insérer dans l'appareil. La quantité d'échantillon doit suffire à donner un taux de production de chaleur de 5 mW à 1 500 mW par kg de matière;
- c) Commencer la mesure du taux de production de chaleur. Les résultats des 12 premières heures de l'épreuve ne sont pas à utiliser, cette période étant nécessaire pour atteindre l'équilibre thermique. La durée de chaque épreuve dépend de la température d'essai et du taux de production de chaleur. L'épreuve doit se prolonger d'au moins 24 heures après la période initiale de 12 heures, mais elle peut être interrompue si le taux de production de chaleur commence à fléchir ou s'il dépasse 1,5 W/kg;
- d) Au terme de chaque épreuve, il faut déterminer la variation de la masse de l'échantillon;
- e) L'épreuve est répétée avec de nouveaux échantillons à des intervalles de température de 5 °C de façon à obtenir sept résultats avec un taux de production maximal de chaleur situé entre 15 et 1 500 mW/kg.

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

28.4.3.4.1 Calculer la sensibilité, S en (mW/mV), de l'appareil aux diverses puissances électriques utilisées dans l'opération d'étalonnage, au moyen de la formule suivante :

$$S = \frac{P}{U_d - U_b}$$

où :

- P = puissance électrique (mW)
- U_d = signal fictif (mV)
- U_b = signal résiduel (mV)

28.4.3.4.2 Ces valeurs et les données d'épreuve servent à calculer le taux maximal de production de chaleur, Q (mW/kg), aux différentes températures d'épreuve, selon la formule suivante :

$$Q = \frac{(U_s - U_b) \times S}{M}$$

où

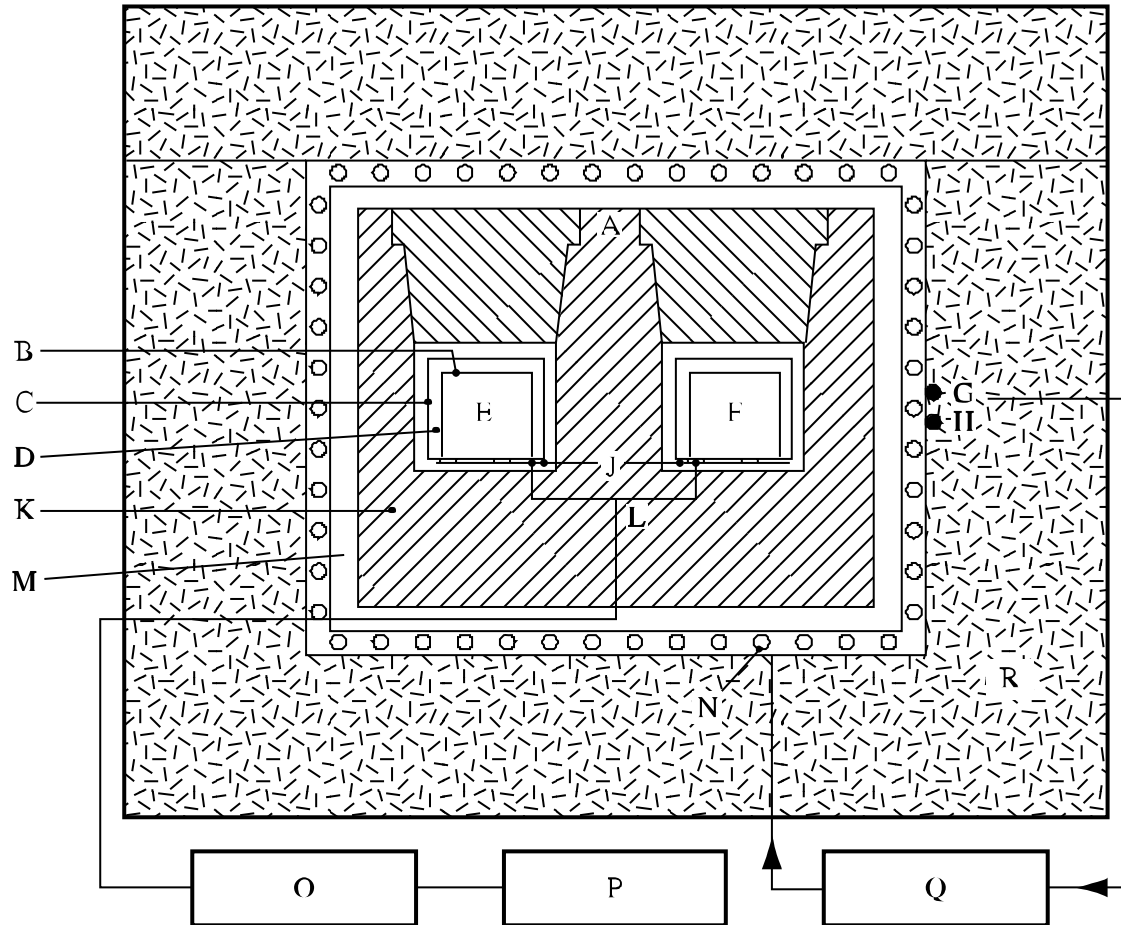
- U_s = signal de l'échantillon (mV)
- M = masse (kg)

28.4.3.4.3 Reporter le taux maximal calculé de production de chaleur par unité de masse en fonction de la température d'épreuve sur un diagramme à échelles linéaires et tracer la courbe la mieux ajustée entre les points. Déterminer les pertes de chaleur par unité de masse L (mW/kg.°C) de l'emballage, du GRV ou de la citerne éprouvés (voir 28.3.5). Tracer sur le diagramme une ligne droite de pente L tangente à la courbe de

production de chaleur. L'intersection de la ligne droite et de l'axe des abscisses représente la température ambiante critique, soit la température la plus élevée à laquelle la matière telle qu'elle est emballée ne manifeste pas de décomposition auto-accélérée. La TDAA est donnée par la température ambiante critique arrondie au multiple de 5 °C le plus proche. Un exemple est donné à la figure 28.4.3.2.

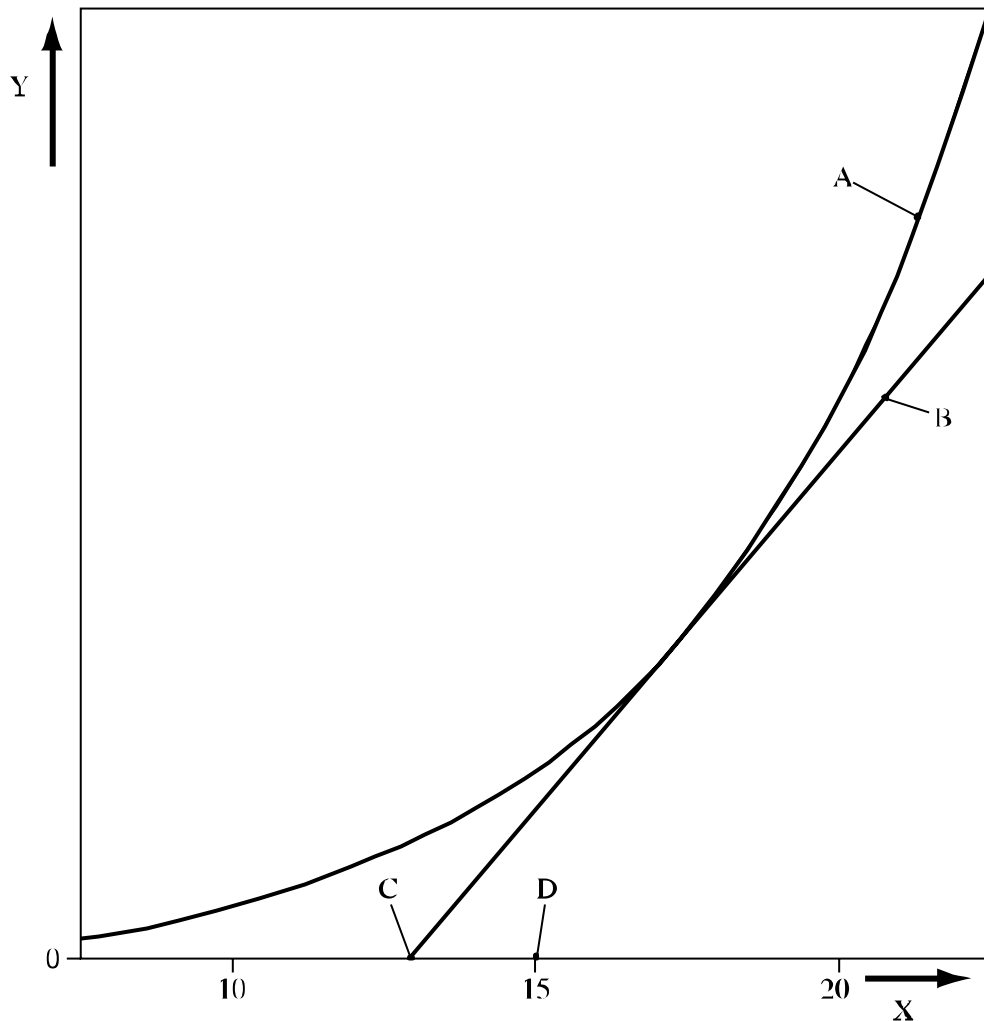
28.4.3.5 Exemples de résultats

Matière	Masse (kg)	Emballage	Perte de chaleur par unité de masse (mW/kg.K)	TDAA (°C)
Azodicarbonamide	30	1G	100	> 75
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium (à 90 %)	25	1G	150	45
Tétrafluoroborate de diéthoxy-2,5 morpholino-4 benzènediazonium (à 97 %)	25	1G	15	55
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 (phénylsulphonyl)-4 benzènediazonium, (à 67 %)	25	1G	15	50
Chlorure double de zinc et de (N,N-éthoxycarbonyl phénylamine)-2 méthoxy-3 (N-méthyl N-cyclohexylamine)-4 benzènediazonium (à 62 %)	25	1G	15	45
Tétrafluoroborate de méthyl-3 (pyrrolidiny-1)-4 benzènediazonium (à 95 %)	25	1G	15	55
Peroxybenzoate de tert-butyle	25	6HG2	70	55
Peroxy-2-éthylhexanoate de tert-butyle	25	6HG2	70	40
Peroxyphthalate de tert-butyle	25	6HG2	70	25



- | | |
|---|--|
| (A) Thermomètre à résistance en platine | (B) Porte-échantillon |
| (C) Récipient cylindrique | (D) Couches d'air |
| (E) Échantillon | (F) Matière inerte |
| (G) Détecteur à résistance en platine | (H) Détecteur à résistance en platine pour le réglage de la température pour la commande de sécurité |
| (J) Éléments Peltier | (K) Bloc d'aluminium |
| (L) Circuit électrique | (M) Couche d'air |
| (N) Fils chauffants | (O) Amplificateur |
| (P) Enregistreur | (Q) Réglage de la température |
| (R) Laine de verre | |

Figure 28.4.3.1 : INSTALLATION POUR L'ÉPREUVE DE STOCKAGE ISOTHERME



-
- (A) Courbe de production de chaleur
 - (B) Ligne droite dont l'inclinaison est égale au taux de perte de chaleur et qui est tangente à la courbe de production de chaleur
 - (C) Température ambiante critique (au point d'intersection de la ligne droite de perte de chaleur et de l'axe des abscisses)
 - (D) Température de décomposition auto-accélérée (TDA) - température ambiante critique arrondie au multiple de 5 °C le plus proche.
 - (X) Température
 - (Y) Flux thermique (production ou perte de chaleur) par unité de masse
-

Figure 28.4.3.2 : EXEMPLE DE DÉTERMINATION DE LA TDA

28.4.4 Épreuve H.4 : Épreuve de stockage avec accumulation de chaleur

28.4.4.1 Introduction

28.4.4.1.1 Cette méthode vise à déterminer la température constante minimale de l'air ambiant à laquelle des matières instables subissent une décomposition isotherme dans des conditions d'épreuve représentatives de la matière telle qu'elle est emballée pour le transport. La méthode repose sur la théorie de l'explosion sous l'effet de la chaleur de Semenov, c'est-à-dire que l'on considère que la résistance principale aux flux thermiques se trouve aux parois du récipient. La méthode peut être utilisée pour déterminer la TDAA d'une matière dans son emballage, y compris les GRV et les petites citernes (jusqu'à 2 m³).

28.4.4.1.2 L'efficacité de cette méthode dépend du choix d'un vase de Dewar tel qu'il présente des caractéristiques de perte de chaleur par unité de masse semblables à celles du colis préparé pour le transport.

28.4.4.2 Appareillage et matériels

28.4.4.2.1 L'appareillage d'épreuve comporte une chambre d'épreuve appropriée, des vases de Dewar répondant aux critères énoncés avec des dispositifs de fermeture, des sondes thermiques et un matériel de mesure.

28.4.4.2.2 ***L'épreuve doit être exécutée dans une chambre d'épreuve capable de résister au feu et à la surpression et qui doit de préférence être équipée d'un mécanisme de décompression, par exemple sous forme d'évent d'explosion.*** Le système d'enregistrement doit être installé dans une zone d'observation distincte.

28.4.4.2.3 Pour les épreuves exécutées jusqu'à des températures de 75 °C, on utilise une enceinte métallique à doubles parois (ayant environ un diamètre intérieur de 250 mm, un diamètre extérieur de 320 mm et une hauteur de 480 mm et fabriquée en tôles d'acier inoxydable de 1,5 à 2,0 mm d'épaisseur), la température voulue étant obtenue par circulation de fluide, provenant d'un bain thermostaté entre les parois. L'enceinte d'épreuve est fermée au moyen d'un couvercle isolant non hermétique (fabriqué par exemple en polychlorure de vinyle de 10 mm d'épaisseur). La température de l'air dans l'étuve doit être réglée de manière telle que la température voulue d'un échantillon liquide inerte contenu dans le vase de Dewar puisse être maintenue à ± 1 °C pendant 10 jours au maximum.

28.4.4.2.4 Une autre solution peut consister, en particulier pour les épreuves exécutées à des températures supérieures à 75 °C, à utiliser une étuve à thermostat (qui peut être ventilée), suffisamment grande pour permettre à l'air de circuler tout autour du vase de Dewar. La température de l'air dans l'étuve doit être réglée de manière telle que la température voulue d'un échantillon liquide inerte contenu dans le vase de Dewar puisse être maintenue à ± 1 °C pendant 10 jours au maximum. La température de l'air dans l'étuve doit être mesurée et enregistrée. Il est recommandé de munir la porte de l'étuve d'une fermeture magnétique ou de la remplacer par un couvercle isolant non hermétique. L'étuve peut être protégée par un revêtement en acier et le vase de Dewar placé dans une cage en toile métallique.

28.4.4.2.5 Pour les épreuves réalisées à des températures inférieures à la température ambiante, on peut utiliser une chambre à parois doubles (par exemple un congélateur) d'une taille convenable, munie d'une porte ou d'un couvercle non hermétiques (par exemple, avec fermeture magnétique). La température de l'air dans la chambre doit être maintenue à ± 1 °C de la température voulue.

28.4.4.2.6 Les vases de Dewar utilisés, y compris leur système de fermeture, doivent avoir des caractéristiques de perte de chaleur représentatives de la taille maximale de l'emballage présenté au transport. La fermeture du vase de Dewar doit être inerte. Pour les matières solides en particulier, des bondes en liège ou en caoutchouc peuvent être utilisées. Un système de fermeture pouvant être utilisé avec des liquides faiblement ou moyennement volatils est illustré à la figure 28.4.4.1. Les échantillons qui sont hautement volatils à la température d'épreuve doivent être mis à l'essai dans un récipient métallique résistant à la pression et muni d'une soupape de décompression. Le récipient sous pression est placé dans le vase de Dewar et on tient compte de sa capacité calorifique lors des calculs.

28.4.4.2.7 Les caractéristiques de perte de chaleur du système utilisé, à savoir le vase de Dewar et son système de fermeture, doivent être établies (voir 28.3.6) avant l'exécution de l'épreuve. Étant donné que le dispositif de fermeture a un effet décisif sur les caractéristiques de perte de chaleur, celles-ci peuvent être ajustées dans une certaine mesure en modifiant le dispositif de fermeture. Afin d'atteindre le niveau requis de sensibilité, les vases de Dewar dont la capacité d'échantillonnage est inférieure à 0,5 litre ne doivent pas être utilisés.

28.4.4.2.8 Les vases de Dewar, contenant 400 ml de matière, et avec une perte de chaleur de 80 à 100 mW/kg.K conviennent normalement pour représenter un colis de 50 kg. Pour les colis de plus grande taille, les GRV ou les petites citernes, des vases de Dewar de plus grandes dimensions avec une plus faible perte de chaleur par unité de masse doivent être utilisés. Par exemple, les vases de Dewar sphériques d'une contenance d'un litre dont les caractéristiques de perte de chaleur sont de l'ordre de 16 à 34 mW/kg.K peuvent convenir pour les GRV et les petites citernes.

28.4.4.3 *Mode opératoire*

28.4.4.3.1 Porter la chambre d'épreuve à la température de stockage voulue. Remplir à 80 % le vase de Dewar de la matière à éprouver et noter la masse de l'échantillon. Les matières solides doivent être modérément comprimées. Insérer la sonde à température au centre de l'échantillon. Sceller le couvercle du vase de Dewar et insérer ce dernier dans la chambre d'épreuve, brancher le dispositif d'enregistrement de la température et fermer la chambre d'épreuve.

28.4.4.3.2 L'échantillon est chauffé et les températures de l'échantillon et de la chambre d'épreuve sont régulées en continu. Noter l'heure à laquelle la température de l'échantillon est de 2 °C inférieure à celle de la chambre d'épreuve. Continuer l'épreuve pendant sept jours ou jusqu'à ce que la température de l'échantillon dépasse de 6 °C ou plus la température de la chambre d'épreuve si cela arrive plus tôt. Noter le temps écoulé entre le moment où la température de l'échantillon atteint une température de 2 °C inférieure à celle de la chambre d'épreuve et celui où il atteint sa température maximale.

28.4.4.3.3 Si l'échantillon n'est pas détruit lors de l'épreuve, le refroidir, le retirer de la chambre d'épreuve et l'éliminer dans les meilleurs délais. On peut déterminer la perte de masse en pourcentage et les changements de la composition.

28.4.4.3.4 Répéter l'épreuve de stockage avec un nouvel échantillon, en faisant varier la température de stockage par intervalles de 5 °C. Si la matière est soumise à l'épreuve pour savoir si elle nécessite une température de régulation, exécuter suffisamment d'essais pour connaître la TDAA au multiple de 5 °C le plus proche ou pour montrer si la TDAA est égale ou supérieure à 60 °C. Quand l'épreuve vise à établir si la matière répond au critère TDAA de matière autoréactive, effectuer suffisamment d'essais pour déterminer si la TDAA pour un colis de 50 kg est égale ou inférieure à 75 °C.

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

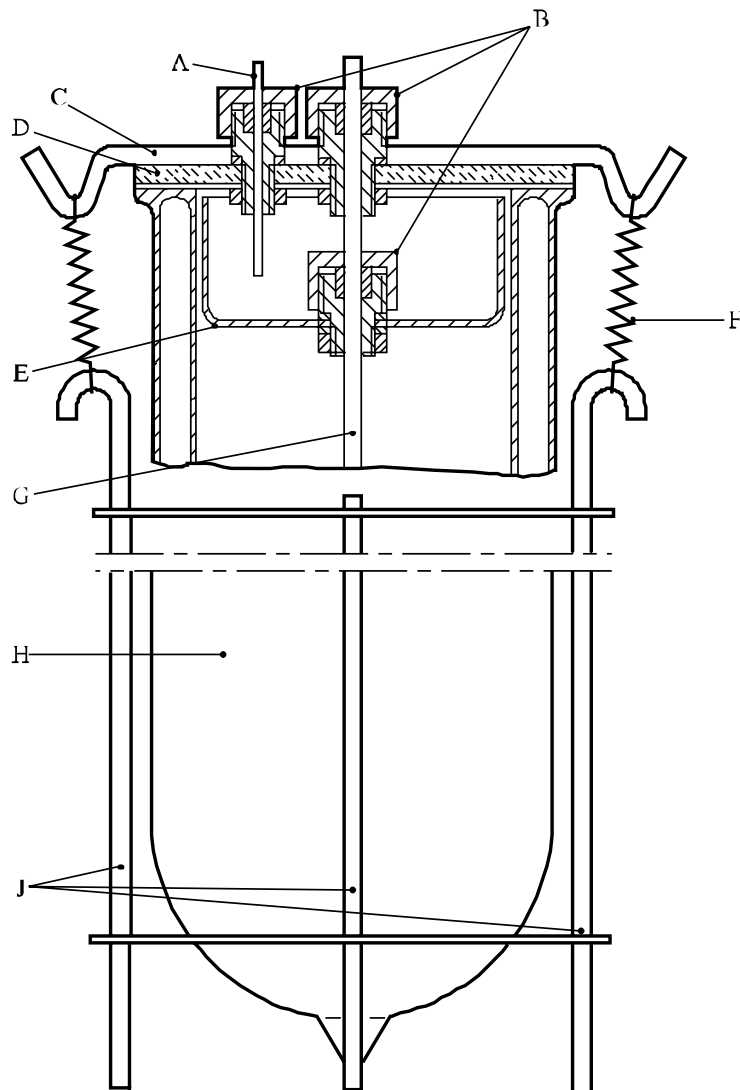
28.4.4.4.1 La TDAA est considérée comme température la moins élevée à laquelle l'échantillon subit une décomposition auto-accélérée et dépasse la température de la chambre d'épreuve d'au moins 6 °C. Si la température de l'échantillon ne dépasse dans aucune épreuve la température de la chambre d'épreuve d'au moins 6 °C, la TDAA est considérée comme supérieure à la température de stockage la plus élevée utilisée.

28.4.4.5 Exemples de résultats

Matière	Masse de l'échantillon (kg)	Perte de chaleur du Dewar (mW/kg.K)	TDAA (°C)
Acide peroxyacétique, à 15 % avec 14 % de peroxyde d'hydrogène (type F)	1,00	33	>50 ^a
Azodicarbonamide	0,28	74	>75
Azodicarbonamide à 90 %, avec 10 % d'activateur	0,21	70	55
Azo-2,2' bis (isobutyronitrile)	0,18	62	50
Benzènedisulfonhydrazide-1,3, à 50 %	0,52	81	70
Bis (tert-butylperoxy)-2,2 butane à 50 %	0,31	88	80
Chlorure double de zinc et de diéthoxy-2,5 morpholino-4-benzènediazonium	0,25	58	45
Hydroperoxyde de tert-butyle, à 80 % avec 12 % de peroxyde de di-tert-butyle	0,30	72	100 ^b
Peroxyneodécanoate de tert-butyle, à 40 %	0,42	65	25
Peroxyde de dibenzoyl, à 50 %	0,25	91	60
Peroxydicarbonate de bis (tert-butyl-4 cyclohexyle)	0,19	79	45
Peroxydicarbonate de bis (éthyl-2 hexyle)	0,39	64	0
Peroxydicarbonate de diisotridécyle	0,38	80	10
Triméthyl-3,5,5 peroxyhexanoate de tert-butyle	0,38	79	60

^a Dans un vase de Dewar de un litre de forme sphérique.

^b Dans un récipient sous pression placé dans un vase de Dewar de 2 litres.



-
- | | | | |
|-----|----------------------------------|-----|---|
| (A) | Tube capillaire en PTFE | (B) | Raccord vissant (en PTFE ou aluminium)
avec joint torique d'étanchéité |
| (C) | Étrier en métal | (D) | Couvercle en verre |
| (E) | Base récipient (en verre) | (F) | Ressort |
| (G) | Tube protecteur en verre | (H) | Vase de Dewar |
| (J) | Dispositif de retenue (en acier) | | |
-

Figure 28.4.4.1 : VASE DE DEWAR À FERMETURE POUR LES ÉPREUVES SUR LES LIQUIDES ET LES MATIÈRES SOLIDES MOUILLÉES À L'EAU