



Secrétariat

Distr.
GÉNÉRALE

ST/SG/AC.10/29/Add.2
17 février 2003

FRANÇAIS
ORIGINAL : ANGLAIS et FRANÇAIS

**COMITÉ D'EXPERTS DU TRANSPORT
DES MARCHANDISES DANGEREUSES ET DU SYSTÈME
GÉNÉRAL HARMONISÉ DE CLASSIFICATION ET
D'ÉTIQUETAGE DES PRODUITS CHIMIQUES**

**RAPPORT DU COMITÉ D'EXPERTS DU TRANSPORT DES MARCHANDISES
DANGEREUSES ET DU SYSTÈME GÉNÉRAL HARMONISÉ DE CLASSIFICATION ET
D'ÉTIQUETAGE DES PRODUITS CHIMIQUES**

(Genève 11-13 décembre 2002)

Additif 2

Annexe 2

**Amendements à la troisième édition révisée des Recommandations relatives au transport des
marchandises dangereuses, Manuel d'épreuves et de critères**

La présente annexe contient les amendements à la troisième édition révisée des Recommandations relatives au transport des marchandises dangereuses, Manuel d'épreuves et de critères (ST/SG/AC.10/11/Rev.3) adoptés par le Comité d'experts lors de sa première session.

**AMENDEMENTS À LA TROISIÈME ÉDITION REVISÉE DU
MANUEL D'ÉPREUVES ET DE CRITÈRES
(ST/SG/AC.10/11/Rev.3)**

Modifier la table des matières générale et la table des matières des parties I et III conformément aux amendements adoptés pour les sections 18, 31 et 37.

Section 1

Section 1

1.2.2 Dans le tableau 1.1, remplacer "1-7" par "1-8" sous "Série d'épreuves".

1.6 Dans le tableau 1.2, ajouter les épreuves de la série 8 comme suit:

Série	Type	Code	Nom
8	a)	8 a)	Épreuve de stabilité à la chaleur pour les émulsions de nitrate d'ammonium (ENA)
8	b)	8 b)	Épreuve d'amorçage de la détonation pour les ENA
8	c)	8 c)	Épreuve de Koenen
8	d)	8 d)	Épreuve du tube avec évent */

*/ *Cette épreuve vise à déterminer si la matière peut être transportée en citerne.*

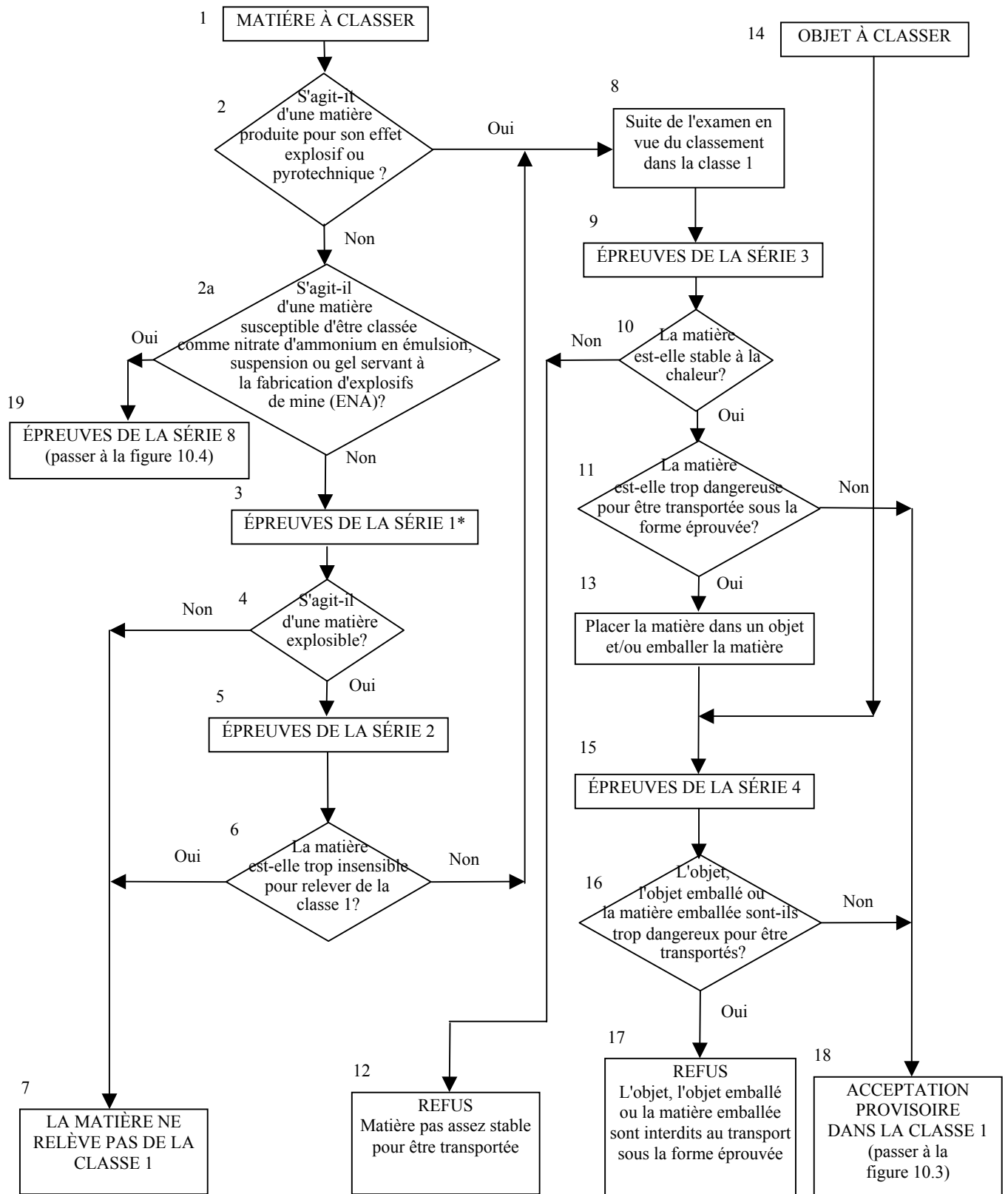
Section 10

10.1.1 Modifier la dernière phrase comme suit: "...classement (fig. 10.1, 10.2, 10.3 et 10.4), les conditions.....dans les sections 11 à 18 du présent Manuel d'épreuves."

Figure 10.2 Modifier cette figure tel qu'indiqué à la page 3 du présent document.

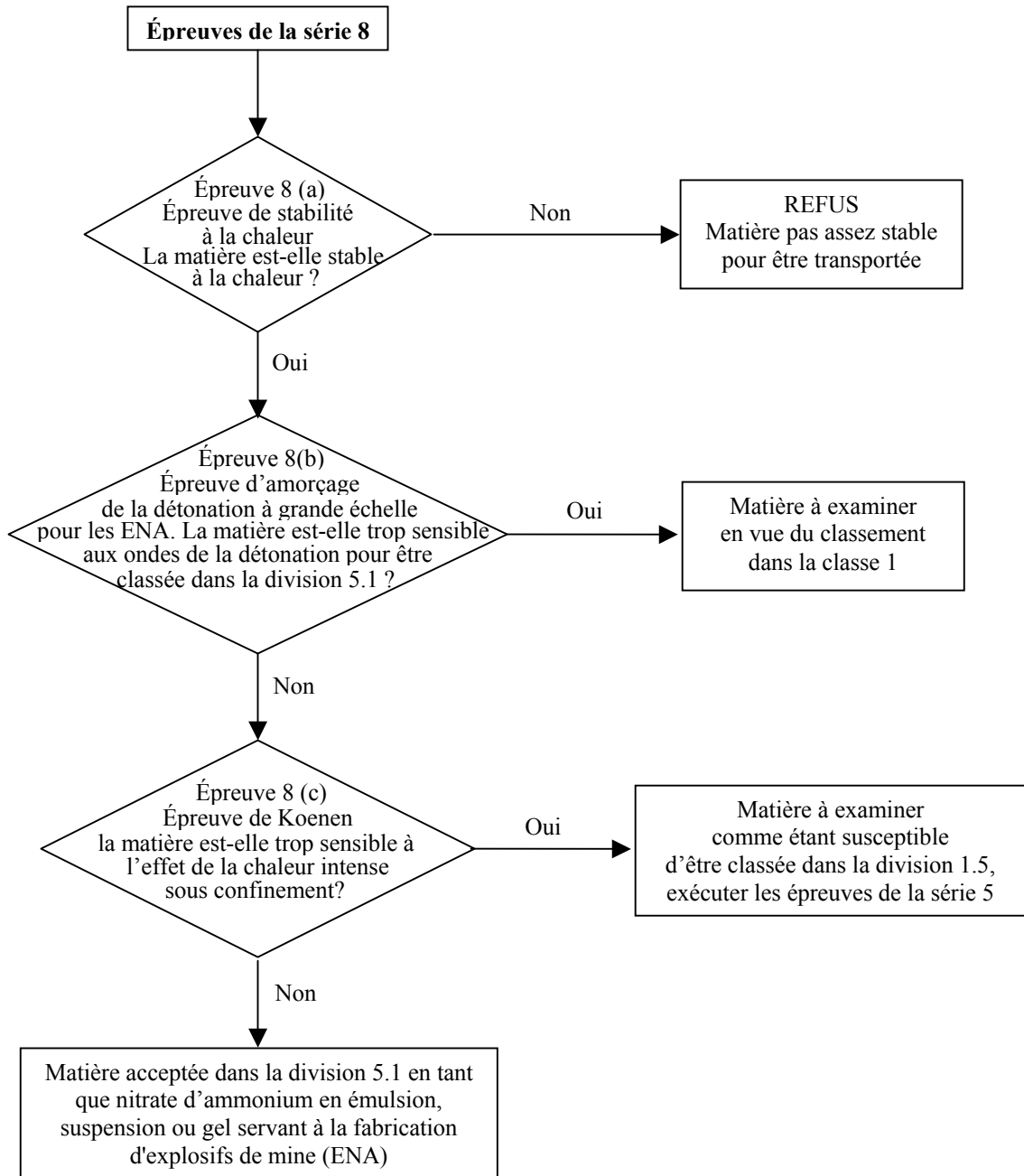
Figure 10.4 Insérer une nouvelle figure 10.4, tel qu'indiqué à la page 4 du présent document, après la figure 10.3 existante et rénuméroter les figures 10.4 à 10.8 en conséquence.

Figure 10.2 PROCÉDURE D'ACCEPTATION TEMPORAIRE D'UNE MATIÈRE OU D'UN OBJET DANS LA CLASSE 1*



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

Figure 10.4



10.4.2.5 Ajouter un nouveau paragraphe libellé comme suit:

"10.4.2.5 Il est répondu à la question "S'agit-il d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA)?" (case 2 a) de la figure 10.2) au moyen des épreuves de la série 8, chaque matière susceptible de l'être devant être soumise aux trois épreuves de la série. Les trois types d'épreuves sont les suivants:

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

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

Type 8 c) - épreuve pour déterminer l'effet du chauffage sous confinement.

La série d'épreuves 8 d) figure dans la présente section en tant que méthode visant à déterminer si une matière peut être transportée en citerne.

10.4.3.7 Insérer un nouveau 10.4.3.7 comme suit:

"10.4.3.7 Les types d'épreuves 8 a) à 8 c) doivent être utilisés en vue d'établir si une émulsion, une suspension ou un gel de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA) peut être affecté à la division 5.1. Les matières qui ne satisfont pas à l'une des épreuves peuvent être considérées comme susceptibles d'appartenir à la classe 1 conformément à la figure 10.4."

Le 10.4.3.7 actuel devient le nouveau 10.4.3.8.

10.5.1 Modifier la fin de paragraphe comme suit: "...dans les figures 10.5 à 10.8."

10.5.2 Remplacer "figure 10.8" par "figure 10.9".

Section 18 Insérer une nouvelle Section 18 relative aux épreuves de la série 8, comme suit:

"SECTION 18

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 8

18.1 Introduction

À la question de savoir si une émulsion, une suspension ou un gel de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine (ENA) est suffisamment insensible pour être classé dans la division 5.1 on répond en soumettant la matière aux trois types d'épreuves qui constituent la série 8. Les trois types d'épreuves sont les suivants :

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

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

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

La série d'épreuves 8 d) figure dans la présente section en tant que méthode visant à déterminer si une matière peut être transportée en citerne.

18.2 Méthodes d'épreuve

Les méthodes d'épreuve actuellement utilisées sont énumérées au tableau 18.1.

Tableau 18.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE DE LA SÉRIE 8

Code	Nom de l'épreuve	Section
8 a)	Épreuve de stabilité à la chaleur pour les ENA */	18.4
8 b)	Épreuve d'amorçage de la détonation à grande échelle pour les ENA */	18.5
8 c)	Épreuve de Koenen */	18.6
8 d)	Épreuve du tube avec événement **/	18.7

*/ Cette épreuve est destinée au classement.

**/ Cette épreuve vise à déterminer si la matière peut être transportée en citernes.

18.3 Conditions d'épreuve

18.3.1 La matière doit être éprouvée telle qu'elle est présentée au transport, à la plus haute température (voir 1.5.4 du présent Manuel).

18.4 Série 8, Type a): Dispositions d'épreuve

18.4.1 *Épreuve 8 a) : Épreuve de stabilité à la chaleur pour le nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel*

18.4.1.1 *Introduction*

18.4.1.1.1 Cette épreuve sert à mesurer la stabilité d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine lorsque la matière est soumise à des températures élevées afin de déterminer si elle est trop dangereuse pour être transportée.

18.4.1.1.2 Cette épreuve est employée pour déterminer si l'émulsion, la suspension ou le gel est stable aux températures atteintes lors du transport. Lorsque ce type d'épreuves est exécuté normalement (voir 28.4.4), le vase de Dewar d'un demi-litre est le seul qui est représentatif des emballages, des GRV et des petites citernes. Cette épreuve peut également être utilisée pour mesurer la stabilité des émulsions, suspensions ou gels de nitrate d'ammonium au cours du transport en citerne lorsqu'elle est exécutée à une température qui dépasse de 20 °C la température maximale pouvant être atteinte au cours du transport, y compris la température au moment du chargement.

18.4.1.2 *Appareillage et matériels*

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

18.4.1.2.2 ***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 la forme d'un événement d'explosion.*** Le système d'enregistrement doit être installé dans une zone d'observation distincte.

18.4.1.2.3 On peut utiliser une étuve à thermostat (qui peut être ventilée) suffisamment grande pour permettre à l'air de circuler autour du vase de Dewar. La température de l'air dans l'étuve doit être réglée de manière que la température voulue d'un échantillon liquide inerte contenu dans le vase de Dewar puisse être maintenue sans variation de plus de $\pm 1^\circ\text{C}$ pendant une période allant jusqu'à 10 jours. 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 approprié et le vase de Dewar placé dans une cage en toile métallique.

18.4.1.2.4 On utilise des vases de Dewar ayant un volume de 500 ml munis d'un système de fermeture. La fermeture du vase de Dewar doit être inerte. Un système de fermeture est illustré à la figure 18.4.1.1.

18.4.1.2.5 Les caractéristiques de perte de chaleur du système utilisé, à savoir le vase de Dewar et son système de fermeture, doivent être déterminées avant l'exécution de l'épreuve. Étant donné que le dispositif de fermeture influe fortement sur les caractéristiques de perte de chaleur, celles-ci peuvent être ajustées dans une certaine mesure en modifiant le système de fermeture. Les caractéristiques de perte de chaleur peuvent être déterminées au moyen de la mesure du demi temps de refroidissement du vase rempli d'une matière inerte ayant des propriétés physiques semblables. La perte de chaleur par unité de masse, L (W/kg.K), peut être calculée à partir du demi temps de refroidissement, $t_{1/2}$ (s), et de la chaleur spécifique, C_p (J/K), de la matière à l'aide de la formule suivante :

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

18.4.1.2.6 Des vases de Dewar remplis de 400 ml de matière, dont la perte de chaleur varie de 80 à 100 mW/kg.K conviennent.

18.4.1.2.7 Le vase de Dewar doit être rempli jusqu'à environ 80 % de sa capacité. Lorsque la viscosité de l'échantillon est très élevée, il peut être nécessaire de disposer d'un échantillon dont la forme épouse parfaitement le vase de Dewar. Le diamètre d'un tel échantillon façonné à l'avance sera légèrement inférieur au diamètre intérieur du vase de Dewar. Le creux au fond du vase de Dewar peut être rempli d'une matière solide inerte avant l'introduction de l'échantillon dans le vase afin de faciliter l'utilisation d'échantillons de matière de forme cylindrique.

18.4.1.3 *Mode opératoire*

18.4.1.3.1 Porter la chambre d'épreuve à une température qui dépasse de 20 °C la température maximale pouvant être atteinte au cours du transport ou la température au moment du chargement lorsque celle-ci est plus élevée. Remplir le vase de Dewar avec la matière à éprouver et noter la masse de l'échantillon. S'assurer que la hauteur de l'échantillon est égale à environ 80 % de la hauteur du vase. Introduire la sonde thermique au centre de l'échantillon. Sceller le couvercle du vase de Dewar et introduire celui-ci dans la chambre d'épreuve, brancher le dispositif d'enregistrement de la température et fermer la chambre d'épreuve.

18.4.1.3.2 L'échantillon est chauffé, tandis que sa température et celle de la chambre d'épreuve sont surveillées en permanence. Noter l'heure à laquelle l'échantillon atteint une température qui est inférieure de 2 °C à celle de la chambre d'épreuve. Poursuivre alors l'épreuve pendant sept jours ou jusqu'au moment où la température de l'échantillon dépasse de 6 °C ou plus celle de la chambre d'épreuve, si cela se produit d'abord. Noter le temps qui a été nécessaire pour que l'échantillon passe d'une température inférieure de 2 °C à celle de la chambre d'épreuve à sa température maximale.

18.4.1.3.3 Si l'échantillon résiste à 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 et les changements de la composition.

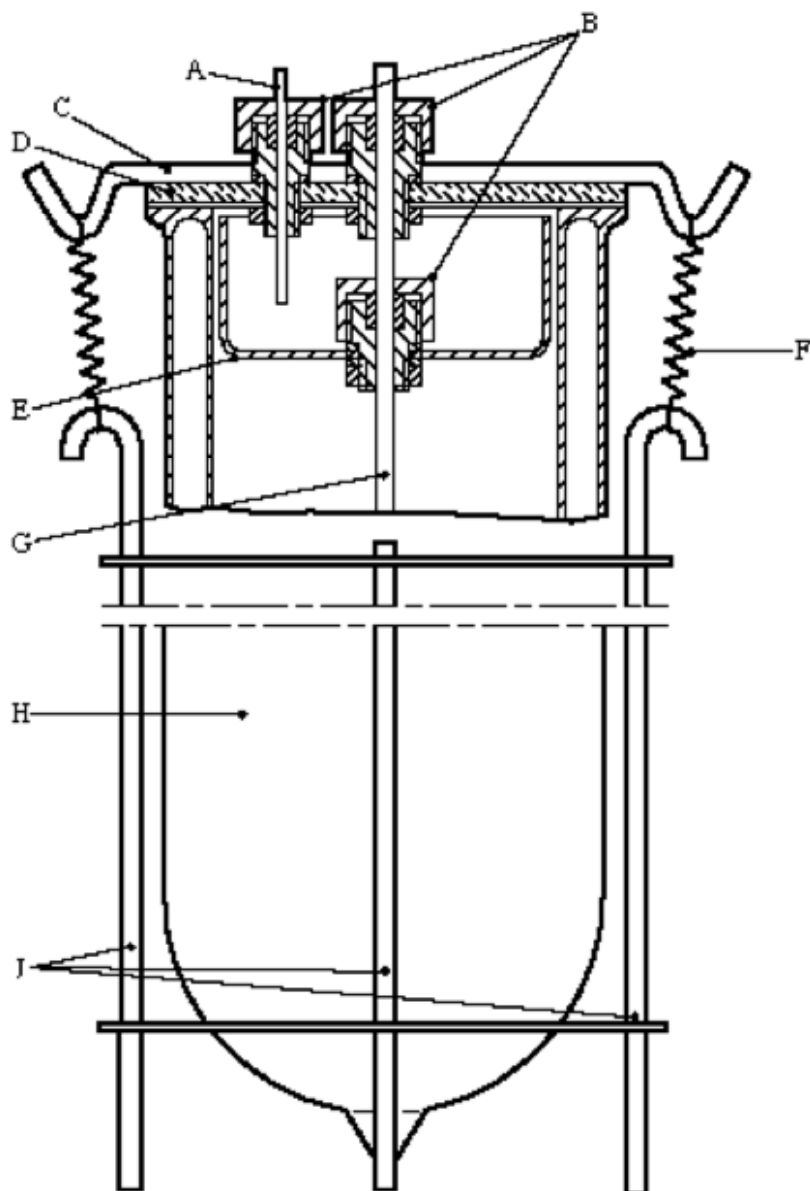
18.4.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

18.4.1.4.1 Si la température de l'échantillon ne dépasse dans aucune épreuve celle de la chambre d'épreuve de 6 °C ou plus, l'émulsion, la suspension ou le gel de nitrate d'ammonium est considéré comme étant stable à la chaleur et peut continuer à être éprouvé en tant que matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine.

18.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse de l'échantillon (g)	Température d'épreuve (°C)	Résultat	Commentaires
Nitrate d'ammonium	408	102	-	Léger décoloration, durcissement en morceaux. Perte de masse 0,5 %
ENA-1 Nitrate d'ammonium 76%, Eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	551	102	-	Séparation d'huile et de cristaux de sels. Perte de masse 0,8 %
ENA-2 (sensibilisé) Nitrate d'ammonium 75%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	501	102	-	Décoloration partielle. Perte de masse 0,8 %
ENA-Y Nitrate d'ammonium 77%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	500	85	-	Perte de masse 0,1%
ENA-Z Nitrate d'ammonium 75%, eau 20%, combustible/émulsifiant 5%	510	95	-	Perte de masse 0,2 %

Matière	Masse de l'échantillon (g)	Température d'épreuve (°C)	Résultat	Commentaires
ENA-G1 Nitrate d'ammonium 74%, nitrate de sodium 1%, eau 16%, combustible/émulsifiant 9%	553	85	-	Pas d'augmentation de température
ENA-G2 Nitrate d'ammonium 74%, Nitrate de sodium 3%, eau 16% , combustible/émulsifiant 7%	540	85	-	Pas d'augmentation de température
ENA-J1 Nitrate d'ammonium 80%, eau 13%, combustible/émulsifiant 7%	613	80	-	Perte de masse 0,1 %
ENA-J2 Nitrate d'ammonium 76%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	605	80	-	Perte de masse 0,3 %
ENA-J4 Nitrate d'ammonium 71%, nitrate de sodium 11%, eau 12% , combustible/émulsifiant 6%	602	80	-	Perte de masse 0,1 %



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 18.4.1.1 : VASE DE DEWAR À FERMETURE

18.5 Série 8, Type b): Dispositions d'épreuve**18.5.1 Épreuve 8 b) : Épreuve d'amorçage de la détonation pour les ENA**18.5.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine à une onde de détonation d'une intensité donnée, c'est à dire avec charge excitatrice et barrière spécifiée.

18.5.1.2 *Appareillage et matériels*

18.5.1.2.1 Le dispositif d'épreuve comporte une charge explosive excitatrice, une barrière, un tube contenant la charge à éprouver et une plaque témoin en acier (cible).

On utilise le matériel suivant :

- a) Un détonateur normalisé ONU ou équivalent;
- b) Un comprimé de pentolite 50/50 ou d'hexocire 95/5, de 95 mm de diamètre et de 95 mm de long, ayant une masse volumique de $1\,600\text{ kg/m}^3 \pm 50\text{ kg/m}^3$;
- c) Un tube d'acier étiré à froid, sans soudure, de 95 mm de diamètre extérieur, de $11,1\text{ mm} \pm 10\%$ d'épaisseur de paroi et de 280 mm de long, ayant les caractéristiques mécaniques suivantes :
 - résistance à la traction = 420 MPa ($\pm 20\%$)
 - allongement (%) = 22 ($\pm 20\%$)
 - dureté Brinell = 125 ($\pm 20\%$)
- d) Un échantillon de matière à éprouver ayant un diamètre légèrement inférieur au diamètre intérieur du tube d'acier. L'intervalle d'air entre l'échantillon et la paroi du tube doit être aussi petit que possible;
- e) Un tronçon de barreau de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) moulé de 95 mm de diamètre et de 70 mm de long. Un intervalle de 70 mm correspond à une pression d'onde de choc appliquée à l'émulsion qui est située entre 3,5 et 4 GPa, selon le type de charge utilisée (voir tableau 18.5.1.1 et figure 18.5.1.2);
- f) Une plaque d'acier doux de 200 mm × 200 mm × 20 mm et de caractéristiques mécaniques suivantes :
 - résistance à la traction = 580 MPa ($\pm 20\%$)
 - allongement (%) = 21 ($\pm 20\%$)
 - dureté Brinell = 160 ($\pm 20\%$)
- g) Un tube en carton de 97 mm de diamètre intérieur et de 443 mm de long;

- h) Un bloc de bois de 95 mm de diamètre et de 25 mm d'épaisseur percé d'un trou central pour maintenir le détonateur.

18.5.1.3 *Mode opératoire*

18.5.1.3.1 Comme le montre la figure 18.5.1.1, le détonateur, la charge excitatrice, la barrière et l'échantillon à éprouver sont superposés et centrés sur l'axe qui passe par le centre de la plaque témoin. On doit veiller à un bon contact entre le détonateur et la charge excitatrice, entre celle-ci et la barrière et entre la barrière et l'échantillon. L'échantillon et la charge excitatrice doivent être à la température ambiante au moment de l'épreuve.

18.5.1.3.2 Pour faciliter la récupération des fragments de la plaque témoin, l'ensemble du dispositif peut être placé au-dessus d'un récipient d'eau avec un intervalle d'air de 10 cm au moins entre la surface de l'eau et la face inférieure de la plaque témoin, laquelle doit être soutenue sur deux de ses côtés seulement.

18.5.1.3.3 D'autres méthodes de récupération des fragments peuvent être utilisées, mais il importe de ménager sous la plaque témoin un espace suffisant de façon à ne pas gêner la perforation de la plaque. L'épreuve est exécutée trois fois, à moins qu'un résultat positif ne soit constaté avant.

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

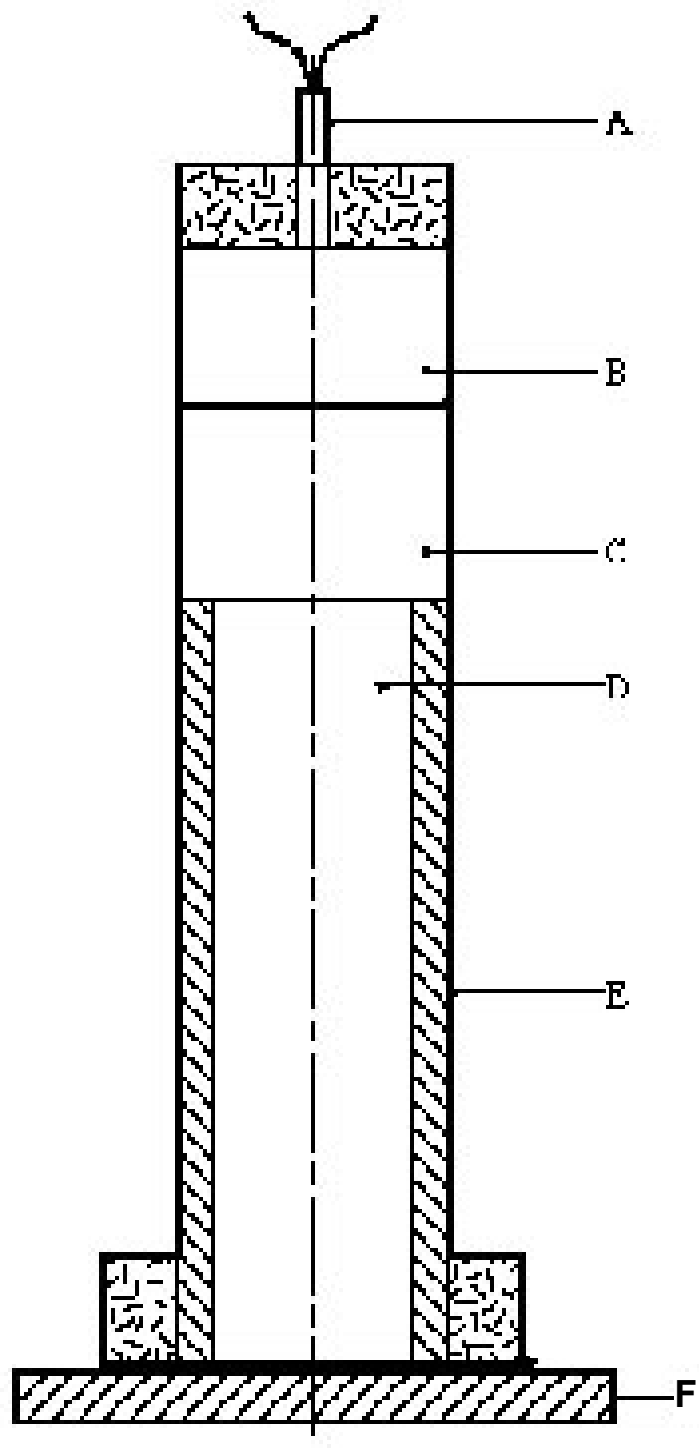
Un trou net percé à travers la plaque indique qu'une détonation a été amorcée dans l'échantillon. Une matière qui détone au cours de l'un des essais avec une barrière de 70 mm de long ne doit pas être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine et le résultat est considéré comme positif "+".

18.5.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique (g/cm ³)	Épreuve d'amorçage de la détonation (mm)	Résultat	Commentaires
Nitrate d'ammonium (basse densité)	0,85	35	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque bombée Vitesse de détonation (VDD): 2,3-2,8 km/s
Nitrate d'ammonium (basse densité)	0,85	35	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque fracturée.
ENA-FA Nitrate d'ammonium 69%, nitrate de sodium 12%, eau 10%, combustible/émulsifiant 8%	1.4	50	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque non perforée.
ENA-FA	1,44	70	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque non perforée.
ENA-FB Nitrate d'ammonium 70%, nitrate de sodium 11%, eau 12%, combustible/émulsifiant 7%	ca. 1,40	70	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque non perforée.

Matière	Masse volumique (g/cm ³)	Épreuve d'amorçage de la détonation (mm)	Résultat	Commentaires
ENA-FC (sensibilisé) Nitrate d'ammonium 75%, eau 13%, combustible/émulsifiant 10%	1,17	70	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée.
ENA-FD (sensibilisé) Nitrate d'ammonium 76%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	ca. 1,22	70	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée.
ENA-1 Nitrate d'ammonium 76%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	1,4	35	-	Douille fragmentée en gros morceaux. Plaque bosselé. VDD: 3,1 km/s
ENA-2 (sensibilisé) Nitrate d'ammonium 76%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	1,3	35	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée. VDD: 6,7 km/s
ENA-2 (sensibilisé) Nitrate d'ammonium 76%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	1,3	70	+	Douille fragmentée en petits morceaux. Plaque perforée. VDD: 6,2 km/s
ENA-G1 Nitrate d'ammonium 74%, nitrate de sodium 1%, eau 16%, combustible/émulsifiant 9%	1,29	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée. VDD: 1968 m/s
ENA-G2 Nitrate d'ammonium 74%, nitrate de sodium 3%, eau 16%, combustible/émulsifiant 7%	1,32	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée.
ENA-G3 (sensibilité à la gasification) Nitrate d'ammonium 74%, nitrate de sodium 1%, eau 16%, combustible/émulsifiant 9%	1,17	70	+	Douille fragmentée. Plaque percée.
ENA-G4 (sensibilité aux microsphérules) Nitrate d'ammonium 74%, nitrate de sodium 3%, eau 16%, combustible/émulsifiant 7%	1,23	70	+	Douille fragmentée. Plaque percée.
ENA-G5 Nitrate d'ammonium 70%, nitrate de calcium 8%, eau 16%, combustible/émulsifiant 7%	1,41	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée. VDD: 2061 m/s
ENA-J1 Nitrate d'ammonium 80%, eau 13%, combustible/émulsifiant 7%	1,39	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée.
ENA-J2 Nitrate d'ammonium 76%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	1,42	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée.
ENA-J4 Nitrate d'ammonium 71%, nitrate de sodium 11%, eau 12%, combustible/émulsifiant 6%	1,40	70	-	Douille fragmentée. Plaque dentelée.
ENA-J5 (sensibilité aux microsphérules) Nitrate d'ammonium 71%, nitrate de sodium 5%, eau 18%, combustible/émulsifiant 6%	1,20	70	+	Douille fragmentée. Plaque perforée. VDD: 5,7 km/s

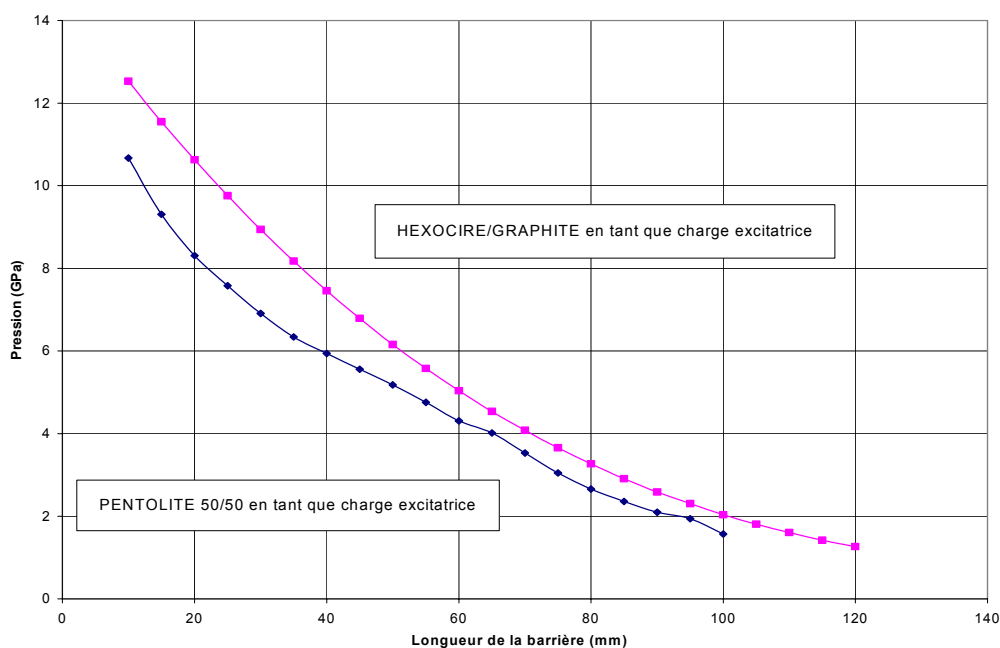
Matière	Masse volumique (g/cm ³)	Épreuve d'amorçage de la détonation (mm)	Résultat	Commentaires
ENA-J6 (sensibilité aux microsphérules) Nitrate d'ammonium 80%, eau 13%, combustible/émulsifiant 7%	1,26	70	+	Douille fragmentée. Plaque perforée. VDD: 6,3 km/s



-
- | | |
|---------------------|-----------------------|
| A) Détonateur | B) Charge excitatrice |
| C) Barrière de PMMA | D) Échantillon |
| E) Tube en acier | F) Plaque témoin |
-

Figure 18.5.1.1 : ÉPREUVE D'AMORÇAGE DE LA DÉTONATION POUR LES ENA**Tableau 18.5.1.1: DONNÉES D'ÉTALONNAGE CONCERNANT L'ÉPREUVE D'AMORÇAGE DE LA DÉTONATION POUR LES ENA**

PENTOLITE 50/50 en tant que charge excitatrice		HEXOCIRE/GRAPHITE en tant que charge excitatrice	
Longueur de la barrière (mm)	Pression au niveau de la barrière (GPa)	Longueur de la barrière (mm)	Pression au niveau de la barrière (GPa)
10	10.67	10	12.53
15	9.31	15	11.55
20	8.31	20	10.63
25	7.58	25	9.76
30	6.91	30	8.94
35	6.34	35	8.18
40	5.94	40	7.46
45	5.56	45	6.79
50	5.18	50	6.16
55	4.76	55	5.58
60	4.31	60	5.04
65	4.02	65	4.54
70	3.53	70	4.08
75	3.05	75	3.66
80	2.66	80	3.27
85	2.36	85	2.91
90	2.10	90	2.59
95	1.94	95	2.31
100	1.57	100	2.04
		105	1.81
		110	1.61
		115	1.42
		120	1.27

Figure 18.5.1.2: Données d'étalonnage concernant l'épreuve d'amorçage de la détonation pour

ENA

18.6 Série 8, Type c): Dispositions d'épreuve

18.6.1 Épreuve 8 c) : Épreuve de Koenen

18.6.1.1 Introduction

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel de servant à la fabrication d'explosifs de mine à l'effet d'une chaleur intense sous fort confinement.

18.6.1.2 Appareillage et matériels

18.6.1.2.1 Le dispositif d'essai est composé d'une douille en acier non réutilisable avec dispositif de fermeture réutilisable, installée dans une enceinte de chauffage et de protection. La douille est obtenue par emboutissage d'une tôle d'acier de qualité appropriée. Elle a une masse de $25,5 \pm 1,0$ g. Ses dimensions sont indiquées à la figure 18.6.1.1. À son extrémité ouverte, la douille comporte un rebord. Le disque à lumière, à travers lequel s'échappent les gaz de décomposition de l'échantillon, est en acier au chrome résistant à la chaleur. Les diamètres des disques à 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 dimensions de la bague fileté et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 18.6.1.1.

18.6.1.2.2 Pour le chauffage, on utilise quatre brûleurs alimentés en propane à partir d'une bouteille à gaz industrielle 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 chauffage prescrite soit respectée. La pression du gaz est réglée pour maintenir

une vitesse de chauffage de $3,3 \pm 0,3$ K/s, cette valeur étant mesurée par une opération d'étalonnage. Celle-ci consiste à chauffer une douille (munie d'un disque à lumière de 1,5 mm), contenant 27 cm³ 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 50 °C à 250 °C et on calcule la vitesse de chauffage.

18.6.1.2.3 Étant donné le risque d'éclatement de la douille lors de l'essai, le chauffage s'effectue dans une enceinte de protection en métal soudé, ayant la configuration et les dimensions indiquées à la figure 18.6.1.2. La douille est suspendue entre deux tiges passant par des trous percés dans les parois opposées de l'enceinte. La position des brûleurs est indiquée à la figure 18.6.1.2. Les brûleurs sont allumés simultanément au moyen d'une veilleuse ou d'un allumeur électrique. **Le dispositif d'essai est installé dans un local protégé.** Au cours de l'essai on doit prendre des mesures pour éviter que les flammes des brûleurs ne soient déviées par les courants d'air. Le local d'essai doit être muni d'un système d'extraction des gaz ou des fumées provenant des essais.

18.6.1.3 *Mode opératoire*

18.6.1.3.1 On introduit la matière dans la douille jusqu'à une hauteur de 60 mm en prenant bien soin d'éviter que des cavités ne se forment. On glisse la bague filetée autour de la douille à partir du bas, on introduit le disque à lumière approprié et on serre l'écrou à la main après l'avoir enduit d'un lubrifiant au bisulfure de molybdène. Il est important de s'assurer qu'aucune matière ne s'est glissée entre le rebord et le disque ou dans le filetage.

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

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

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

"O" :	Douille intacte;
"A" :	Fond de la douille gonflé;
"B" :	Fond et paroi de la douille gonflés;
"C" :	Fond de la douille fendu;
"D" :	Paroi de la douille fendue;
"E" :	Douille fendue en deux ¹ fragments;

¹ Le haut de la douille, retenu dans le dispositif de fermeture, est compté comme un fragment.

- "F" : Douille fragmentée en trois¹ morceaux ou plus, assez gros pour la plupart, éventuellement restés attachés entre eux;
- "G" : Douille fragmentée en de nombreux morceaux petits pour la plupart; dispositif de fermeture intact;
- "H" : Douille fragmentée en de nombreux très petits morceaux; dispositif de fermeture déformé ou rompu.

Des exemples des types de fragmentation "D", "E" et "F" sont montrés à la figure 18.6.1.3. Si un essai aboutit à une fragmentation du type "O" à "E", on considère que le résultat est "pas d'explosion". Si l'on obtient le type de fragmentation "F" à "H", on considère que le résultat est "explosion".

18.4.3.3.5 La série d'essais commence par un essai simple avec un disque à lumière de 20 mm. Si lors de cet essai, il y a explosion, on poursuit la série avec des essais sur des douilles sans disque à lumière ni écrou mais seulement munies de la bague filetée (ouverture : 24 mm). Si par contre il n'y a pas d'explosion, on poursuit la série avec un essai pour chacun des diamètres de lumière suivants : 12,0 - 8,0 - 5,0 - 3,0 - 2,0 - 1,5 et finalement 1,0 mm, jusqu'à ce que l'on obtienne le résultat positif ("explosion"). On effectue alors des essais à des diamètres croissants selon l'ordre indiqué au 18.6.1.2.1 jusqu'à ce que l'on obtienne trois résultats négatifs lors de trois essais au même diamètre. Le diamètre limite pour une matière donnée est le plus grand diamètre pour lequel le résultat "explosion" ait été obtenu. S'il n'y a pas d'explosion même au diamètre de 1 mm, on note comme résultat pour le diamètre limite "moins de 1 mm".

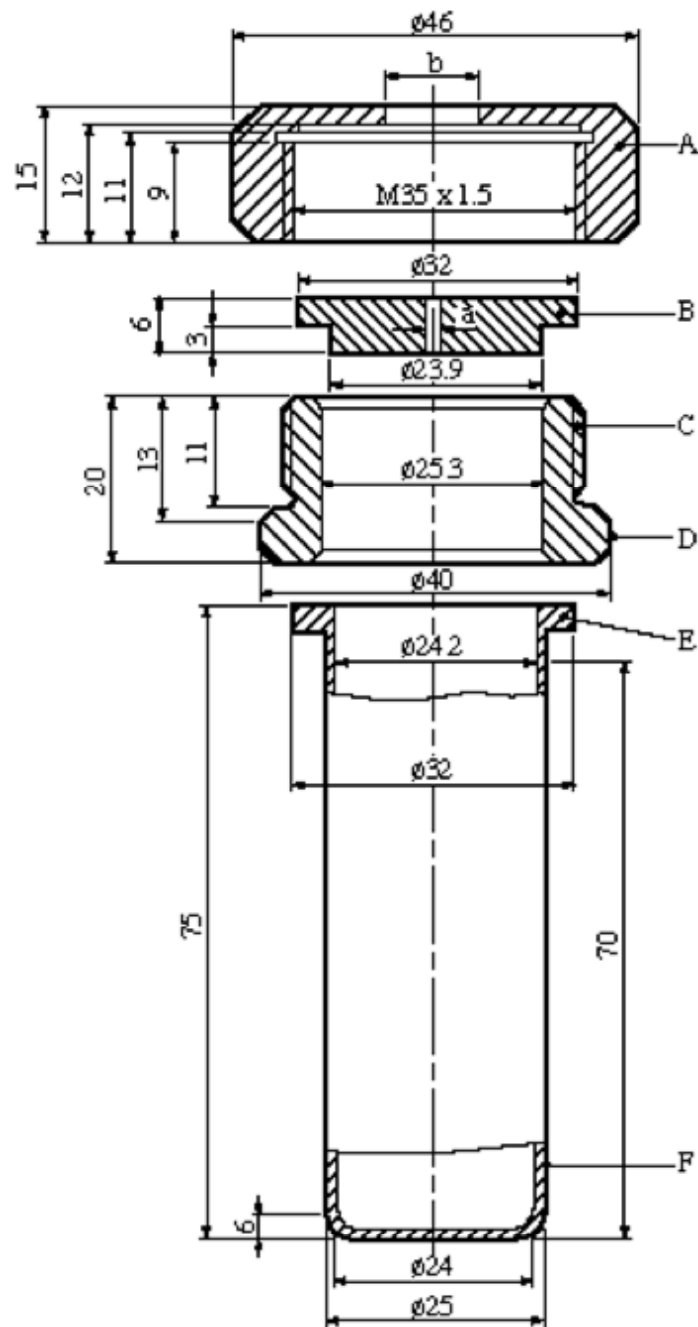
18.6.1.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

On considère que le résultat est positif "+" et que la matière ne doit pas être classée dans la division 5.1 si le diamètre limite est égal ou supérieur à 2,0 mm. On considère que le résultat est négatif "-" s'il est inférieur à ce chiffre.

18.6.1.5 Exemples de résultats

Matière	Résultat	Commentaires
Nitrate d'ammonium (basse densité)	-	Diamètre limite: <1 mm
ENA-F1 Nitrate d'ammonium 71%, eau 21%, combustible/émulsifiant 7%	-	
ENA-F2 Nitrate d'ammonium 77%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	-	
ENA-F3 Nitrate d'ammonium 70%, Nitrate de sodium 11%, eau 12%, combustible/émulsifiant 7%	-	
ENA-F4 nitrate d'ammonium 42%, nitrate de calcium 35%, eau 16%, combustible/émulsifiant 7%	-	
ENA-F5 Nitrate d'ammonium 69%, nitrate de sodium 13%, eau 10%, combustible/émulsifiant 8%	-	
ENA-F6 Nitrate d'ammonium 72%, nitrate de sodium 11%, eau 10%, combustible/émulsifiant 6%	-	
ENA-F7 Nitrate d'ammonium 76%, eau 13%, combustible/émulsifiant 10%	-	

Matière	Résultat	Commentaires
ENA-F8 Nitrate d'ammonium 77%, eau 16%, combustible/émulsifiant 6%	-	
ENA-1 Nitrate d'ammonium 76%, eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	-	Diamètre limite: 1.5 mm
ENA-2 (sensibilité aux microsphérules) Nitrate d'ammonium 75%, Eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	+	Diamètre limite: 2 mm
ENA-4 (sensibilité aux microsphérules) Nitrate d'ammonium 70%, nitrate de sodium 11%, Eau 9%, combustible/émulsifiant 5,5%	+	Diamètre limite: 2 mm
ENA-G1 Nitrate d'ammonium 74%, nitrate de sodium 1%, Eau 16%, combustible/émulsifiant 9%	-	
ENA-G2 Nitrate d'ammonium 74%, nitrate de sodium 3%, Eau 16%, combustible/émulsifiant 7%	-	
ENA-J1 Nitrate d'ammonium 80%, Eau 13%, combustible/émulsifiant 7%	-	Type de fragmentation: "O"
ENA-J2 Nitrate d'ammonium 76%, Eau 17%, combustible/émulsifiant 7%	-	Type de fragmentation: "O"
ENA-J4 Nitrate d'ammonium 71%, nitrate de sodium 11%, Eau 12%, combustible/émulsifiant 6%	-	Type de fragmentation: "A"



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

Figure 18.6.1.1 : DOUILLE ET ACCESSOIRES

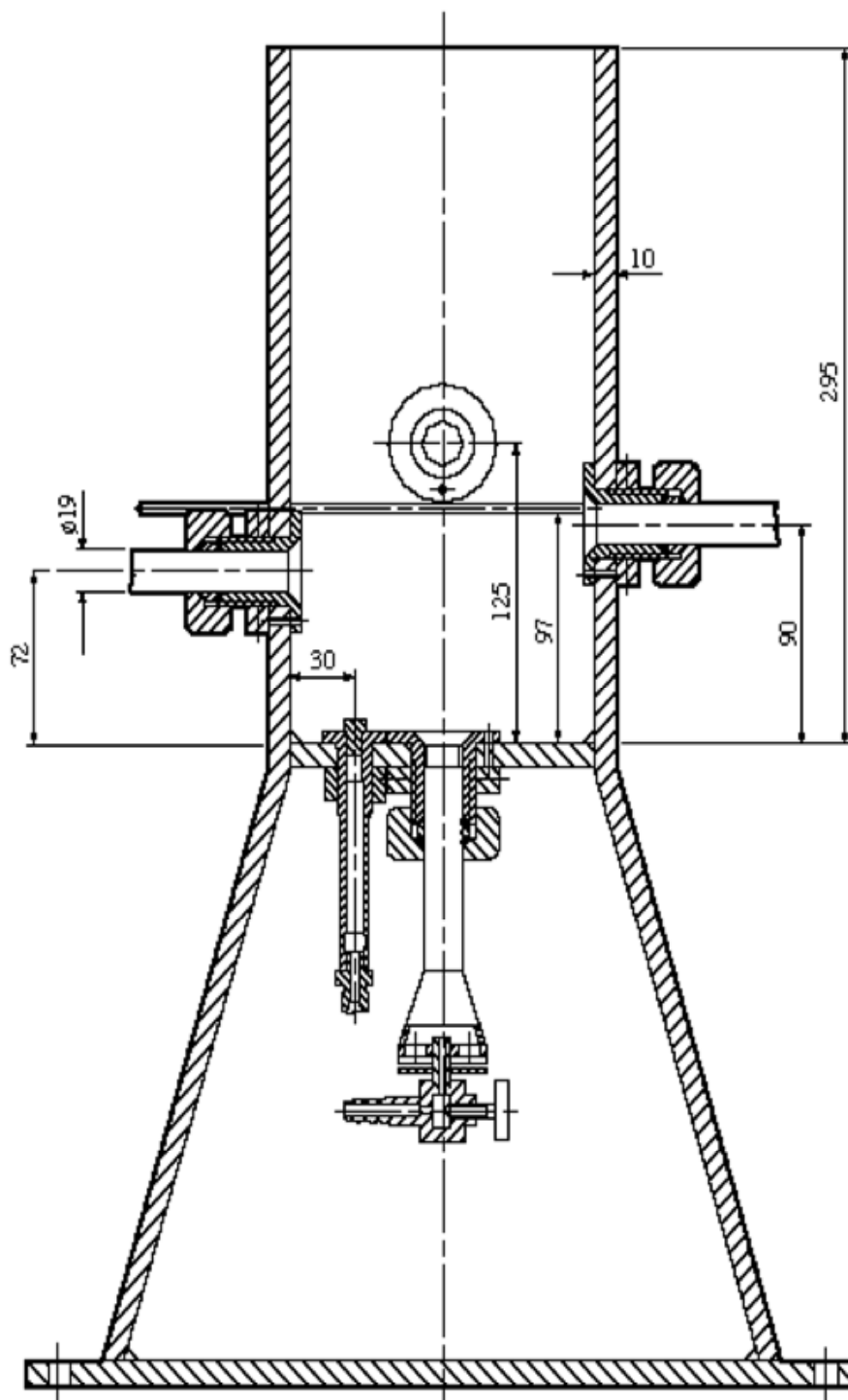


Figure 18.6.1.2 : ENCEINTE DE CHAUFFAGE ET DE PROTECTION

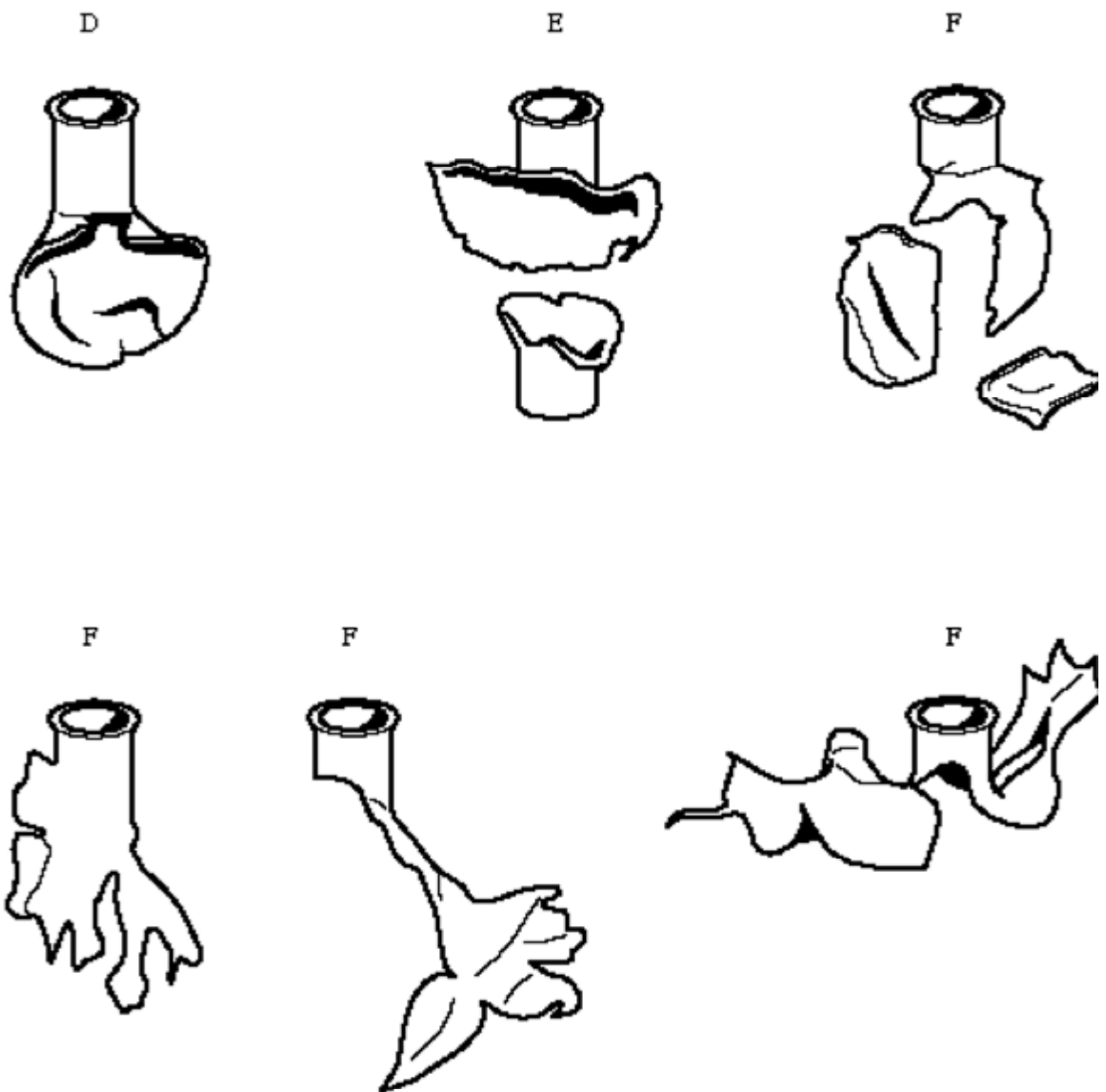


Figure 18.6.1.3 : EXEMPLES DES TYPES DE FRAGMENTATION D, E ET F

18.7 Série 8, Type d): Dispositions d'épreuve**18.7.1 Épreuve 8 d) : Épreuve du tube avec événement****18.7.1.1 Introduction**

Cette épreuve n'est pas destinée au classement mais elle figure dans le présent Manuel en tant que méthode visant à déterminer si une matière peut être transportée en citernes.

L'épreuve du tube avec événement sert à évaluer les effets de l'exposition à un feu important, sous confinement avec aération, d'une matière susceptible d'être classée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine.

18.7.1.2 Appareillage et matériels

On utilise le matériel suivant :

- a) Un tube en acier d'un diamètre de 31 ± 1 cm et d'une longueur de 61 ± 1 cm dont l'orifice inférieur est obturé à l'aide d'une plaque carrée soudée en acier doux de 38 cm de côté et de $10 \pm 0,5$ mm d'épaisseur. Une plaque semblable, munie en son centre d'un orifice de 78 mm de diamètre auquel est raccordé par soudure un tuyau en acier d'une longueur de 152 mm et d'un diamètre intérieur de 78 mm, est soudée sur l'orifice supérieur (voir la figure 18.7.1.1).
- b) Une grille métallique destinée à maintenir le tube rempli au-dessus du combustible dans une position permettant un chauffage efficace. Si l'on utilise un feu de lattes de bois entrecroisées, la grille doit être située à 1,0 m au-dessus du sol; si l'on utilise un feu d'hydrocarbure liquide, la grille doit être située à 0,5 m au-dessus du sol;
- c) Assez de combustible pour entretenir un feu pendant au moins 30 minutes ou, si nécessaire, pendant une durée largement suffisante pour faire réagir la matière;
- d) Des moyens d'allumage pour enflammer le combustible sur deux côtés : pour un feu de lattes de bois, par exemple, on utilisera du kérosène pour imprégner le bois et un allumeur pyrotechnique avec des copeaux de bois;
- e) Des caméras cinématographiques ou vidéo, pour l'enregistrement en couleurs de l'épreuve, pouvant de préférence fonctionner à grande vitesse et à vitesse normale;
- f) Des appareils de mesure de l'effet de souffle et du rayonnement et un matériel d'enregistrement adapté peuvent aussi être utilisés.

18.7.1.3 Mode opératoire

18.7.1.3.1 Le tube est rempli avec la matière à éprouver non tassée. La matière est emballée avec soin pour éviter que des cavités ne se forment. Le tube en acier est placé

verticalement sur la grille et il est maintenu de manière à éviter qu'il ne se renverse. Le combustible est placé sous la grille de manière à ce que le feu s'engouffre dans le tube. Des protections contre les vents latéraux peuvent être nécessaires afin d'éviter la dissipation de la chaleur. Diverses méthodes peuvent être utilisées pour le chauffage : pile de lattes de bois entrecroisées, combustible liquide ou gazeux produisant des flammes dont la température atteint au moins 800 °C.

18.7.1.3.2 Une méthode recommandée est celle du feu de bois, qui offre divers avantages : rapport air/combustible équilibré évitant le dégagement de fumées pouvant gêner l'observation et combustion d'une intensité et d'une durée suffisantes pour que la matière puisse éventuellement réagir. Le combustible peut par exemple être constitué de lattes de bois séchées à l'air (de section carrée d'environ 50 mm de côté), empilées en position entrecroisée sous la grille (à 1,0 m de hauteur par rapport au sol) et montant jusqu'à la base de la grille qui soutient le tube. L'appui de bois doit s'étendre au-delà du pourtour du tube jusqu'à au moins 1,0 m dans chaque direction et l'écart entre lattes doit être d'environ 100 mm.

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

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

18.7.1.3.5 Le système d'allumage est mis en place et le combustible est allumé simultanément de deux côtés, dont l'un doit être le côté situé au vent. L'épreuve ne doit pas être exécutée par vent de vitesse supérieure à 6 m/s. ***Le feu doit être allumé depuis un endroit sûr. Si le tube ne se brise pas, il faut laisser le système se refroidir avant de tout démonter avec soin et de vider le tube.***

18.1.7.3.6 Les observations doivent porter sur les points suivants :

- a) Preuve de l'explosion;
- b) Bruit intense; et
- c) Projection de fragments en provenance de la zone du feu.

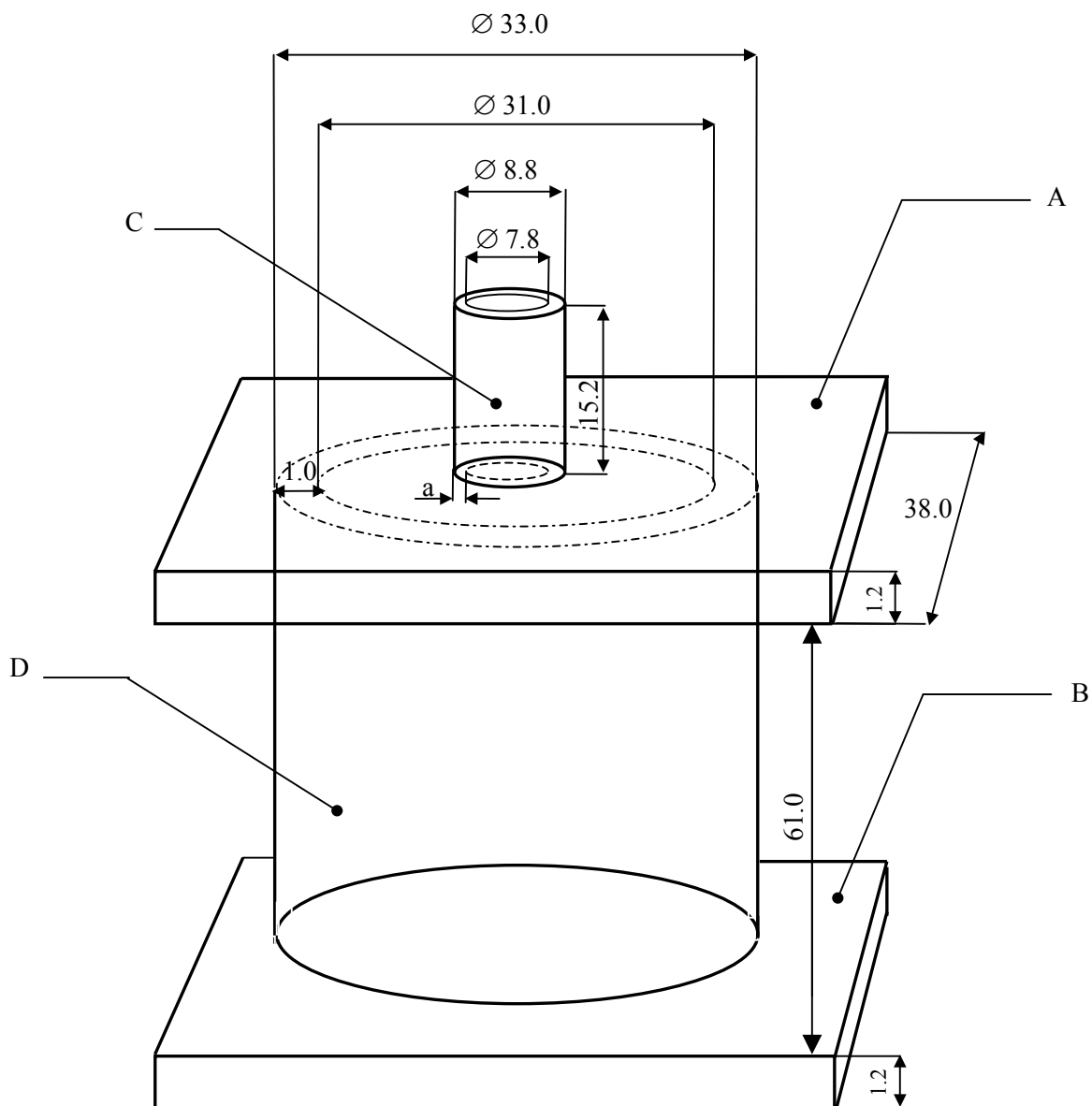
18.7.1.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

On considère que le résultat est positif "+" et que la matière ne doit pas être transportée en citernes si l'on observe une explosion ou une fragmentation du tube. On

considère que le résultat est négatif "-" en l'absence d'explosion ou de fragmentation du tube.

18.7.1.5 *Exemples de résultats*

(Réservé)



-
- (A) Plaque supérieure (Schedule 40 carbon (A53 grade B))
 - (B) Plaque inférieure (Schedule 40 carbon (A53 grade B))
 - (C) Tuyau en acier ($a = 0.5$ cm), (Schedule 40 carbon (A53 grade B))
 - (D) Tuyau en acier (Schedule 40 carbon (A53 grade B))
-

Figure 18.7.1.1 : ÉPREUVE DU TUBE AVEC ÉVENT

Section 30

30.1.1 Insérer les deux nouveaux alinéas suivants:

"a) Aérosols inflammables (voir section 31 du présent manuel et disposition spéciale 63 du chapitre 3.3 du Règlement type);".

Les alinéas a) à e) actuels, deviennent b) à f), respectivement.

"f) matières corrosives de la classe 8 (voir la section 37 du présent Manuel et le chapitre 2.8 du Règlement type);".

Les alinéas f) à g) actuels, deviennent h) à i), respectivement.

30.1.2 Modifier la dernière phrase comme suit: " Les sections 35 et 36 sont réservés, en vue... les classes 6 et 7, respectivement."

Section 31

"SECTION 31

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

31.1 Objet

31.1.1 La présente section présente le système ONU de classement des aérosols inflammables. Le texte doit être utilisé conjointement avec les principes de classement énoncés aux chapitres 2.2 et 3.3 (disposition spéciale 63) du Règlement type, les diagrammes de décision reproduits dans les figures 31.1, 31.2 et 31.3 et les méthodes d'épreuve décrites aux sous-sections 31.4, 31.5 et 31.6 du présent Manuel.

31.1.2 Les procédures d'épreuve décrites dans le présent document permettent d'évaluer de façon satisfaisante le danger relatif que représentent les aérosols inflammables, ce qui permet de procéder à un classement approprié.

31.1.3 Aux fins de la présente section, on entend par:

Aérosols ou générateurs d'aérosols, des récipients non rechargeables répondant aux prescriptions de la section 6.2.4 du Règlement type, faits de métal, de verre ou de matière plastique, contenant un gaz comprimé, liquéfié ou dissous sous pression, avec ou non un liquide, une pâte ou une poudre, et munis d'un dispositif de prélèvement permettant d'expulser le contenu en particules solides ou liquides en suspension dans un gaz, ou sous la forme de mousse, de pâte ou de poudre, ou encore à l'état liquide ou gazeux;

Composants inflammables, des liquides inflammables, solides inflammables, ou gaz ou mélanges de gaz inflammables. Cette désignation ne comprend pas les matières pyrophoriques, les matières auto-échauffantes et les matières qui réagissent au contact de l'eau.

NOTA 1: Par liquide inflammable on entend un liquide ayant un point d'éclair d'au plus 93 °C. Les méthodes d'épreuve pour déterminer le point d'éclair sont énoncées à la sous-section 32.4 du présent Manuel;

2: Pour la définition de solides inflammables voir le paragraphe 2.4.2.2 du Règlement type. Les procédures de classement, méthodes d'épreuve et critères relatifs aux solides inflammables de la division 4.1 sont énoncés à la sous-section 33.2 du présent Manuel;

3: Par gaz inflammable on entend un gaz ayant un domaine d'inflammabilité en mélange avec l'air à 20 °C et à la pression normale (101,3 kPa).

31.2 *Domaine d'application*

31.2.1 Les aérosols présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement énoncées au chapitre 3.3 (disposition spéciale 63) du Règlement type, et, en ce qui concerne l'inflammabilité, devraient être soumis à la procédure de classement de la présente section. La procédure de classement doit être appliquée avant que le nouveau produit ne soit présenté au transport.

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

31.3 *Procédure de classement des aérosols inflammables*

31.3.1 Les aérosols doivent être classés comme inflammables ou extrêmement inflammables sur la base de la valeur de la chaleur chimique de combustion et de leur contenu en composants inflammables, comme suit:

- a) Un aérosol est classé comme extrêmement inflammable s'il contient au moins 85 % de composants inflammables et si la chaleur chimique de combustion est égale ou supérieure à 30 kJ/g;
- b) Un aérosol est classé comme ininflammable s'il contient au plus 1 % de composants inflammables et si la chaleur chimique de combustion est inférieure à 20 kJ/g.

31.3.2 Dans le cas des aérosols vaporisés la classification doit être faite sur la base de la valeur de la chaleur chimique de combustion et des résultats de l'épreuve d'inflammation à distance, comme suit:

- a) Si la chaleur chimique de combustion est inférieure à 20 kJ/g:
 - i) l'aérosol est classé comme inflammable si l'inflammation se produit à une distance égale ou supérieure à 15 cm mais inférieure à 75 cm;
 - ii) l'aérosol est classé comme extrêmement inflammable si l'inflammation se produit à une distance égale ou supérieure à 75 cm;

- iii) Si aucune inflammation ne se produit, il faut recourir à l'épreuve d'inflammation dans un espace clos et dans ce cas, l'aérosol est classé comme inflammable si le temps d'inflammation est inférieur ou égal à 300 s/m³ ou si la densité de déflagration est inférieure ou égale à 300 g/m³; dans le cas contraire, l'aérosol est classé comme ininflammable;
- b) Si la chaleur effective de combustion est égale ou supérieure à 20 kJ/g, l'aérosol est classé comme extrêmement inflammable si l'inflammation se produit à une distance égale ou supérieure à 75 cm; dans le cas contraire, l'aérosol est classé comme inflammable.

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

31.3.4 Dans le cas des mousses d'aérosols, la classification doit être faite sur la base des résultats de l'épreuve d'inflammation des mousses d'aérosol (voir sous-section 31.6 du présent Manuel).

- a) Un aérosol doit être classé comme extrêmement inflammable si:
 - i) la hauteur de flamme est égale ou supérieure à 20 cm et la durée de flamme est égale ou supérieure à 2 s; ou
 - ii) la hauteur de flamme est égale ou supérieure à 4 cm. Et la durée de flamme est égale ou supérieure à 7 s.
- b) L'aérosol doit être classé comme inflammable si la hauteur de flamme est égale ou supérieure à 4 cm et la durée de flamme est égale ou supérieure à 2 cm.

31.3.5 Les critères de classement pour les aérosols, les aérosols vaporisés et les mousses d'aérosols sont résumés dans les diagrammes de décision reproduits dans les figures 31.1, 31.2 et 31.3 respectivement.

**Figure 31.1: PROCÉDURE GÉNÉRALE DE CLASSEMENT
DES AÉROSOLS INFLAMMABLES**

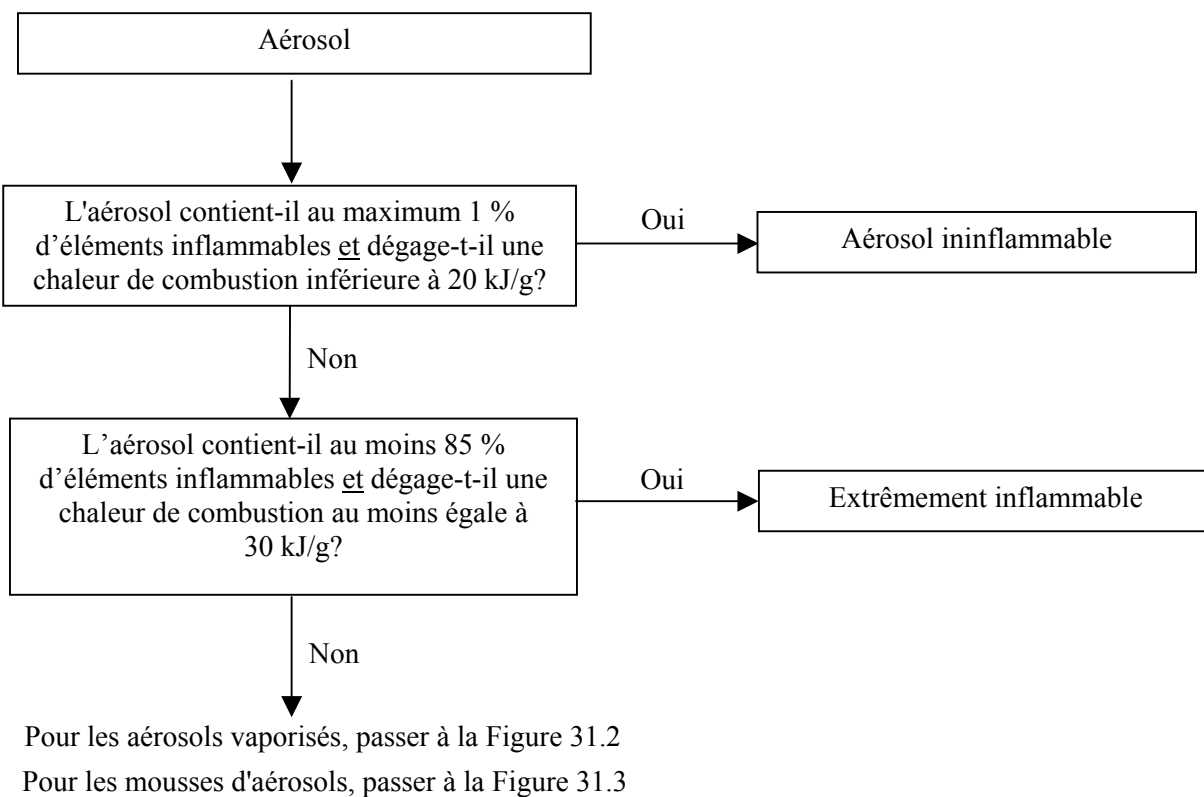


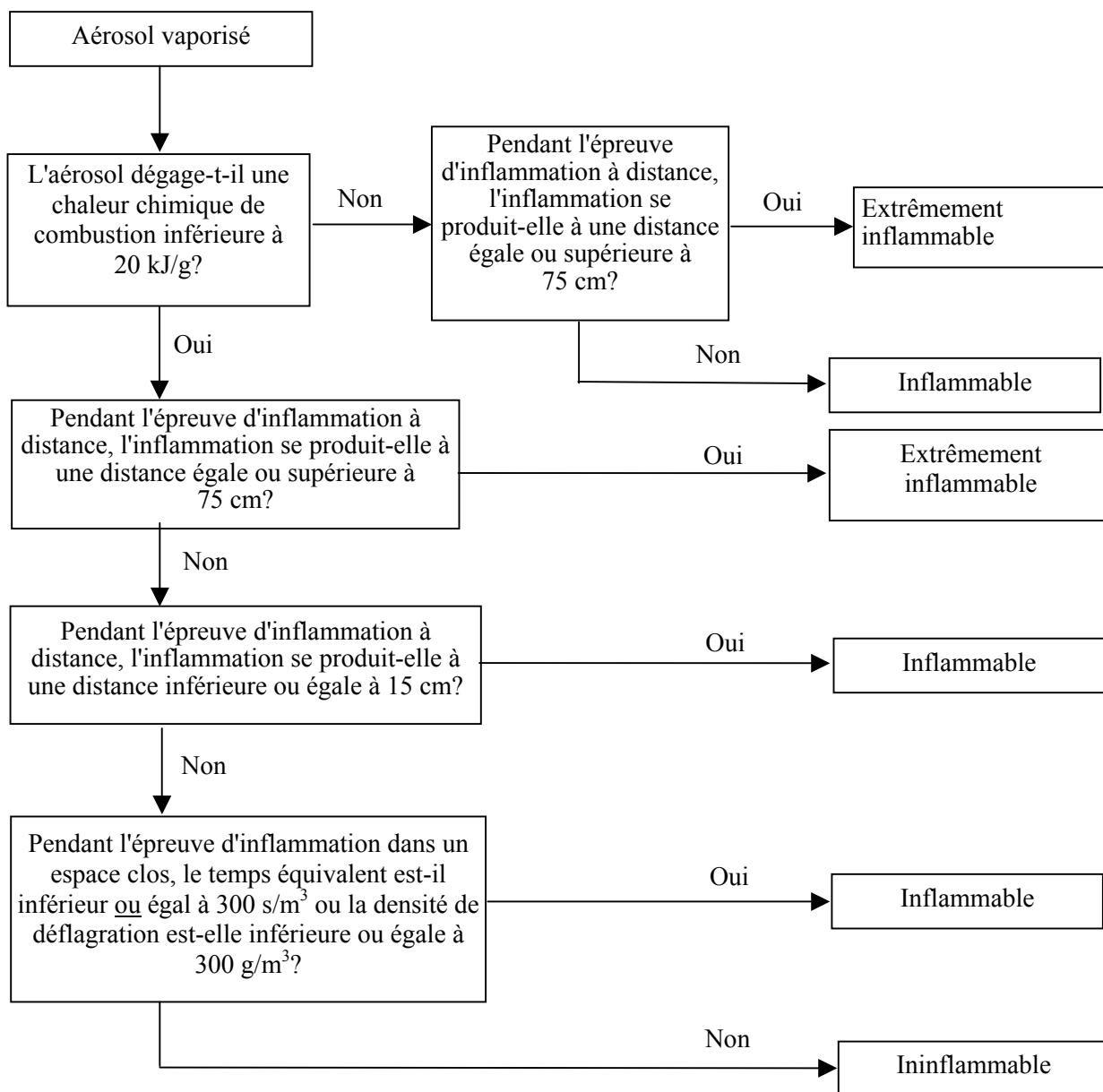
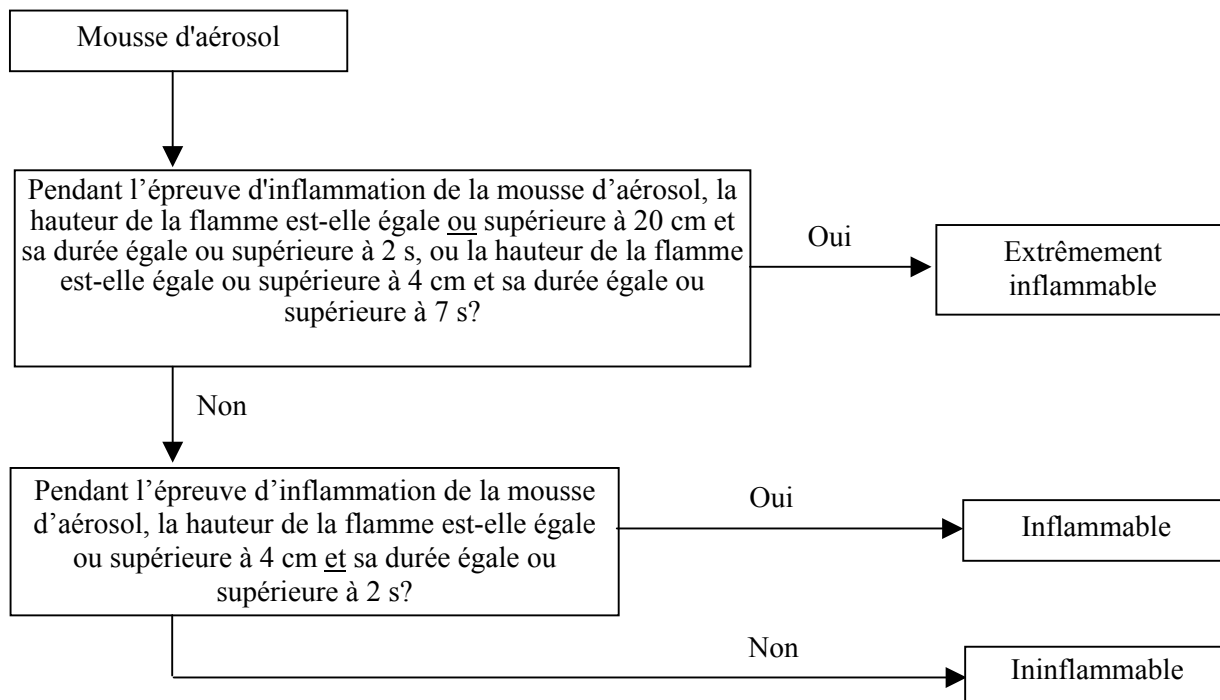
Figure 31.2: PROCÉDURE POUR LE CLASSEMENT DES AÉROSOLS VAPORISÉS

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



31.4 Épreuve d'inflammation à distance pour les aérosols vaporisés

31.4.1 Introduction

31.4.1.1 Cette épreuve sert à déterminer la distance d'inflammation d'un aérosol vaporisé afin de définir son inflammabilité. L'aérosol est vaporisé en direction d'une source d'inflammation, de 15 cm en 15 cm, pour voir s'il fait l'objet d'une inflammation et d'une combustion entretenue. Par "inflammation et combustion entretenue", on entend le maintien d'une flamme stable pendant au moins 5 s. Par "source d'inflammation" on entend un bec Bunsen produisant une flamme bleue, non lumineuse, de 4 à 5 cm de haut.

31.4.1.2 La présente épreuve vise les générateurs d'aérosol ayant une portée égale ou supérieure à 15 cm. Les générateurs d'aérosol ayant une portée inférieure à 15 cm, c'est à dire ceux contenant une mousse, un gel ou une pâte, ou encore ceux munis d'un doseur ne sont pas visés par la présente épreuve. Les générateurs d'aérosol contenant une mousse, un gel ou une pâte doivent être soumis à l'épreuve d'inflammation des mousses d'aérosol.

31.4.2 Appareillage et matériel

31.4.2.1 L'appareillage suivant est nécessaire:

Bain d'eau maintenu à 20 °C	(précision: ± 1 °C)
Balance de laboratoire étalonnée	(précision: ± 0,1 g)
Chronomètre	(précision: ± 0,2 s)
Échelle graduée, avec support et pince	(graduée en cm)
Bec Bunsen avec support et pince	
Thermomètre	(précision: ± 1 °C)
Hygromètre	(précision: ± 5 %)
Baromètre	(précision: ± 0,1 bar)

31.4.3 Procédure

31.4.3.1 *Prescriptions générales*

31.4.3.1.1 Avant l'épreuve, chaque générateur d'aérosol doit être conditionné puis amorcé par pulvérisation pendant environ une seconde afin de chasser toute matière non homogène contenue dans le tube plongeur.

31.4.3.1.2 Les consignes doivent être strictement appliquées y compris quand le générateur d'aérosol est prévu pour être utilisé debout ou la tête en bas. Si le générateur d'aérosol doit être secoué, ceci doit se faire immédiatement avant l'épreuve.

31.4.3.1.3 L'épreuve doit être effectuée dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré, à une température de 20 ± 5 °C et une humidité relative comprise entre 30 et 80 %.

31.4.3.1.4 Chaque générateur d'aérosol doit subir:

- (a) Lorsqu'il est plein, la totalité des épreuves, le bec Bunsen étant placé à une distance comprise entre 15 et 90 cm de la valve du générateur d'aérosol;

- (b) Lorsqu'il contient 10 à 12 % de sa masse nominale, une seule épreuve, le bec Bunsen étant placé soit à 15 cm de la valve si le générateur d'aérosol plein ne s'était pas enflammé, soit à la distance d'inflammation d'un générateur plein, augmentée de 15 cm.

31.4.3.1.5 Pendant l'épreuve, le générateur d'aérosol doit être placé dans la position indiquée dans les consignes. La source d'inflammation doit être positionnée en conséquence.

31.4.3.1.6 La procédure ci-dessous prévoit la vaporisation, de 15 cm en 15 cm, entre la flamme du bec Bunsen et la valve du générateur d'aérosol, dans une fourchette comprise entre 15 et 90 cm. Il est conseillé de commencer à une distance de 60 cm entre la flamme et la valve du générateur d'aérosol. Cette distance doit ensuite être augmentée de 15 cm lorsque l'aérosol a une distance d'inflammation de 60 cm. En revanche, elle doit être diminuée de 15 cm en cas de non-inflammation à 60 cm. La procédure vise à déterminer la distance maximale séparant la valve du générateur d'aérosol de la flamme du bec Bunsen, qui entraîne une combustion soutenue de l'aérosol ou à déterminer que l'inflammation ne serait pas possible si la flamme et la valve n'étaient séparées que de 15 cm.

31.4.3.2 *Procédure d'épreuve*

- a) Au moins trois générateurs d'aérosol pleins par produit doivent être conditionnés à une température de $20^{\circ} \pm 1^{\circ} \text{C}$, et plongés à 95 % dans de l'eau, au moins pendant 30 min avant chaque épreuve (en cas d'immersion totale, 30 min suffisent);
- b) Suivre les prescriptions générales. Enregistrer la température et l'humidité relatives de la pièce;
- c) Peser un générateur d'aérosol et noter sa masse;
- d) Calculer la pression interne et le débit initial à une température de $20^{\circ} \pm 1^{\circ} \text{C}$ (afin d'éliminer les générateurs d'aérosol mal ou partiellement remplis);
- e) Placer le bec Bunsen sur une surface horizontale et plane ou le fixer à un support au moyen d'une pince;
- f) Allumer le bec Bunsen de façon à obtenir une flamme non lumineuse d'environ 4 à 5 cm de haut;
- g) Placer l'orifice de la valve du générateur d'aérosol à la distance requise de la flamme. Le générateur d'aérosol doit être placé dans la position dans laquelle il est censé être utilisé, par exemple debout ou la tête en bas;
- h) Mettre au même niveau l'orifice de la valve et la flamme du bec Bunsen, en s'assurant que l'orifice est bien dirigé vers la flamme (voir figure 31.4.1). L'aérosol doit être expulsé dans la moitié supérieure de la flamme;

- i) Respecter les prescriptions générales en ce qui concerne la façon dont le générateur d'aérosol doit être secoué;
- j) Actionner la valve du générateur d'aérosol de façon à obtenir une pulvérisation pendant 5 s, sauf si l'aérosol s'enflamme. Si tel est le cas, continuer à pulvériser l'aérosol et maintenir la flamme pendant 5 s, à compter du moment de l'inflammation;
- k) Noter si l'inflammation s'est produite aux différentes distances entre le bec Bunsen et le générateur d'aérosol dans le tableau prévu à cet effet;
- l) Si aucune inflammation ne se produit pendant l'étape j), l'aérosol doit être essayé dans d'autres positions, par exemple la tête en bas pour des générateurs censés être utilisés debout, pour voir si l'inflammation se produit;
- m) Recommencer les étapes g) à l) deux fois (soit trois fois au total) pour le même générateur d'aérosol, et à la même distance entre le bec Bunsen et la valve du générateur;
- n) Recommencer la procédure d'épreuve pour deux autres générateurs d'aérosol contenant le même produit, à la même distance entre le bec Bunsen et la valve du générateur;
- o) Recommencer les étapes g) à n) de la procédure d'essai à une distance comprise entre 15 et 90 cm entre la valve du générateur d'aérosol et la flamme du bec Bunsen, en fonction du résultat de chaque épreuve (voir aussi 31.4.3.1.4 et 31.4.3.1.5);
- p) Si l'aérosol ne s'enflamme pas à une distance de 15 cm, la procédure est close pour les générateurs initialement pleins. La procédure est aussi close si l'aérosol fait l'objet d'une inflammation et d'une combustion soutenue à une distance de 90 cm. Si l'aérosol ne s'enflamme pas à une distance de 15 cm, il faut indiquer dans le procès-verbal que l'inflammation n'a pas eu lieu. Dans tous les autres cas, c'est la distance maximale entre le bec Bunsen et la valve du générateur d'aérosol, à laquelle l'aérosol a fait l'objet d'une inflammation et d'une combustion soutenue, qui est considérée comme la distance d'inflammation;
- q) Il faut aussi faire subir une épreuve à trois générateurs d'aérosol remplis à 10 ou 12 % de leur contenance nominale. La distance entre la valve de ces générateurs et la flamme du bec Bunsen doit être la même que pour les générateurs pleins, augmentée de 15 cm;
- r) Pulvériser le contenu d'un générateur d'aérosol rempli à 10 ou 12 % de sa masse nominale par pulvérisations d'une durée de 30 s maximum. Attendre au moins 300 s entre chaque pulvérisation. Pendant ce laps de temps, le générateur doit être remis dans le bain d'eau aux fins de conditionnement;

- s) Recommencer les étapes g) à n) sur des générateurs d'aérosol remplis à 10 ou 12 % de leur contenance nominale, en sautant les étapes l) et m). Cette étape doit être réalisée alors que le générateur d'aérosol est placé dans une seule position, par exemple debout ou la tête en bas, qui doit être la même que celle dans laquelle l'inflammation s'est produite, si l'inflammation s'est effectivement produite;
- t) Noter tous les résultats dans le tableau 31.4, comme indiqué ci-dessous;

31.4.3.2.1 Toutes les épreuves doivent être exécutées sous une hotte aspirante, dans un local pouvant être aéré. La hotte et la pièce peuvent être aérées pendant au moins 3 min après chaque épreuve. Prendre toutes les précautions nécessaires pour éviter d'inhaler les produits de combustion.

31.4.3.2.2 Les générateurs d'aérosol remplis à 10 ou 12 % de leur contenance nominale ne doivent subir l'épreuve qu'une seule fois. Dans les tableaux, un seul résultat par générateur d'aérosol suffit.

31.4.3.2.3 Dans les cas où les résultats de l'épreuve sont négatifs lorsque le générateur d'aérosol a été essayé dans la position d'utilisation normale, l'épreuve doit être répétée dans la position du générateur d'aérosol dans laquelle les résultats ont le plus de chance d'être positives.

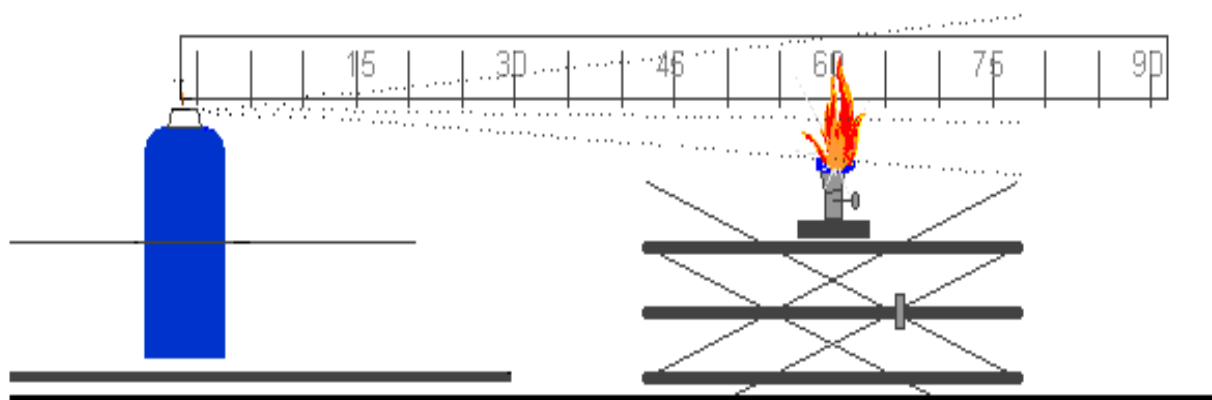
31.4.4 Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

31.4.4.1 Tous les résultats doivent être enregistrés. Le tableau 31.4 ci-dessous est un exemple de "tableau de résultats" pouvant être utilisé.

31.4.4.2 Les aérosols vaporisés doivent être classés comme inflammables, extrêmement inflammables ou ininflammables conformément aux critères suivants:

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

Figure 31.4.1



31.5 Épreuve d'inflammation dans un espace clos

31.5.1 Introduction

31.5.1.1 La présente épreuve sert à déterminer l'inflammabilité, dans un espace clos, des produits vaporisés par les générateurs d'aérosol. Le contenu d'un générateur d'aérosol est vaporisé dans un récipient d'essai cylindrique contenant une bougie allumée. S'il se produit une inflammation visible, on note le temps écoulé et la quantité d'aérosol vaporisée.

31.5.2 *Appareillage et matériel*

31.5.2.1 L'appareillage suivant est nécessaire:

Chronomètre	(précision: $\pm 0,2$ s)
Bain d'eau maintenu à 20 °C	(précision: ± 1 °C)
Balance de laboratoire étalonnée	(précision: $\pm 0,1$ g)
Thermomètre	(précision: ± 1 °C)
Hygromètre	(précision: ± 5 %)
Baromètre	(précision: $\pm 0,1$ bar)
Récipient d'essai cylindrique	(voir ci-dessous).

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

31.5.2.2.1 Un récipient cylindrique d'une contenance d'environ 200 dm³ (55 gallons) et d'environ 600 mm de diamètre par 720 mm de long, ouvert à une extrémité, doit être modifié comme suit:

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

Étirer le film sur l'extrémité ouverte du fût et le maintenir en place au moyen d'une bande élastique. L'élasticité de la bande doit être telle que lorsqu'elle est placée autour du fût posé sur le côté, elle ne s'étire que de 25 mm sous une masse de 0,45 kg placée en son point le plus bas. Inciser le film sur 25 mm, en commençant à 50 mm du bord du fût. S'assurer que le film est tendu;

- c) À l'autre extrémité du fût, percer un trou de 50 mm de diamètre, à 100 mm du bord, de telle sorte que cet orifice soit le point le plus haut lorsque le récipient est posé à plat et prêt pour l'épreuve (Figure 31.5.1);
- d) Sur un support métallique de 200 mm x 200 mm, placer une bougie à la cire de paraffine mesurant entre 20 et 40 mm de diamètre et 100 mm de haut. Remplacer la bougie quand sa hauteur descend en dessous de 80 mm. La flamme de la bougie est protégée de l'aérosol par un déflecteur de 150 mm de large sur 200 mm de haut, incliné à 45° à partir d'une hauteur de 150 mm au-dessus de l'embase du déflecteur (Figure 31.5.2);
- e) La bougie placée sur le support métallique doit être située à mi-distance entre les deux extrémités du fût (Figure 31.5.3);

- f) Le fût est posé à même le sol ou sur un support, dans un endroit où la température est comprise entre 15° et 25 °C. L'aérosol soumis à l'épreuve est vaporisé à l'intérieur du fût, d'une contenance approximative de 200 dm³, dans lequel sera placée la source d'inflammation.

Figure 31.5.1

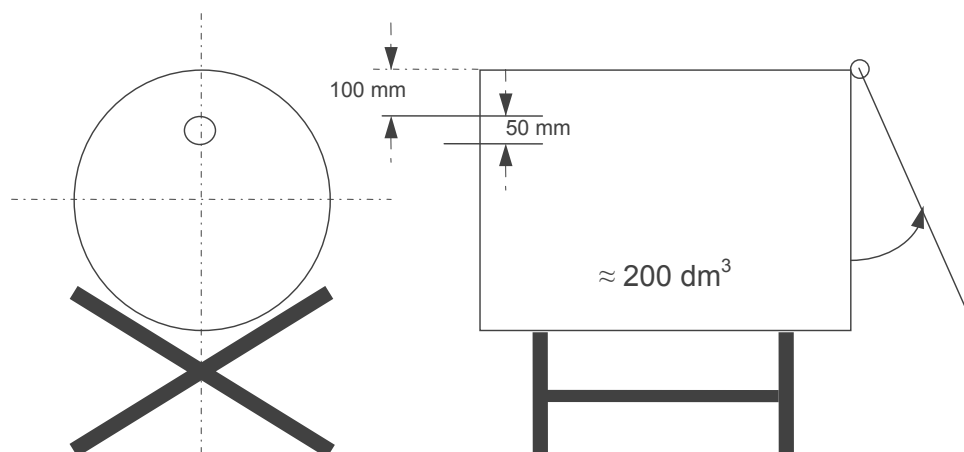


Figure 31.5.2

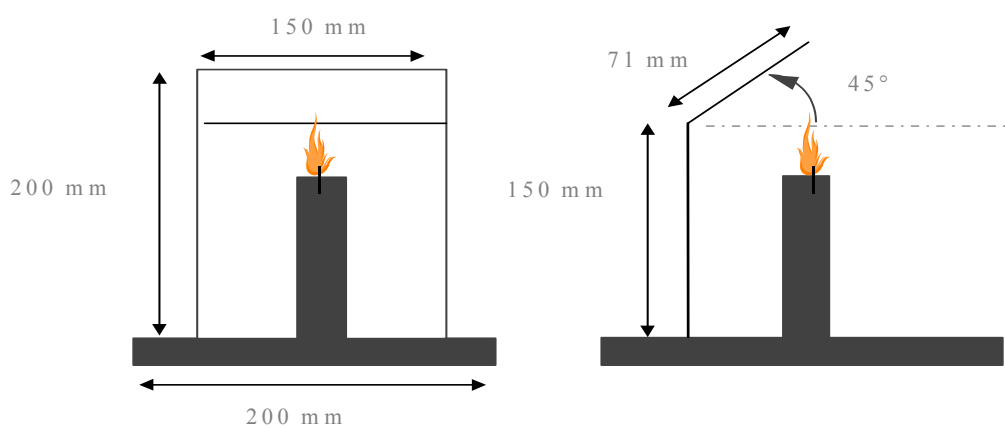
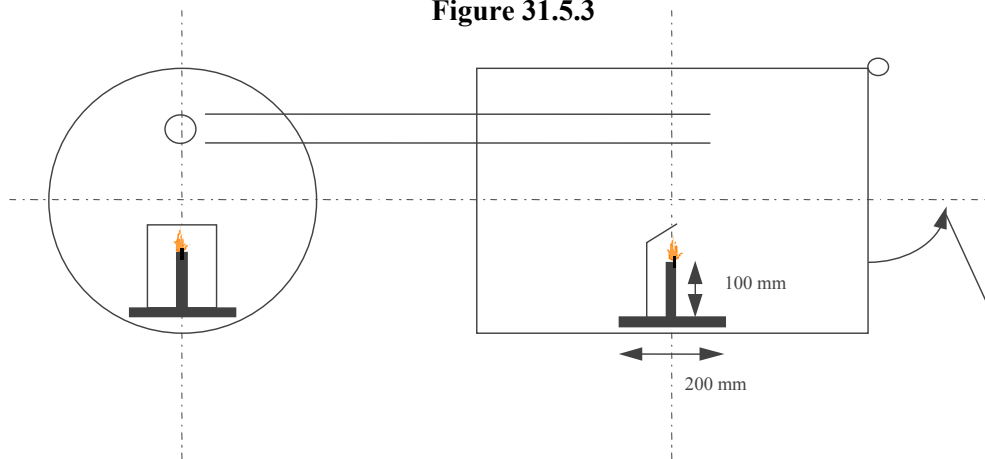


Figure 31.5.3



31.5.2.2.2 Normalement, le produit quitte le générateur d'aérosol selon un angle de 90° par rapport à l'axe vertical du générateur. Les aménagements et la procédure décrits ici valent pour ce modèle. Pour les modèles de générateur d'aérosol inhabituels (par exemple à vaporisation verticale), il faut noter les modifications apportées au matériel et à la procédure conformément aux bonnes pratiques de travail en laboratoire, par exemple celles de la norme ISO/CEI 17025:1999 Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

31.5.3 Procédure

31.5.3.1 Prescriptions générales

31.5.3.1.1 Avant l'épreuve, chaque générateur d'aérosol doit être conditionné puis amorcé par pulvérisation pendant environ une seconde, afin de chasser toute matière non homogène contenue dans le tube plongeur.

31.5.3.1.2 Les consignes doivent être strictement appliquées y compris quand le générateur d'aérosol est prévu pour être utilisé debout ou la tête en bas. Si le générateur d'aérosol doit être secoué, ceci doit se faire immédiatement avant l'épreuve.

31.5.3.1.3 L'épreuve doit être effectuée dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré, à une température de 20 ± 5 °C et une humidité relative comprise entre 30 et 80 %.

31.5.3.2 Procédure d'épreuve

- a) Au moins trois générateurs d'aérosol pleins par produit doivent être conditionnés à une température de 20 ± 1 °C dans un bain d'eau, dans lequel ils sont immergés à au moins 95 %, pendant au moins 30 min (en cas d'immersion totale, 30 min suffisent);
- b) Mesurer ou calculer le volume réel du fût, en dm³;
- c) Respecter les prescriptions générales. Enregistrer la température et l'humidité relative de la pièce;
- d) Déterminer la pression intérieure et le débit initial à une température de 20 ± 1 °C (afin d'éliminer les générateur d'aérosol mal ou partiellement remplis);
- e) Peser l'un des générateurs d'aérosol et noter sa masse;
- f) Allumer la bougie et mettre en place le système de fermeture (couvercle ou film de plastique);
- g) Placer l'orifice de la valve du générateur d'aérosol à 35 mm – ou plus près encore s'il s'agit d'un générateur d'aérosol à champ de vaporisation large – du centre de l'orifice percé dans le fût. Déclencher le chronomètre et, conformément aux consignes, diriger le jet vers le centre de l'extrémité opposée (couvercle ou film de plastique). Le générateur d'aérosol doit être placé dans la position dans lequel il est censé être utilisé, par exemple debout ou la tête en bas;

- h) Vaporiser jusqu'à inflammation de l'aérosol. Arrêter le chronomètre et noter le temps écoulé. Peser à nouveau générateur d'aérosol et noter sa masse;
- i) Aérer et nettoyer le fût afin d'en ôter tout résidu susceptible de fausser les résultats des essais suivants. Si nécessaire, laisser refroidir le fût;
- j) Recommencer les étapes d) à i) de la procédure sur deux autres générateurs d'aérosol contenant le même produit (soit trois au total. Note: chaque générateur ne subit l'épreuve qu'une fois).

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

31.5.4.1 Un procès-verbal d'épreuve comportant au moins les indications suivantes doit être établi:

- a) Nature du produit soumis à l'épreuve et références de ce produit;
- b) Pression intérieure et débit du générateur d'aérosol;
- c) Température et hygrométrie relative de l'air dans la pièce;
- d) Pour chaque épreuve, temps de vaporisation (en s) nécessaire pour l'inflammation de l'aérosol (si l'aérosol ne s'enflamme pas, le préciser);
- e) Masse du produit vaporisé lors de chaque épreuve (en g);
- f) Volume réel du fût (en dm³);

31.5.4.2 Le temps équivalent (t_{eq}) nécessaire à l'inflammation d'un mètre cube peut se calculer comme suit:

$$t_{eq} = \frac{1000 \times \text{temps de vaporisation (s)}}{\text{volume réel du fût (dm}^3\text{)}}$$

31.5.4.3 La densité de déflagration (D_{def}) nécessaire à l'inflammation pendant l'épreuve peut aussi se calculer comme suit:

$$D_{def} = \frac{1000 \times \text{masse de produit vaporisé (g)}}{\text{volume réel du fût (dm}^3\text{)}}$$

31.5.4.4 Un aérosol avec une chaleur chimique de combustion inférieure à 20 kJ/g pour lequel aucune inflammation ne se produit lors de l'épreuve d'inflammation à distance (voir sous-section 31.4 du présent Manuel) est classé comme inflammable si le temps équivalent est inférieur ou égal à 300 s/m³ ou si la densité de déflagration est inférieure ou égale à 300 g/m³; dans le cas contraire, l'aérosol est classé comme ininflammable.

31.6 Épreuve d'inflammation des mousses d'aérosol

31.6.1 Introduction

31.6.1.1 La présente épreuve sert à déterminer l'inflammabilité d'un aérosol vaporisé sous forme de mousse, de gel ou de pâte. Un aérosol se présentant sous forme de mousse, de gel ou de pâte est pulvérisé (environ 5 g) sur un verre de montre sous lequel est placée une source d'inflammation (bougie, allumette ou briquet, par exemple) pour surveiller l'inflammation et la combustion soutenue éventuelle de la mousse, du gel ou de la pâte. On entend par "inflammation" la présence d'une flamme stable durant au moins 2 s et mesurant au moins 4 cm de hauteur.

31.6.2 Appareillage et matériel

31.6.2.1 L'appareillage suivant est nécessaire:

Échelle graduée (support et pince)	(graduations en cm)
Verre de montre résistant au feu, d'environ 150 mm de diamètre	
Chronomètre	(précision: $\pm 0,2$ s)
Bougie, allumette ou briquet, par exemple	
Balance de laboratoire étalonnée	(précision: $\pm 0,1$ g)
Bain d'eau maintenu à 20 °C	(précision: ± 1 °C)
Thermomètre	(précision: ± 1 °C)
Hygromètre	(précision: ± 5 %)
Baromètre	(précision: $\pm 0,1$ bar)

31.6.2.2 Le verre de montre est posé sur un support résistant au feu, dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré après chaque épreuve. L'échelle graduée est positionnée exactement derrière le verre de montre et maintenue verticale au moyen d'un support et d'une pince.

31.6.2.3 L'échelle graduée est positionnée de telle sorte que son point zéro coïncide avec la base du verre de montre sur un plan horizontal.

31.6.3 Procédure

31.6.3.1 Prescriptions générales

31.6.3.1.1 Avant l'épreuve, chaque générateur d'aérosol doit être conditionné puis amorcé par pulvérisation pendant environ 1 s afin de chasser toute matière non homogène du tube plongeur.

31.6.3.1.2 Les consignes doivent être strictement appliquées y compris quand le générateur d'aérosol est prévu pour être utilisé debout ou la tête en bas. Si le générateur d'aérosol doit être secoué, ceci doit se faire immédiatement avant l'épreuve.

31.6.3.1.3 Les épreuves doivent être effectuées dans un local à l'abri des courants d'air mais pouvant être aéré, à une température de $20^{\circ} \pm 5$ °C et une humidité relative comprise entre 30 et 80 %.

31.6.3.2 *Procédure d'épreuve*

- a) Au moins quatre générateurs d'aérosol pleins par produit sont conditionnés à une température de $20^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$, et immergés à au moins 95 % dans l'eau pendant au moins 30 min avant chaque épreuve (en cas d'immersion totale, 30 min suffisent);
- b) Suivre les prescriptions générales. Relever la température et l'humidité relative du local;
- c) Déterminer la pression interne à une température de $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$, afin d'éliminer les générateurs d'aérosol mal ou partiellement remplis;
- d) Déterminer le débit du générateur d'aérosol de façon à mieux évaluer la quantité d'aérosol pulvérisée;
- e) Peser un générateur d'aérosol et noter sa masse;
- f) Compte tenu de la quantité d'aérosol pulvérisée ou du débit, et conformément aux consignes du fabricant, vaporiser environ 5 g d'aérosol au centre d'un verre de montre propre, de façon à constituer un monticule d'une hauteur maximum de 25 mm;
- g) Dans les cinq secondes suivant la fin de la vaporisation, placer la source d'inflammation au bord de l'échantillon et simultanément déclencher le chronomètre. Si nécessaire, éloigner la source d'inflammation du bord de l'échantillon au bout de deux secondes environ pour s'assurer que l'inflammation a bien eu lieu. Si l'échantillon n'est manifestement pas enflammé, remettre la source d'inflammation au bord de l'échantillon;
- h) En cas d'inflammation, noter les renseignements suivants:
 - i) Hauteur maximum de la flamme, en cm, au-dessus de la base du verre de montre;
 - ii) Durée de la flamme en secondes;
 - iii) Sécher et repeser le générateur d'aérosol et calculer la masse d'aérosol vaporisée;
- i) Aérer le local d'épreuve immédiatement après chaque épreuve;
- j) Si l'inflammation ne se produit pas et que l'aérosol vaporisé reste sous forme de mousse ou de pâte pendant toute l'épreuve, recommencer les étapes e) à i) au bout de 30 secondes, d'une minute, de deux minutes ou de quatre minutes, replacer la source d'inflammation à proximité de l'échantillon;
- k) Recommencer les étapes e) à j) deux fois (soit un total de trois) sur le même générateur d'aérosol;

- l) Recommencer les étapes e) à k) sur deux autres générateurs d'aérosol (soit trois générateurs) contenant le même produit.

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

31.6.4.1 Un procès-verbal d'épreuve comportant au moins les indications suivantes doit être établi:

- a) Inflammabilité du produit;
- b) Hauteur maximum de la flamme en cm;
- c) Durée de la flamme en secondes;
- d) Masse du produit soumis à l'épreuve;

31.6.4.2 L'aérosol doit être classé comme extrêmement inflammable si la hauteur de flamme est supérieure ou égale à 20 cm et la durée de flamme est supérieure ou égale à 2 s; ou si la durée de flamme est supérieure ou égale à 7 s et la hauteur de flamme est supérieure ou égale à 4 cm."

Section 33

33.4.1.3.1 Remplacer la deuxième phrase de ce paragraphe par la phrase suivante:
"Dans le cas d'une matière pyrophorique, l'essai doit être exécuté sous atmosphère d'azote."

Section 37

Remplacer le texte entre crochets à la page 365 (version française) avec le texte suivant:

"SECTION 37

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

37.1 Objet

37.1.1 Cette section présente le système ONU de classement des matières corrosives de la classe 8 du point de vue de leur corrosivité (voir les sections 2.8.1 et 2.8.2 du Règlement type). La méthode d'épreuve pour la corrosivité est décrite à la sous-section 37.4 du présent Manuel. La méthode pour la détermination de la corrosion dermique figure dans la ligne directrice 404 de l'OCDE et les critères pour le classement figurent au chapitre 2.8 du Règlement type. S'il est démontré qu'une matière est corrosive pour la peau, il n'est pas nécessaire, aux fins de classement, d'effectuer des épreuves pour déterminer la corrosivité pour les métaux.

37.2 Domaine d'application

37.2.1 Les nouveaux produits présentés au transport doivent être soumis aux épreuves de classement mentionnées au paragraphe 2.8.2.5 c) ii) du Règlement type, à moins qu'il ne soit impossible (par exemple à cause des propriétés physiques de la matière) d'exécuter les épreuves. Les matières qui ne peuvent être éprouvées devraient être classées par analogie avec des rubriques existantes. La procédure de classement doit être appliquée avant qu'un produit nouveau ne soit présenté au transport.

37.3 Procédure de classement

Les procédures d'épreuve suivantes ont été conçues pour évaluer le danger de corrosivité aux fins d'un classement approprié pour le transport.

37.4 Méthode d'épreuve pour déterminer la corrosivité pour les métaux

37.4.1 Introduction

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

37.4.1.2 Appareillage et matériel

Pour l'exposition à la matière corrosive à classer, il doit être produit des éprouvettes constituées de plaquettes de 2 mm d'épaisseur, faites des matériaux suivants:

- Aluminium des types non revêtus 7075-T6 ou AZ5GU-T6;
- Acier des types S235JR+CR (1.0037, respectivement St 37-2), S275J2G3+CR (1.0144, respectivement St 44-3), ISO 3574, "Unified Numbering System (UNS) G10200 ou SAE 1020. (Voir Figure 37.4.1).

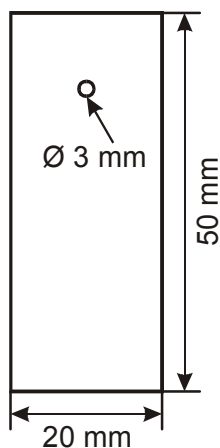


Figure 37.4.1: Éprouvette

Au moins trois jeux d'éprouvettes doivent être utilisées pour chaque matériau (aluminium, acier). On utilise un réacteur cylindrique (en verre ou en PTFE) du modèle représenté à la figure 37.4.2 avec trois cols de dimension appropriée, NS29/32 par exemple, ainsi qu'un col NS14 pour recevoir l'échantillon (voir figure 37.4.1), et un quatrième col de dimension suffisante pour recevoir le réfrigérant à reflux. L'entrée d'air dans le récipient doit être garantie à tout moment. Les échantillons d'aluminium et d'acier doivent être mis à l'épreuve dans des réacteurs différents. Pour éviter la perte de liquide, un réfrigérant à reflux est accordé au réacteur (voir figure 37.4.2).



Figure 37.4.2: Réacteur avec réfrigérant à reflux

Pour l'épreuve de corrosion, on doit disposer d'une quantité minimale de matière corrosive à classer de 1,5 l pour que l'agent ne soit pas épuisé avant la fin de la durée d'exposition. Une épreuve durant très longtemps sans que l'on change de solution peut parfois conduire à des résultats négatifs. Pour obtenir des résultats justes et éviter d'avoir à recommencer les épreuve, il faut tenir compte des remarques suivantes :

- a) De la solution fraîche doit être apportée tout au long de l'épreuve ;
- b) Le volume de la solution doit être suffisamment important pour éviter toute modification appréciable de sa corrosivité pendant l'épreuve ;

NOTA: Si des problèmes sont prévisibles, la solution doit être analysée de manière à déterminer dans quelle mesure sa composition a varié, comme cela peut se produire en cas d'évaporation ou d'épuisement de la solution.

37.4.1.3 Mode opératoire

Les échantillons de tôle métallique doivent être polis avec un abrasif de grain 120. Après enlèvement des restes de ponçage à l'alcool dans un bain à ultrasons et dégraissage à l'acétone, les échantillons métalliques doivent être pesés à $\pm 0,0002$ g près. Il ne doit pas être exécuté de traitement chimique de la surface (décapage, attaque, etc.) pour éliminer les défauts de surface (inhibition, passivation). Les éprouvettes doivent être suspendues à l'intérieur du réacteur avec des fils en PTFE non extrudés. Il ne doit pas être utilisé de fil métallique. Les essais sur les métaux ainsi préparés doivent être entrepris le jour même pour prévenir la réformation de la couche d'oxyde sauf si des mesures appropriées sont prises pour protéger les échantillons en vue des prochaines épreuves. Pour chaque

épreuve, une éprouvette de métal doit être immergée dans le liquide, une autre plongée à moitié et une troisième suspendue dans la phase gazeuse. La distance entre le bord supérieur de l'éprouvette immergée et la surface du liquide doit être de 10 mm. Les pertes de liquide doivent être évitées.

La température d'épreuve, à savoir $55\text{ °C} \pm 1$, doit être maintenue tout au long de l'épreuve y compris dans la phase gazeuse.

Les éprouvettes sont exposées à ces conditions stables pendant une durée minimale d'une semaine (168 h \pm 1 heure). Après l'achèvement de l'essai, les éprouvettes doivent être rincées et nettoyées avec une brosse à poils synthétiques ou naturels (non métalliques). Dans le cas des résidus non enlevables par des moyens mécaniques (produits de corrosion ou dépôts adhérents) des solutions de décapage stabilisées doivent être utilisées. Dans ces cas, un échantillon témoin non exposé devrait être traité de la même manière (en durée, température, concentration et préparation de surface) pour permettre de déterminer la perte de poids causée par le décapage. Cette valeur devrait être déduite avant l'évaluation de l'effet de corrosion. Après nettoyage final à l'alcool et à l'acétone dans un bain à ultrasons suivi d'un séchage, les échantillons métalliques doivent être pesés. Le poids alors obtenu, après prise en compte du poids spécifique du métal, donne le taux de corrosion.

37.4.1.4 Critères d'épreuve et méthodes d'évaluation des résultats

On distingue deux types d'effets de corrosion.

37.4.1.4.1 Évaluation de la corrosion uniforme

Dans le cas de la corrosion uniforme, on détermine la perte de poids de l'échantillon le plus fortement attaqué. On considère que le résultat de l'épreuve est positive et que la matière est non corrosive si la perte de poids sur une éprouvette de métal est supérieure à la valeur indiquée dans le tableau ci-après.

Tableau 37.4.1.4.1: Perte de poids minimale des échantillons après différentes durées d'exposition

Durée d'exposition	Perte de poids
7 jours	13,5 %
14 jours	26,5 %
21 jours	39,2 %
28 jours	51,5 %

NOTA: Ces valeurs sont calculées sur la base d'un taux de corrosion de 6,25 mm par an.

37.4.1.4.2 Lorsqu'une corrosion localisée, se produisant en plus ou au lieu d'une corrosion uniforme, attaque la surface, la profondeur du creux le plus profond, respectivement la plus grande diminution d'épaisseur, sera ajoutée ou utilisée seule pour calculer l'intrusion. Si l'intrusion la plus profonde (à déterminer métallographiquement) est supérieure aux valeurs indiquées dans le tableau ci-après, l'épreuve est considérée comme positive.

Tableau 4.1.4.2: Profondeur minimale de l'intrusion après différentes durées d'exposition

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