

Commission économique pour l'Europe

Comité des transports intérieurs

Groupe de travail des transports de marchandises dangereuses

8 July 2013

**Réunion commune de la Commission d'experts du RID et
du Groupe de travail des transports de marchandises dangereuses**

Genève, 17-27 septembre 2013

Point 6(b) de l'ordre du jour provisoire

**Propositions diverses d'amendements au RID/ADR/ADN:
nouvelles propositions**

**Contrôle périodique de certaines bouteilles rechargeables en
acier de gaz de pétrole liquéfiés (GPL) dans le RID/ADR**

Annexe au document ECE/TRANS/WP.15/AC.1/2013/43

**Transmis par l'Association européenne des gaz de pétrole liquéfiés
(AEGPL)**

Annexe 1

Annexe G de la norme EN1439 :2008 «Equipements pour GPL et leurs accessoires. Procédure de vérification des bouteilles transportables et rechargeables pour GPL avant, pendant et après le remplissage»

Tableau G.1 — Défauts des bouteilles protégées et critères de rejet avant remplissage

Défaut apparaissant sur	Description	Limite de rejet
Enveloppe de protection	Entaille, coupure ou fissure visible du matériau.	Profondeur > 4 mm. Longueur > 10 mm.
Enveloppe de protection	Dépression visible.	Tous les cas.
Enveloppe de protection	Gonflement visible.	Tous les cas.
Pieds et poignées	Entaille, coupure ou fissure visible du matériau.	Profondeur > 20 mm. Longueur > 50 mm. Pieds manquants.
Poignées	Poignées cassées.	Pour chaque poignée, si plus d'une fissure. Absence de parties de la poignée.
Marquage électronique	Marquage illisible.	Tous les cas.
Endommagement par le feu	Échauffement excessif général ou localisé d'une bouteille, habituellement relevé par : — une peinture carbonisée ou brûlée ; — la déformation de la bouteille ; — la fusion des parties métalliques de la robinetterie ; — la fusion des composants plastiques, par exemple bouchon ou chapeau.	Tous les cas.
Enfoncement de l'ogive	Endommagement de l'ogive qui a altéré le profil de la bouteille.	Tous les cas, sauf dans le cas d'un niveau limité de déviation de l'alignement ou de l'enfoncement, selon acceptation de l'autorité compétente.
Robinets	Rupture des robinets.	Tous les cas.

Annexe 2

Document présenté en 2004 au symposium ESOPE sur la méthode de contrôle périodique des bouteilles protégées par surmoulage

ESOPE est un symposium qui se déroule tous les 3 ans en France et qui rassemble les différents experts et les acteurs dans le domaine des équipements sous pression fixes et transportables afin de discuter des développements dans leurs domaines.

BOUTEILLE EN ACIER SOUDE TRANSPORTABLE ET RECHARCHABLE POUR LES GAZ DE PETROLE LIQUEFIES (GPL) – CONTROLE PERIODIQUE PAR CONTROLES ET ESSAIS UNITAIRES A L'EMPLISSAGE, ECHANTILLONNAGE ET ESSAIS DESTRUCTIFS

O. Aubertin¹ et C. Binétruy²

¹ BUTAGAZ S.N.C, BOB/ML, RN 113, 13340 Rognac, France

² Ecole des Mines de Douai, Technology of Polymers and Composites Department, 941 Rue Charles Bourseul, 59508 DOUAI, France

Résumé

Cette méthode de contrôle périodique d'équipements sous pression transportables a été développée comme une des méthodes de contrôle périodique alternative au contrôle périodique unitaire par épreuve hydraulique.

Elle est destinée à des bouteilles, de capacité réduite, en acier soudé, complètement recouverte d'une enveloppe plastique de protection aux impacts et à la corrosion, en polyuréthane (PU). Elle est appliquée depuis quatre ans à la bouteille «Le Cube» de BUTAGAZ.

Ont participé au développement de cette méthode, progressant pas à pas:

- Le Ministère de L'Industrie (Département des Gaz et Appareil à Pression),
- L'Ecole des Mines de Douai (Département Polymères et composites),
- BUTAGAZ: une organisation LPG responsable de la distribution, de l'emplissage et de la maintenance de ces bouteilles

Elle s'est développée sur la base d'un protocole d'essais préliminaires démontrant, entre autres propriétés, le lien entre caractéristiques d'adhésion de l'enveloppe et la non présence de corrosion pendant la vie de ces bouteilles.

Le contrôle périodique de telles bouteilles est composé:

- à chaque emplissage d'inspection unitaire et de contrôles avant, pendant et après l'emplissage,
- d'essais périodiques destructifs par échantillonnage des lots de fabrication.

Introduction

BUTAGAZ commercialise depuis 1997 une bouteille à GPL dite "Le Cube" de contenance 5 à 6 kg (propane, butane).

C'est d'abord un appareil à pression métallique classique dont la fabrication répond aux exigences des directives relatives aux récipients sous pression transportables 84/527/CE ou 99/36/CE.

Ce récipient sous pression est revêtu d'une enveloppe de polyuréthane (PU) qui lui assure deux fonctions principales : résistance aux agressions extérieures (chocs, impacts, corrosion, ...) et marketing (adéquation aux besoins clients).

Préalablement à sa commercialisation, des essais ont été conduits durant trois années, entre 1995 et 1997, dans les laboratoires de R&D de SHELL et BUTAGAZ pour aboutir au dossier de conception de la bouteille et à l'obtention de l'autorisation d'exploiter Le Cube. Ces essais ont entre autres caractérisé les propriétés de résistance aux impacts et à la corrosion du Cube.

Basée en partie sur ces essais, la méthode de contrôle périodique par échantillonnage du Cube a été développée, suivant une approche pas à pas prenant en compte les retours d'expérience, entre BUTAGAZ et le Ministère de l'Industrie (DGAP, DRIRE) avec l'appui de l'Ecole des Mines de Douai, notamment son Département Polymères et Composites.

Une phase d'essais préliminaires a été menée afin de définir la méthode de contrôle périodique, et déterminer le contenu des essais de contrôle périodique par échantillonnage, ainsi que les critères d'acceptation.

La vérification de la bonne conservation des propriétés d'adhésion de l'enveloppe de protection PU de la bouteille fait l'objet principal de cette communication.

A ce jour, sur les quatre premières années de production (année n) : 1997, 1998, 1999 et 2000, les essais destructifs par échantillonnage ont été menés en année n+3 ; les essais destructifs en année n+3 ont été également menés sur les productions 2001 ; en 2005, les essais destructifs en année N+3+5 seront effectués sur la production 1997, avec doublement des essais d'éclatement.

Description du cube

Le Cube est constitué d'un réservoir acier revêtu d'une couche anti-corrosion, l'ensemble étant protégé par une mousse en polyuréthane (PU) non amovible. La partie métallique de la bouteille garantit l'étanchéité et la tenue en pression de la bouteille. En complément, le revêtement en mousse PU intimement collé sur le réservoir métallique, doit assurer deux fonctions : protection du réservoir contre les agressions extérieures (corrosion, chocs, impacts, résistance au feu, résistance chimique...), et marketing (apparence esthétique, stabilité, préhension, confort, ...).

La conception de ce récipient sous pression résulte de la recherche du meilleur matériau pour la ou les fonctions demandées au meilleur coût. Cette approche a conduit au choix d'une hybridation entre matériau métallique et polymère. Cette configuration offre de nombreuses possibilités de conception comme le prouvent les réservoirs en matériaux composites munis d'un liner en matériau métallique renforcé d'une enveloppe externe en composite à matrice organique. Par analogie avec ces réservoirs, le Cube pourrait être considéré ici comme un appareil composite transportable dont l'intégrité structurelle est assurée par la couche intérieure (liner) matérialisée par le réservoir métallique.

Méthodologie de contrôle périodique

Par définition, la couche de PU masque la surface externe du réservoir métallique et ne permet pas de renseigner sur son état de corrosion par observation directe.

Une méthode originale indirecte a été proposée et validée. Elle repose sur les résultats d'un essai d'adhérence par traction du revêtement en PU et sur la vérification du bien fondé de la relation "bonne adhérence de la mousse PU sur le réservoir = réservoir non corrodé".

La tenue structurelle du Cube est assurée par le liner métallique en association avec le revêtement PU qui le protège des agressions environnementales et mécaniques de toute nature et lui permet de conserver ses propriétés mécaniques en service. La méthode de contrôle périodique doit donc prendre en compte cette synergie des matériaux. Plusieurs essais destructifs sont proposés pour statuer sur la capacité du Cube à remplir ses fonctions en toute sécurité.

Objectifs et Développement de la méthode: caractérisation de l'interface PU / bouteille

La difficulté de contrôle réside dans le contrôle de présence/non-présence de corrosion à l'interface métal/PU puisque le revêtement PU n'est pas amovible. Le développement de corrosion à la surface du réservoir métallique résulterait d'une migration forte d'humidité au travers de la mousse PU dégradée. Différents vieillissements de type mécanique et physico-chimique ont été appliqués aux Cubes dans le but de mettre en défaut les propriétés barrières de l'enveloppe PU et d'altérer ses propriétés d'adhésivité sur le réservoir ou ses performances mécaniques intrinsèques. La définition de ces essais s'appuie sur la norme NF EN 12245 relative aux bouteilles à gaz transportables entièrement bobinées en matériau composite.

En complément, des essais de mesure d'adhérence de la mousse PU sur réservoirs corrodés et sur réservoirs revêtus d'agent démoulant avant moussage ont été menés pour établir une corrélation entre l'adhérence du PU et la présence de corrosion.

Une justification essentielle du choix de l'essai d'adhérence repose sur le fait que la mousse PU possède de très bonnes propriétés naturelles d'adhésion. De fait, mesurer son adhérence sur le métal c'est tester une de ses principales caractéristiques, issue de sa nature chimique et non des conditions de fabrication. Ceci va dans le sens de la reproductibilité des mesures d'adhérence et de la fiabilité des interprétations qui en découlent.

Essais préliminaires de mesure d'adhérence de la mousse PU sur le réservoir

Vieillessement accéléré avec cyclage (VA+C) suivant NF EN 1442

Les essais de fatigue ont été réalisés sur 3 Cubes qui sont restés stockés environ 2 ans aux conditions atmosphériques extérieures (Sologne, non abrité).

Les trois cubes sont testés aux conditions suivantes:

- Brouillard salin > 200 heures,
- Chambre climatique: 5 cycles complets (pluie, -20°C à +60°C, hygrométrie de 0 à 100%, UV) sur cinq jours,
- Essais de cyclage 2 - 30 - 2 bars (12000 cycles à 20°C)

L'examen des bouteilles et les mesures d'adhérence ont conduit à:

- Pas de fissures visibles à la surface du Cube
- Aucune rupture n'a eu lieu à l'interface métal/PU, les valeurs à rupture relevées étant en moyenne de 3,6-3,8 N/mm². L'adhérence métal/PU est donc au moins de 3,6 N/mm²

Cyclage aux températures extrêmes (CTE) suivant NF EN 12245

Les essais de cyclage aux températures extrêmes suivant NF EN 12245 sont destinés aux bouteilles à gaz transportables entièrement bobinées en matériau composite. Ici, le Cube n'est plus considéré comme un réservoir métallique revêtu d'un polymère mais comme un réservoir en polymère à liner métallique. Ces essais sont destinés à éprouver thermomécaniquement le polymère protecteur du cube

Trois Cubes, restés stockés environ deux ans en extérieur, ont été testés dans les conditions suivantes :

- 5000 cycles 2 - 20 bars à 50°C
- 5000 cycles 2 - 20 bars à -20°C
- 30 cycles 2 - 30 bars à 20°C

Les résultats obtenus sont:

- Pas de fissures visibles à la surface du Cube
- Aucune rupture n'a eu lieu à l'interface métal/PU, les valeurs à rupture relevées étant en moyenne de 4,4 N/mm². L'adhérence métal/PU est donc au moins de 4,4 N/mm²

Vieillessement accéléré y compris cyclages (VA+C+CTE) suivant NF EN 1442 et NF EN 12245

Cet essai est particulièrement sévère pour le réservoir puisqu'il réalise le cumul des deux essais précédents. Trois Cubes stockés environ deux ans en extérieur ont été testés dans les conditions précisées aux paragraphes précédents.

Les résultats obtenus sont:

- Pas de fissures visibles à la surface du Cube
- Aucune rupture n'a eu lieu à l'interface métal/PU, les valeurs à rupture relevées étant en moyenne de 4 N/mm². L'adhérence métal/PU est au moins de 4 N/mm²

On note un léger affaiblissement des propriétés mécaniques de la mousse en traction ce qui démontre l'intérêt de l'essai d'adhérence en tant que méthode de suivi du vieillissement de la mousse PU.

Réservoirs corrodés (xxxH Corrosion)

Trois réservoirs acier nus (sans revêtement anti-corrosion) ont été conditionnés au caisson brouillard salin pendant 50, 120 et 200 heures respectivement puis envoyés pour moussage PU. Un quatrième réservoir de référence, non corrodé, a été également moussé.

Les valeurs d'adhérence mesurées sont présentées dans le tableau 1.

	<i>Référence</i>	<i>50 heures de corrosion</i>	<i>120 heures de corrosion</i>	<i>200 heures de corrosion</i>
Type de rupture	Cohésive dans la mousse PU	interface métal corrodé/mousse PU	interface métal corrodé/mousse PU	interface métal corrodé/mousse PU
Valeur d'adhérence (N/mm²)	4,4	0,5	0,2	0

Tableau 1 : Valeurs d'adhérence et type de rupture

Ces mesures démontrent de façon explicite que la présence de corrosion dégrade très fortement les caractéristiques d'adhérence du PU sur le réservoir acier nu. Cette chute de propriété est comparée dans l'essai ci-dessous à celle pouvant apparaître suite à la contamination accidentelle du métal par un agent anti-adhérent.

Réservoirs revêtus d'agent démoulant avant moussage (Agent démoulant)

La réalisation du moussage du Cube nécessite de revêtir le moule d'injection de mousse PU d'un agent démoulant. Si celui-ci migre accidentellement sur le métal avant moussage, l'adhésion métal/PU sera dégradée, voire inexistante. Dans ce dernier cas, on peut imaginer qu'une lame d'air serait créée et l'humidité qui se diffuserait au cours du temps à travers la mousse PU viendrait contaminer la surface du réservoir, revêtue néanmoins de sa couche anti-corrosion.

Deux réservoirs de la production en cours protégés d'une peinture anti-corrosion sont revêtus à moitié de l'agent démoulant puis moussés.

Les valeurs d'adhérence mesurées sont pour :

- les moitiés de Cube non revêtues d'agent démoulant de 4,2 N/mm² en moyenne. Toutes les ruptures ont été observées au cœur de la mousse. L'adhérence métal/PU est au moins de 4,2 N/mm²
- les moitiés de Cube revêtues d'agent démoulant de 2,8 N/mm² en moyenne. Les ruptures se sont produites à l'interface métal/PU là où le démoulant a été déposé, sans bifurcation dans la mousse. La force de cohésion de la mousse est supérieure à 2,8 N/mm²

La valeur de 2,8 N/mm² obtenue représente les 2/3 de la caractéristique nominale, elle est dans tous les cas très largement supérieure aux valeurs d'adhérence mesurées sur les Cubes corrodés.

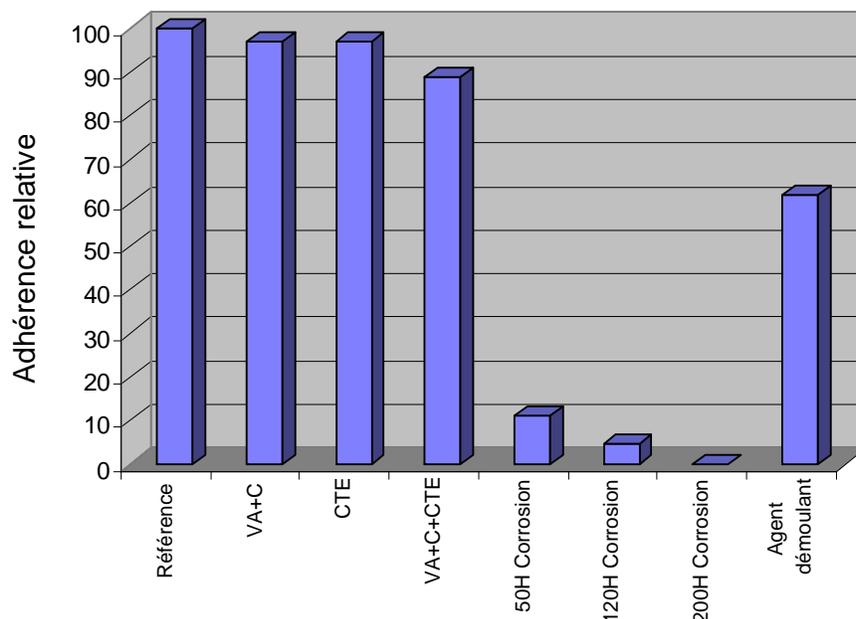


Figure 2 : Synthèse des résultats d'adhérence

L'ensemble des résultats de mesure d'adhérence est présenté en figure 2. Cette synthèse démontre que seule la corrosion du réservoir peut conduire à des valeurs très faibles d'adhérence (inférieures à 10% de la valeur nominale). Des vieillissements thermomécaniques en environnements sévères ainsi que des polluants introduits à l'interface métal/PU n'ont en comparaison engendré que de faibles diminutions de la caractéristique d'adhérence.

Essais destructifs périodiques par échantillonnage proposés

Sur la base des travaux préliminaires et pour tenir compte de la présence des deux matériaux de nature différente participant à l'intégrité structurelle du Cube, il a été proposé d'effectuer périodiquement sur un échantillonnage de Cubes les essais destructifs suivants:

- Rupture sous pression hydraulique suivant la norme NF EN 1442
- Pelage et corrosion selon la norme ISO 4628/3
- Adhésion suivant la norme NF EN 24264
 - Essais de rupture hydraulique

Afin de vérifier que le réservoir métallique est toujours capable de supporter la pression, l'essai de rupture sous pression hydraulique est mené selon les prescriptions de la norme NF EN 1442.

- Essais de pelage

Afin de vérifier la non présence physique de corrosion au droit des soudures et de s'assurer que l'enveloppe PU demeure solidaire du réservoir métallique, pour garantir ses fonctions de protection, des essais destructifs de pelage, interprétés selon l'ISO 4628/3, sont conduits.

- Essai d'adhérence par traction

L'essai consiste en préliminaire à équiper les quatre faces et le fond du Cube de pions d'extraction métalliques collés sur le PU. Une préparation de surface du PU est nécessaire

afin de garantir une adhésion optimale. Les pions sont mis en traction par l'intermédiaire d'un dynamomètre d'adhérence

Les essais d'adhérence par traction effectués sur des Cubes avant vieillissement indiquent que l'adhérence métal/PU est au moins de 4,5 N/mm².

Retour d'expérience sur essais destructifs

Depuis la mise en place de cette procédure, le retour d'expérience d'essais destructifs sur 5 années de production, après n+3, permet de confirmer l'intérêt de la méthode de contrôle périodique incluant les essais destructifs par échantillonnage, dont l'essai d'adhésion PU/métal.

Identification électronique et système de gestion de bases de données

Chaque bouteille «Le Cube» est équipée d'une puce électronique d'identification non destructible la rattachant à une base de donnée.

L'entretien et l'exploitation de cette base de donnée sont assurés par BUTAGAZ.

Le système couvre pour chaque bouteille, entre autres:

- l'identification
- les données de fabrication
- le statut de contrôle périodique
- la valeur de la tare

et permet ainsi la ségrégation avant remplissage de toute bouteille, ou lot de bouteille, quel qu'en soit les raisons (exemples: échantillonnage pour essais de contrôle périodique, échec au contrôle périodique, échantillonnage complémentaire, ...).

De plus il peut permettre un marquage de l'état de contrôle périodique de chaque bouteille.

Contrôle unitaire avant, pendant et après remplissage

La bouteille Le Cube est sous le contrôle d'une organisation spécialisée, responsable de sa distribution, de son remplissage et de sa surveillance en service, ainsi que de son entretien : BUTAGAZ.

Avant, pendant et après le remplissage chaque bouteille est individuellement vérifiée suivant les principes de la NF EN 1439.

Les critères spécifiques additionnels, indiqués ci-dessous, tiennent compte des défauts physiques et du caractère spécifique du matériau de l'enveloppe PU:

- Inspection visuelle externe : toute bouteille ne satisfaisant pas la grille de critère de tri est isolée avant remplissage pour traitement ou réforme.
- Quand l'état de contrôle périodique n'est pas reconnu avant remplissage, la bouteille est isolée pour investigation complémentaire, traitement ou réforme.
- Toute bouteille isolée pour traitement ou réforme est examinée par une personne compétente qui décide si elle peut être remplie, réparée ou réformée en accord avec NF EN 12816.

Conclusions

Sur la Méthode

Les essais d'adhérence par traction du revêtement en PU ont pour principal objectif la vérification du niveau d'adhésion entre le réservoir et la couche PU, et par la même occasion, ils permettent le suivi des performances mécaniques du PU en traction au cours du temps.

Lorsque la rupture intervient à l'interface métal/PU, l'adhésion entre ces deux matériaux est directement quantifiée. Une rupture au sein de la mousse PU signifie que les forces de cohésion de la mousse sont inférieures aux forces d'adhésion métal/PU. Dans ce second cas la caractéristique mécanique en traction du revêtement est mesurée, ce qui permet d'effectuer par comparaison avec les valeurs nominales un suivi du vieillissement de la mousse PU.

Une procédure pour chaque essai a été développée de façon à les pratiquer dans des conditions optimales, c'est à dire assurant une reproductibilité maximale.

Il a été démontré qu'une bonne adhésion de la mousse PU sur le réservoir signifie que le réservoir n'est pas corrodé. Un critère d'adhésion minimum a été défini pour apprécier la capacité du PU à assurer dans le temps sa fonction protectrice contre la corrosion.

D'autre part l'essai d'adhérence par traction du revêtement en PU, mené avec toutes les précautions décrites dans cette procédure, permet de réaliser un suivi de l'état de vieillissement de la mousse PU.

Exigences et limites de ce type de méthode

La méthode de contrôle périodique par échantillonnage développée pour la bouteille Le Cube pourrait être élargie à d'autres problématiques de contrôle périodique de bouteilles ou plus largement de récipients à pression transportables sous réserve que l'ensemble des prescriptions suivantes soient remplies :

- production en grande série par des procédés automatiques,
- capacité unitaire réduite,
- contenu non corrosif,
- contrôle visuel unitaire au remplissage,
- contrôle automatique de l'état de contrôle périodique
- ségrégation unitaire automatique avant remplissage
- enregistrement informatisé et automatisé de chaque événement de la vie du récipient (de son éprouve initiale, premier remplissage, ..., jusqu'à sa réforme).

Pour «Le Cube», BUTAGAZ assure la responsabilité de l'exploitation de sa bouteille: distribution, remplissage, contrôle périodique, maintenance, réforme. Le Processus de «mise à disposition de la bouteille Le Cube au remplissage» est certifié ISO 9001-2000.

Le retour d'expérience après 5 années de production testées avec succès, confirme pour Le Cube la validité de la méthode de contrôle périodique associant contrôles et essais unitaires au remplissage à des essais destructifs périodiques sur échantillons.

Contexte réglementaire

La méthode est aujourd'hui applicable sur les Cubes fabriqués suivant la réglementation française pré-existante: 18 janvier 1943 modifié. Elle a été sanctionnée par la décision DM-T/P N°32327 du 9 décembre 2002.

En fonction du retour d'expérience, des évolutions de la méthode pourront être proposées à l'administration française.

Des dispositions analogues ne sont pas aujourd'hui présentes sur les récipients à pression transportables dans les textes réglementaires européens et internationaux en vigueur : DESPT, RID/ADR, réglementation modèle de l'ONU.

Des aménagements à ces textes doivent donc être proposés pour qu'une méthode de contrôle périodique analogue soit applicable à des Cubes marqués Pi, dont certains sont également exploités en Belgique et au Portugal.

En première approche, un travail est mené au sein du CEN TC 286 (Equipement et accessoires pour les GPL) pour proposer et introduire la méthode de contrôle périodique, telle que pratiquée sur Le Cube, dans les révisions des normes relatives aux bouteilles à gaz en acier soudés:

- NF EN 1439: Contrôles avant, pendant et après remplissage,
- NF EN 1440: Contrôles périodiques.

Une démarche analogue devra être entreprise au sein de l'ISO TC 58 (Bouteilles à gaz).

Annexe 3

Extraits de la prEN14140 (Équipements pour GPL et leurs accessoires - Bouteilles en acier soudé transportables et rechargeables pour gaz de pétrole liquéfié (GPL) - Autres solutions en matière de conception et de construction) concernant l'essai d'adhérence pour les bouteilles protégées par surmoulage

7.3.7.3 Protected over-moulded cylinders

7.3.7.3.1 Over-moulded protective case design

The over-moulded protective case shall be polyurethane or a material with, as a minimum, equivalent properties. The over-moulded protective case shall be applied to a coated cylinder which meets the requirements of 7.3.7.1. It shall have mechanical properties and adequate adhesion to the coating to prevent water ingress between the coating and the over-moulded protective case to guarantee the metallic cylinder properties during the life of the cylinder.

The design of the over-moulded protective case shall provide both impact and corrosion protection.

The over-moulding shall not cover the cylinder serial number and if the other permanent marks are covered by the over-moulding they shall be moulded into the over-moulding or on a plate entrained within the over-moulding. Where a separate plate is used it shall also be marked with the cylinder serial number.

The detailed design, manufacture and testing of over-moulded protective case against impact shall be approved by a competent authority.

Additional details on the design of protected over-moulded cylinder are given in annex B.

The manufacturer of the coated cylinder shall provide criteria for non-acceptance of cylinders that area to be over-moulded.

7.3.7.3.2 Adhesion test procedure

7.3.7.3.2.1 This additional test shall be carried out on one finished protected cylinder.

7.3.7.3.2.2 Preparation

The epoxy adhesive components used in this test procedure shall be stored according to the manufacturer instructions.

The adhesion test block shall be aluminium with a diameter of 20 mm and of suitable length for testing.

The protected over-moulded cylinder to be tested shall be stored at (23 ± 2) °C for a minimum of 24 h before preparation and curing of the adhesive.

The test shall be carried out at (23 ± 2) °C and at a relative humidity of (50 ± 5) %.

The ambient conditions shall be recorded on the test report.

The test area shall be prepared by lightly sanding with an abrasive material.

Any paint on the over-moulded protective case shall be removed with an abrasive material.

The adhesion test block shall be glued to the over-moulded protective case using an epoxy type adhesive. The epoxy adhesive shall be allowed to cure for a minimum period of 48 h after application and as required by the manufacturer's instructions.

The over-moulded protective case around the adhesion test block shall be cut through to the steel surface of the cylinder.

7.3.7.3.2.3 Breaking strength

The adhesion test block shall be placed in the pull-off adhesion tester, taking care to align the adhesion test block so that the tensile force is applied uniformly across the protected cylinder wall.

A tensile stress, increasing at a rate not greater than 1 MPa/s, perpendicular to the plane of the substrate shall be applied.

7.3.7.3.2.4 Results

The acceptance values shall be per Table 8 (type test) and Table 10 (production test).

The following data shall be recorded:

- (a) the breaking strength measured by the pull-off adhesion tester; and
- (b) the type of fracture and the percentage of pulled-off area.

7.3.7.3.2.5 Test report

The test report shall contain at least the following information:

- (a) all details necessary to identify the product(s) tested;
 - (b) the results of the test as per 7.3.7.2.4;
 - (c) the type of the cutting tool employed to cut around the adhesion test block;
- and
- (d) the date of the test.

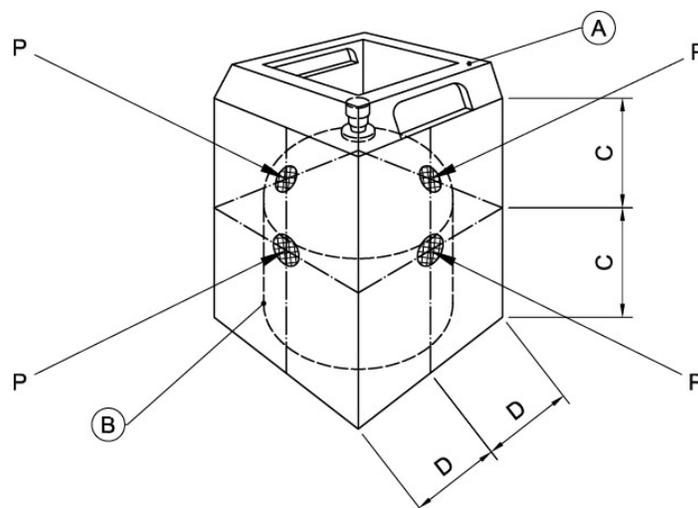
7.3.7.3.3 Requirements

The type test requirements and acceptance values are detailed in Table 8.

The production test requirements and acceptance values are detailed in Table 10.

Table 8 — Resistance to external corrosion type test for protected cylinders

<i>Test type</i>	<i>Test details</i>	<i>Acceptance value</i>
Adhesion of protecting material on coating test	5 pull-off tests at mid height (on the sides) every 90° and on the bottom as illustrated in figure 9. See procedure in 7.3.7.3.2.	Breaking strength > 2,5 MPa per test. Breaking shall occur into the protecting material layer or between the protecting material and the adhesive.



Key

- A Over-moulded protective case
- B Steel cylinder
- C Equidistant dimension (4 places)
- D Equidistant dimension (4 places)
- P Location of adhesion test block for pull off test

Figure 1 — Pull-off test locations

Et

9.10 Production adhesion test for protected over-moulded cylinder

Production testing for the adhesion of the over-moulded protective case shall be undertaken by the manufacturer that applies the over-moulded protective case.

The testing shall be carried per 7.3.7.3.2 and the test acceptance values shall per Table 10.

The production test for adhesion of protecting material on coating shall be carried out on one protected over-moulded cylinders every 1 000 cylinders produced.

In the event of cylinder failing the test, the test shall be repeated on two additional cylinders.

Table 10 — Resistance to external corrosion production test for protected cylinders

<i>Test type</i>	<i>Test details</i>	<i>Acceptance value</i>
Adhesion of protecting material on coating test	5 pull-off tests at mid height (on the sides) every 90° and on the bottom as illustrated in Figure 11 See procedure in 7.3.7.3.2	Breaking strength > 1 MPa per test. Breaking shall occur into the protecting material layer or between the protecting material and the adhesive.

Et

Annex B (normative)

Protected over-moulded cylinder

B.1 Design

An example of a protected over-moulded cylinder is given in **Error! Reference source not found.** B.1.

Each protected over-moulded cylinder shall be fitted with an individual resilient identification electronic tag or any equivalent device linked to an electronic database.

The database shall be maintained under the responsibility of the organization that owns the cylinder. The database system shall record:

- identification of each cylinder;
- manufacturing information of each cylinder;
- status of each cylinder regarding periodic inspection;
- tare mass of each cylinder;
- segregation before filling of any identified cylinder or batches of cylinders for any reason (e.g., periodic inspection, sampling).

Note: in case of an issue with a cylinder (detected at filling plant, at customer's, during periodic tests..), the electronic tag linked to the database allows cylinders for the same batch to be automatically withdrawn to perform relevant tests and to assess if it is a batch issue or no. If necessary, the whole batch can be automatically withdrawn and disposed.

Relevant procedures shall be applied to prevent water ingress into the cylinder between the production of the coated cylinder and the moulding of the protection material on the coated pressure receptacle.

Manufacturers of protected over-moulded cylinder shall have a documented quality system to ensure that the requirements of this standard are fulfilled and correctly applied.

B.2 Environment

The design of the protected over-moulded cylinder shall minimise the waste of materials.

Over-moulded protective casings manufactured from recyclable plastic materials shall display the appropriate recycling symbol.

NOTE 1 The manufacturer should endeavour to minimise wastage of material by selecting appropriately sized materials related to the finished parts required for manufacture.

NOTE 2 The process should be designed to minimise VOC emission.

Annexe 4

Annexe G de la norme EN1440 :2008+A1 :20012 (Équipement et accessoires GPL - Contrôle périodique des bouteilles de GPL transportables et réutilisables)

Annexe G (normative)

Méthode de contrôle périodique pour un modèle particulier de bouteille protégée

G.1 Objet et description de la bouteille

La présente annexe est applicable à des bouteilles protégées au moyen de polyuréthane (voir la Figure G.1).

G.2 Conception des bouteilles et exigences de fabrication

G.2.1 Récipient en acier

Le récipient en métal doit être conçu et fabriqué conformément à l'EN 1442 ou à l'EN 14140.

G.2.2 Protection extérieure

La conception détaillée, la fabrication et le contrôle de la protection en polyuréthane contre les chocs et la corrosion, doivent être approuvés par une autorité compétente.

G.2.3 Exigences relatives aux marquages et aux enregistrements

Les bouteilles doivent être sous la supervision d'une organisation compétente dans le domaine du gaz responsable de leur distribution, de leur remplissage et de leur entretien.

Chaque bouteille doit être munie d'une puce d'identification électronique résistante ou de tout dispositif équivalent relié à une base de données électronique.

Cette base de données doit être placée sous la responsabilité de l'organisation compétente.

Le système de base de données doit enregistrer :

- l'identification de chaque bouteille ;
- les informations relatives à la fabrication de chaque bouteille ;
- la situation de chaque bouteille eu égard au contrôle périodique ;
- la tare de chaque bouteille ;
- le tri effectué avant le remplissage de bouteilles ou lots de bouteilles identifiés, pour une raison quelconque

(par exemple, contrôle périodique, échantillonnage).

G.3 Contrôles au remplissage

Les bouteilles doivent être contrôlées individuellement avant, pendant et après chaque remplissage effectué.

conformément à l'EN 1439.

G.4 Essais périodiques destructifs lors de l'échantillonnage du lot

G.4.1 Mode opératoire d'essai

Un mode opératoire d'essai de l'inspection périodique doit être établi à partir de la présente annexe et être approuvé par l'autorité compétente.

Les essais doivent être effectués :

- après 3 années de service; et
- tous les n années après les premiers essais.

«n» doit être déterminé à partir de l'expérience acquise quant à l'aptitude de la protection de polyuréthane à conserver ses propriétés de protection contre les chocs et la corrosion. Initialement, n doit être de 5 années et peut être ensuite prolongé à 10 ou 15 ans pour les bouteilles répondant aux exigences de l'Annexe E avec l'approbation de l'autorité compétente.

G.4.2 Essais destructifs

L'essai destructif doit au moins comprendre :

- un essai de rupture conformément à l'EN 1442 ou à l'EN 14140 ; et
- un essai de pelage et de corrosion conformément à l'EN ISO 4628-3".

En outre, un essai destructif de l'adhérence doit être conduit conformément à l'EN ISO 4624 si cela est requis par l'autorité compétente.

G.4.3 Critères de rejet et échantillonnage du lot

Les critères de rejet et les niveaux d'échantillonnage doivent être conformes au Tableau G.1.

G.4.4 Comptes rendus et enregistrements des essais de contrôle périodique

Les comptes rendus de contrôle périodique doivent être tenus à la disposition de l'autorité compétente. Avec l'accord de cette dernière (si nécessaire), la base de données est mise à jour.

Tableau G.1 — Échantillonnage du lot

A1)

Intervalle d'essai (années)	Type d'essai	Norme	Critères de rejet	Niveau d'échantillonnage du lot	Résultats d'essai
3	Essai d'éclatement	EN 1442	Pression de rupture < 70 bar ou Expansion volumétrique < 12 %	$3\sqrt[3]{Q}$ ou $Q/200$ selon la valeur la plus faible, et avec un minimum de 20 par lot (Q)	En cas de résultat d'essai non satisfaisant, répéter les essais en remplaçant Q par la production mensuelle q et effectuer l'essai chaque mois. En cas de résultats d'essai non satisfaisants pour un mois, rejeter la totalité de la production du mois en question.
	Pelage et corrosion	EN ISO 4628-3	Degré de corrosion maximal : Ri2	$Q/1\ 000$	
Tous les n	Essai d'éclatement	EN 1442	Pression de rupture < 70 bar ou Expansion volumétrique < 12 %	$6\sqrt[3]{Q}$ ou $Q/100$ selon la valeur la plus faible, et avec un minimum de 40 par lot (Q)	
	Pelage et corrosion	EN ISO 4628-3	Degré de corrosion maximal : Ri2	$Q/1\ 000$	
<p>Q Représente le nombre total de bouteilles produites par le fabricant pendant l'année.</p> <p>q Représente un lot de production continu.</p>					

A1

G.4.4 Comptes rendus et enregistrements des essais de contrôle périodique

Les comptes rendus de contrôle périodique doivent être tenus à la disposition de l'autorité compétente. Avec l'accord de cette dernière (si nécessaire), la base de données est mise à jour.

Annexe 5

Annexe G du projet de révision de la norme EN1440 (Équipement et accessoires GPL - Contrôle périodique des bouteilles de GPL transportables et réutilisables)

Annex G (normative)

Periodic inspection procedure for protected over-moulded cylinders

G.1 Scope and cylinder description

This annex is applicable to protected over-moulded cylinders.

G.2 Cylinders design and manufacturing requirements

G.2.1 Protected over-moulded cylinder

The protected over-moulded cylinder shall be designed and manufactured in accordance with prEN 1442 or prEN 14140.

G.2.2 Marking and recording requirements

Each cylinder shall be fitted with an individual resilient identification electronic tag or any equivalent device linked to an electronic database as defined in prEN 1442 and prEN 14140.

This electronic database allows:

- To automatically withdraw a batch of cylinders to perform tests and / or manage the periodic inspection of test date;
- To automatically withdraw a batch of cylinders in case of non-successful periodic inspection;
- To carry out the marking which indicates the successful completion of the periodic inspection.

Additional database recording requirements are listed in prEN 1442 and prEN 14140.

G.3 Inspection at filling

Cylinders shall be individually checked before, during and after each filling in accordance with EN 1439.

G.4 Periodic destructive tests on batch sampling

G.4.1 Testing procedure

Testing shall occur:

- after 3 years of service, and
- every 5 years after the first tests.

G.4.2 Destructive tests

The destructive test shall include at least the following:

- burst test in accordance with EN 1442 or EN 14140,

- peeling and corrosion test in accordance with EN ISO 4628-3, and
- adhesion tests of the polyurethane material. The number of cylinders to be tested is set by ISO 2859-1:1999 (single sampling for normal inspection, inspection level 1) applied to one thousandth of the annual production. The minimum adhesion value is set to 0,5 N/mm². If the result does not comply with this criteria for at least one cylinder, a second sampling, whose quantity is fixed by the tightened sampling plan of the same standard applied to one thousandth of the production, is made. If at least one cylinder of the second sampling does not comply with the minimum value of the adhesion criteria, the periodic inspection of the batch depends on the results of the peeling and burst tests described in Table G.1.

Adhesion test procedure is described in prEN14140:2013 in 7.3.7.3.2.

G.4.3 Rejection criteria and batch sampling

Rejection criteria and sampling levels shall be in accordance with Table G.1.

Table G.1 — Batch sampling

Test interval (years)	Test type	Standard	Rejection criteria	Batch sampling level	Test results
After 3 years in service	Burst test	EN 1442	Burst pressure <70 bar in propane service or 50 bar in butane service Volumetric expansion < 15 or 9 % (**)	$\sqrt[3]{Q}$ or $Q/200$ whichever is lower, and with a minimum of 20 per batch (Q)	If any test fails, repeat tests replacing Q with monthly production q of representative sub-batches
	Peeling and corrosion	EN ISO 4628-3	Max corrosion grade : Ri2	Q/1 000	
Every 5 years	Burst test	EN 1442	Burst pressure <70 bar in propane service or 50 bar in butane service Volumetric expansion < 13, 12 or 9% (***)	$\sqrt[3]{Q}$ or $Q/100$ whichever is lower, and with a minimum of 40 per batch (Q)	
	Peeling and corrosion	EN ISO 4628-3	Max corrosion grade : Ri2	Q/1 000	

Q Represents the total number of cylinders made by manufacturer in the same year.

q Represents a continuous production batch.

(*)

For each of the two groups of figures (burst pressure and volumetric expansion), the “right” unilateral statistical tolerance interval is calculated for a confidence level of 95% and a fraction of population equal to 99%. The calculation is made in accordance with the standard ISO 16269-6:2005 (Statistical interpretation of data – Part 6: Determination of statistical tolerance intervals) admitting, for each of the groups of figures, the normality of the population and considering that the variance is unknown.

(**)

For the cylinders manufactured according to Directive 84/527/EEC, the volumetric expansion cannot be lower than:

- 15% for the tests done 3 years after manufacturing
- 13% for the tests done 8 years after manufacturing
- 12% for the following tests.

For the cylinders manufactured according to Directive 1999/36/EC or Directive 2010/35/EU and according to EN1442, the volumetric expansion cannot be lower than 9%.

For the cylinders manufactured according to Directive 1999/36/EC or Directive 2010/35/EU according to EN14140, it is necessary to have more than 15 years of experience related to the cylinder type to determine the criteria for the volumetric expansion.

G.4.4 Periodic inspection tests reports and records

Periodic inspection reports shall be made available to the competent authority upon request. At the end of the tests, the database is updated for the cylinders of the batch or sub-batch.

When the cylinders return to a filling plant, the cylinders from the relevant batch are:

- Marked provided the successful completion of the valve control or the valve replacement;
- Or, if the batch or sub-batch fails, withdrawn.

G.5 Lifetime

The lifetime of the protected over-moulded cylinder is set to 30 years. However this lifetime can then be increased 5 years by 5 years as long as the tests done at periodic inspection demonstrate for a same batch that the polyurethane adhesion to the inner receptacle keeps its properties.

The electronic tag linked to the database will allow to automatically withdraw a batch of cylinders when it has reached its lifetime.