



Secrétariat

Distr.
GÉNÉRALE

ST/SG/AC.10/2000/20
26 septembre 2000

FRANÇAIS
Original : ANGLAIS

**COMITÉ D'EXPERTS EN MATIÈRE DE TRANSPORT
DES MARCHANDISES DANGEREUSES**

(Vingt et unième session, 4-13 décembre 2000,
point 2 b) de l'ordre du jour)

TRAVAUX DU SOUS-COMITÉ D'EXPERTS

**Projet d'amendements aux Recommandations relatives au transport
des marchandises dangereuses**

**Proposition émanant du Groupe de travail du classement des émulsions
à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication des explosifs de mine**

Communication du président du Groupe de travail

1. Introduction

Un groupe de travail du classement des émulsions à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication des explosifs de mine s'est réuni pendant la réunion en juillet 2000 du Sous-Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses. Y ont participé des experts des pays suivants : Allemagne, Australie, Canada, États-Unis d'Amérique, France, Italie, Norvège, Pays-Bas, Royaume-Uni, Suède et Suisse. Des représentants de la Fédération des fabricants européens d'explosifs (FEEM), du Hazardous Materials Advisory Council (HMAC), de l'Institute of Makers of Explosives (IME) et de l'International Society of Explosives Engineers (ISEE) y ont également assisté.

Le débat était fondé sur les documents suivants :

- ST/SG/AC.10/C.3/2000/21 contenant les propositions qui émanaient d'un groupe de travail informel, réuni sous les auspices de la Fédération des fabricants européens d'explosifs (FEEM) à Engene (Norvège) du 4 au 8 octobre 1999;

- INF.47 en provenance du Royaume-Uni, où étaient formulées des observations relatives à la proposition du groupe de travail d'Engene;
- documents de séance présentés par la France (concernant les résultats des épreuves de passage de la déflagration à la détonation et la réglementation en vigueur en France) et par le Canada (concernant aussi bien les méthodes d'épreuve que les résultats).

Au cours de ses débats, le groupe de travail du Sous-Comité a apporté plusieurs modifications à la proposition qui figurait dans le document ST/SG/AC.10/C.3/2000/21, principalement aux figures et aux méthodes d'épreuve. Il a décidé de présenter une nouvelle proposition révisée au Comité d'experts, et, puisque l'introduction de nouvelles méthodes d'épreuve soulevait des questions sur leur opportunité, il a également décidé d'indiquer les résultats qu'elles fournissaient afin de montrer leur validité. En raison du manque de temps, ces résultats seront publiés dans des documents informels distincts à la vingt et unième session du Comité.

Les résultats des débats du groupe de travail ont été décrits dans le document UN/SCETDG/18/INF.70. Lors de la présentation de ce rapport, le groupe de travail a estimé qu'il était nécessaire et urgent de disposer de conditions approuvées au niveau international pour le transport de ces matières, celui-ci se faisant en grandes quantités dans le monde entier, selon diverses classifications et conditions de transport. La liste des propositions révisées telles qu'elles ont été établies par le groupe de travail, est donnée ci-après.

2. Proposition

- a) Ajouter la nouvelle rubrique suivante à la Liste de marchandises dangereuses du chapitre 3.2 :

No ONU	Nom et description	Classe ou division	Risque subsidiaire	Groupe d'emballage	Dispositions spéciales	Quantités limitées	Emballages et GRV		Citernes mobiles	
							IE	DS	IT	DS
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
3XXX	ÉMULSION À BASE DE NITRATE D'AMMONIUM servant à la fabrication des explosifs de mine	5.1		III	yyy	Aucune	P503 IBC02		T2	TP17 TPxy

- b) Ajouter au chapitre 3.3 la nouvelle disposition spéciale suivante yyy :

"Cette rubrique s'applique aux émulsions non sensibilisées qui consistent essentiellement en une solution de nitrate d'ammonium en dispersion dans une phase huileuse et ne sont destinées à la fabrication d'un explosif de mine de type E qu'après un autre traitement avant l'emploi. La composition de l'émulsion est d'une manière générale la suivante : 60 à 85 % de nitrate

d'ammonium; 5 à 30 % d'eau; 2 à 8 % d'huile; 0,5 à 4 % d'émulsifiant; 0 à 10 % d'agent soluble inhibiteur de flamme et traces d'additifs. D'autres sels de nitrate inorganiques peuvent remplacer une partie du nitrate d'ammonium. La formule doit satisfaire aux épreuves de la série 8 de la section 18 de la première partie du Manuel d'épreuves et de critères."

c) Ajouter au paragraphe 4.2.4.3 la nouvelle disposition spéciale suivante TP xy pour les citernes mobiles :

"Les citernes métalliques doivent être munies de disques de rupture et/ou d'éléments fusibles dont la surface totale de décharge est au moins égale à $[0,005 \text{ m}^2/\text{m}^3]$. Afin d'éviter tout confinement inutile, seuls doivent être utilisés les types de citerne dont la pression de service maximale autorisée ne dépasse pas 2,65 bar."

d) Ajouter à l'instruction d'emballage IBC02 du paragraphe 4.1.4.2 la nouvelle disposition spéciale suivante B yz :

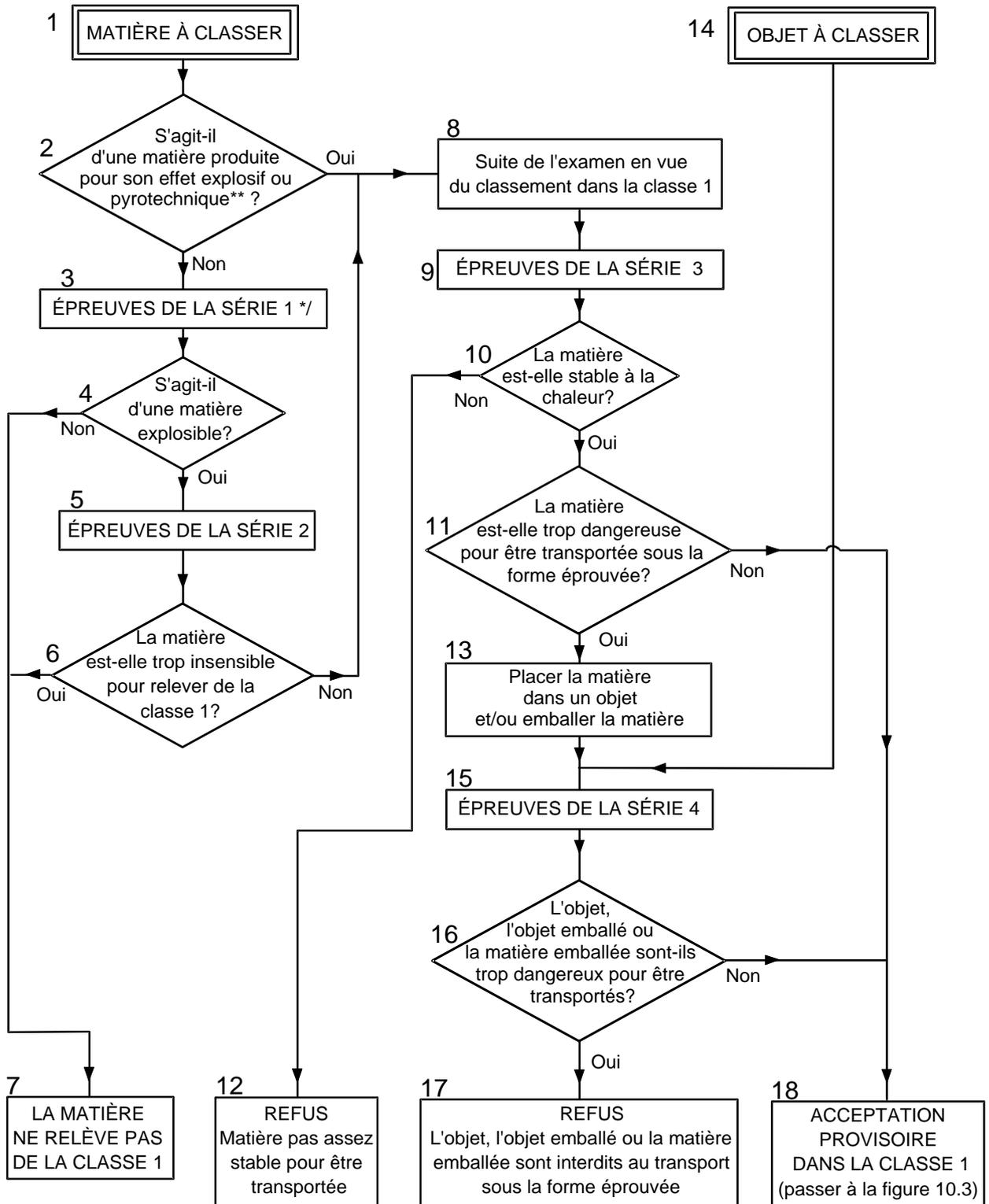
"Pour le No ONU 3XXX, les GRV métalliques doivent être munis de disques de rupture et/ou d'éléments fusibles dont la surface totale de décharge est au moins égale à $[0,005 \text{ m}^2/\text{m}^3]$."

Propositions de modifications à apporter au Manuel d'épreuves et de critères [propositions e) à j)] : voir les pages suivantes

Les modifications résultant de l'adoption des modifications proposées, qui doivent ultérieurement être apportées au Manuel d'épreuves et de critères sont les suivantes :

- Paragraphe 1.2.2, tableau 1.1; dans la colonne "Série d'épreuves" : remplacer "1 - 7" par "1 - 8";
- Sous-section 1.6, tableau 1.2; ajouter les épreuves de la série 8;
- Paragraphe 10.1.1, dernière phrase; ajouter "figure 1.4" et remplacer "11 à 17" par "11 à 18";
- Paragraphe 10.4.3; attribuer à l'ancien numéro 10.4.3.7 le numéro 10.4.3.8;
- Paragraphe 10.5.1; remplacer "figures 10.4 à 10.7" par "figures 10.5 à 10.8";
- Paragraphe 10.5.2; remplacer "figure 10.8" par "figure 10.9" et attribuer aux anciennes figures Fig. 10.4 à Fig. 10.8 les numéros Fig. 10.5 à Fig. 10.9.

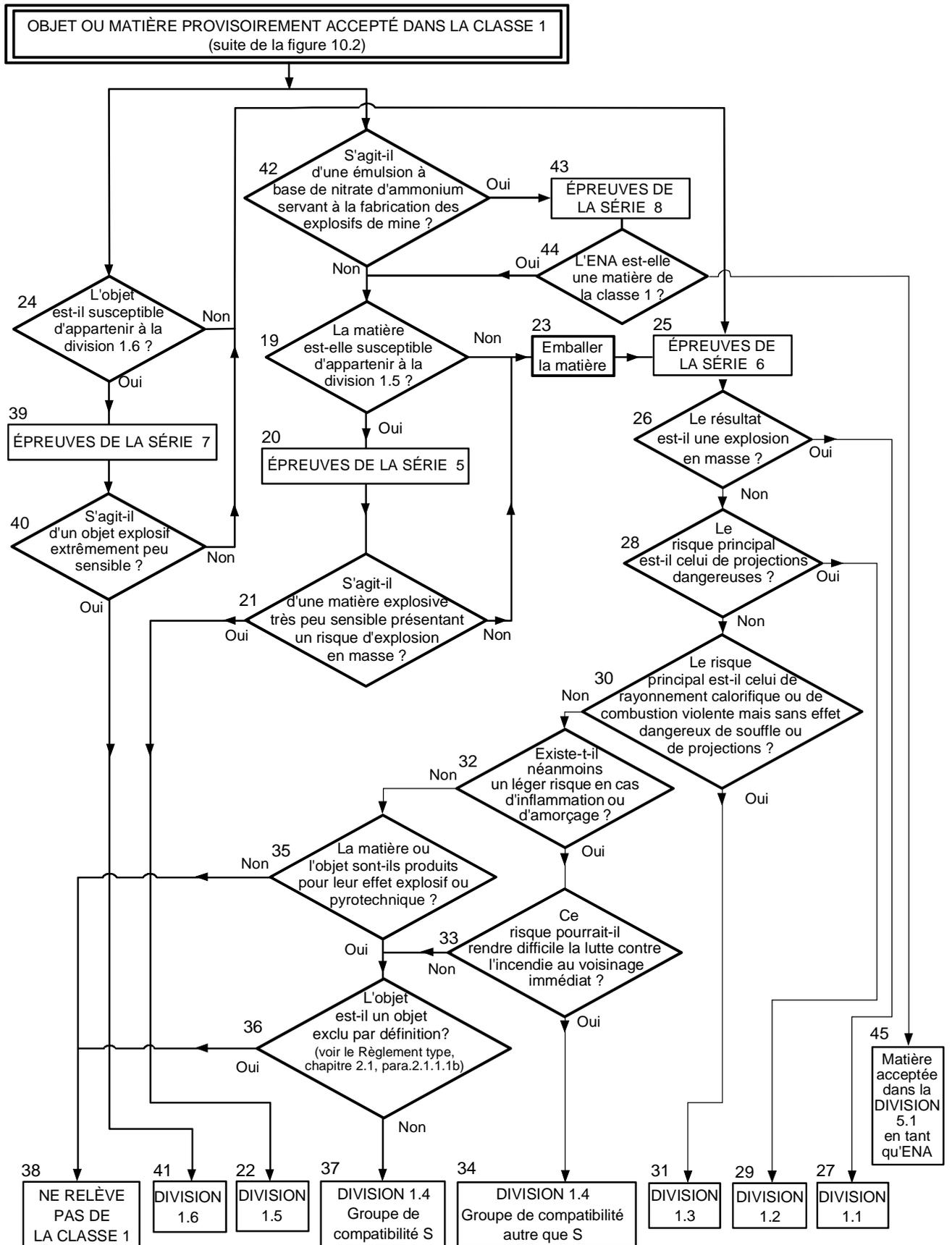
e) Modifier la figure 10.2 comme suit :



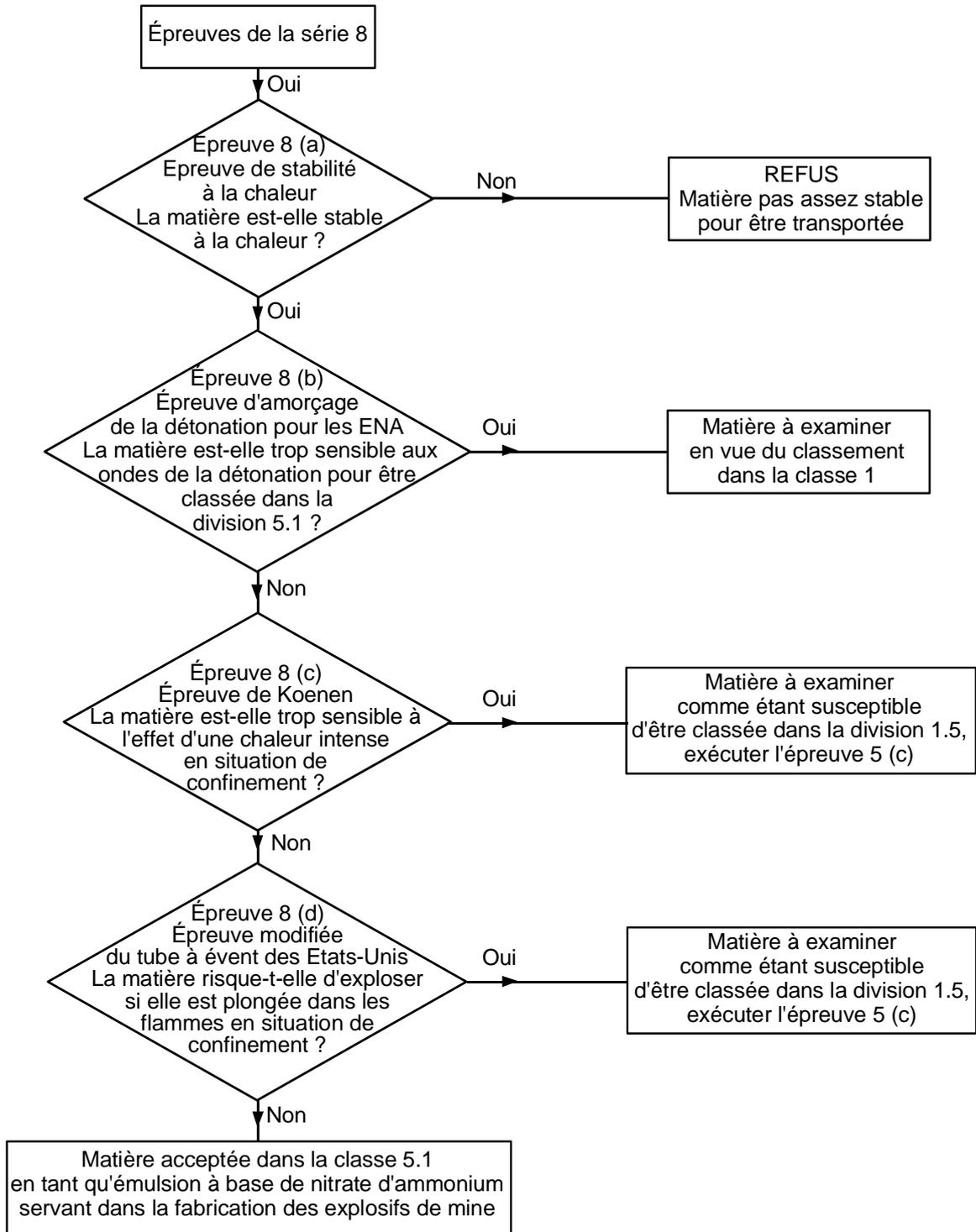
*/ Aux fins de classement, débiter par les épreuves de la série 2.

** ou d'une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication des explosifs de mine.

f) Modifier la figure 10.3 comme suit :



g) Ajouter le nouveau tableau 10.4 :



h) Ajouter le nouveau sous-paragraphe 10.4.2.5 :

10.4.2.5 Il est répondu à la question "S'agit-il d'une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication des explosifs de mine ?" (case 42 de la figure 10.3) au moyen des épreuves de la série 8, chaque objet susceptible de l'être devant être soumis aux quatre épreuves de la série. Les quatre 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 en situation de confinement;
- type 8 d) - épreuve pour déterminer l'effet de l'exposition à un feu important en situation de confinement ventilé.

i) Ajouter le nouveau sous-paragraphe 10.4.3.7 :

10.4.3.7 Les types d'épreuves 8 a) à 8 d) doivent être utilisés en vue d'établir si une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine peut être affectée 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 au tableau 10.4.

j) Ajouter la nouvelle section 18 relative aux épreuves de la série 8 :

SECTION 18

ÉPREUVES DE LA SÉRIE 8

18.1 Introduction

À la question de savoir si une matière susceptible d'être une "émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine" est suffisamment insensible pour être classée dans la division 5.1 on répond en soumettant celle-ci aux quatre types d'épreuves qui constituent la série 8. Les quatre 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 en situation de confinement;
- type 8 d) - épreuve pour déterminer l'effet de l'exposition à un feu important en situation de confinement ventilé.

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 émulsions à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine*	18.4.1
8 b)	Épreuve d'amorçage de la détonation à grande échelle pour les émulsions à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine*	18.4.2
8 c)	Épreuve de Koenen*	18.4.3
8 d)	Épreuve modifiée du tube à évent des États-Unis*	18.4.4

* Épreuve recommandée.

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 le paragraphe 1.5.4 du présent Manuel).

18.4 Description des épreuves de la série 8

18.4.1 *Épreuve 8 a) : Épreuve de stabilité à la chaleur pour les émulsions à base de nitrate d'ammonium*

18.4.1.1 Introduction

18.4.1.1.1 Cette épreuve sert à mesurer la stabilité d'une matière susceptible d'être une "émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine" lorsque celle-ci est soumise à des températures élevées afin de déterminer si elle est trop dangereuse pour être transportée.

18.4.1.1.2 Les émulsions à base de nitrate d'ammonium sont habituellement chargées dans la citerne de transport à de hautes températures, comprises généralement entre [80 et 90 °C]. Cette épreuve est employée pour déterminer si l'émulsion est stable à ces températures. Lorsque ce type d'épreuves est exécuté normalement (voir le paragraphe 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 à base 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 matériel

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 1 °C vers le haut ou vers le bas 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 :

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

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.

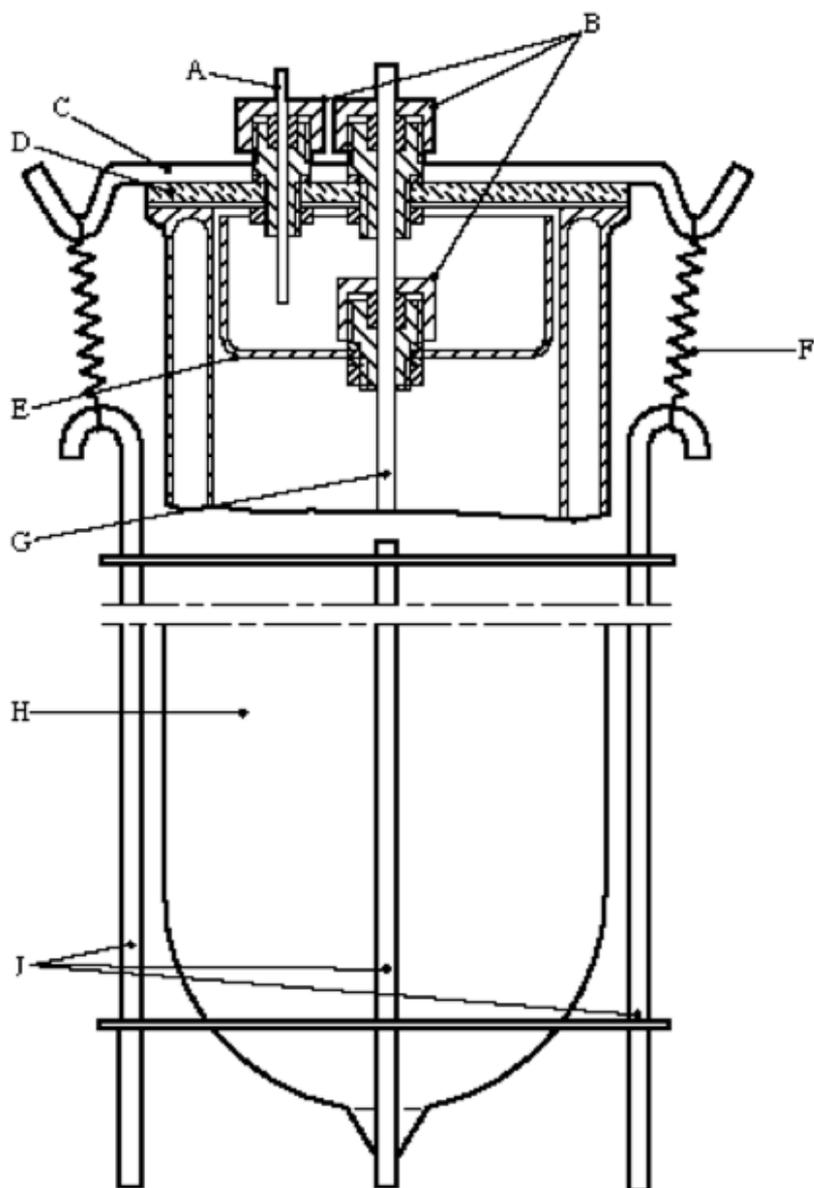
18.4.1.3.3 Si l'échantillon résiste à l'épreuve, le refroidir, le retirer de la chambre d'épreuve et l'éliminer dans les meilleurs délais. On peut déterminer la perte de masse et les changements de la composition.

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 à base de nitrate d'ammonium est considérée comme étant stable à la chaleur et peut continuer à être éprouvée en tant que matière susceptible d'être une "émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine".

18.4.1.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse de l'échantillon (kg)	Perte de chaleur du Dewar (mW/kg.K)	Résultat
à remplir			



-
- | | |
|-------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------|
| 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

18.4.2 *Épreuve 8 b) : Épreuve d'amorçage de la détonation pour les émulsions à base de nitrate d'ammonium*

18.4.2.1 Introduction

Cette épreuve sert à mesurer la sensibilité d'une matière susceptible d'être une "émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine" à une onde de détonation d'une intensité donnée, c'est-à-dire avec charge excitatrice et barrière spécifiée.

18.4.2.2. Appareillage et matériels

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 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 les tableaux joints qui sont issus de l'Accord de normalisation 4488 de l'OTAN). *Cette valeur est-elle la bonne pour distinguer les émulsions sensibles des émulsions non sensibles, ou l'intervalle doit-il être ajusté ?*];
- f) une plaque d'acier doux de 200 mm x 200 mm x 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.

18.4.2.3 Mode opératoire

Comme le montre la figure 18.4.2.1, 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.

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.

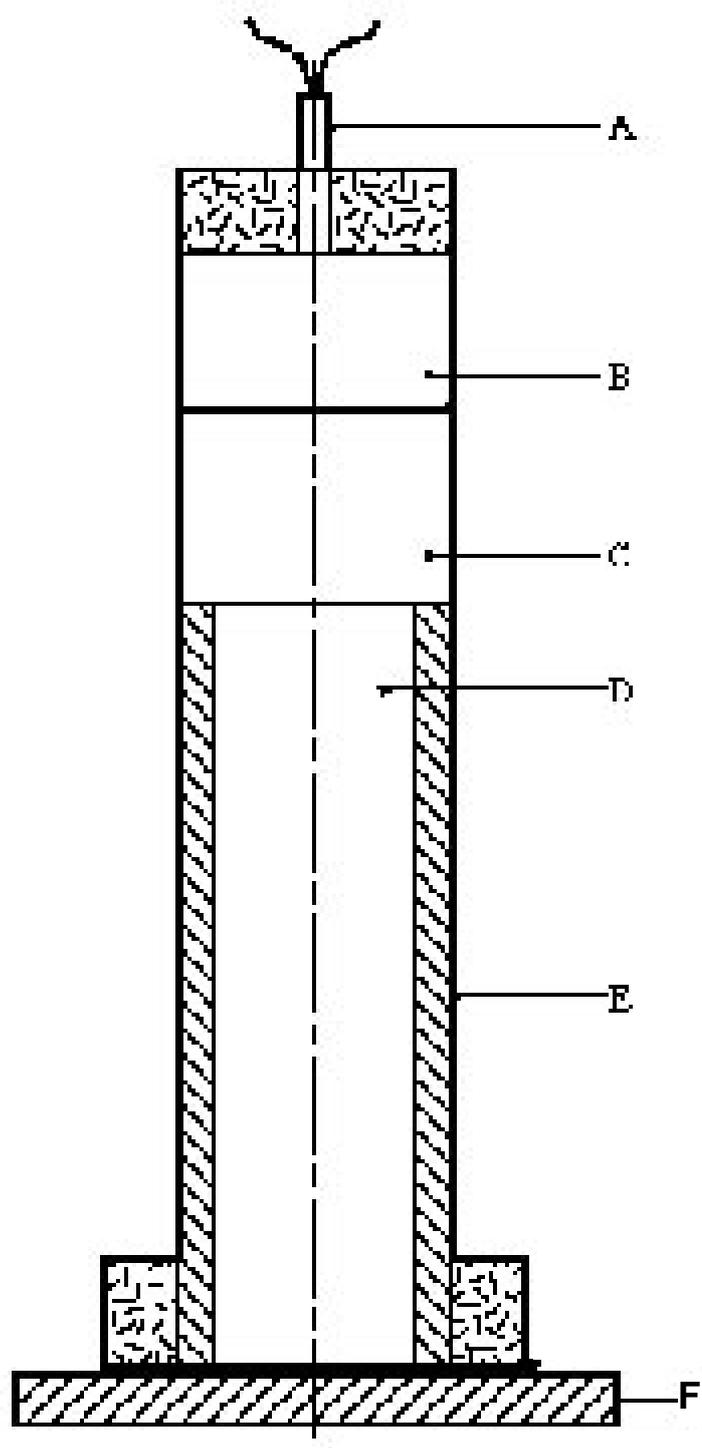
D'autres méthodes de récupération des fragments peuvent être utilisées, mais il importe de ménager sous la plaque témoin un espace suffisant de façon à ne pas gêner la perforation de la plaque. L'épreuve est exécutée trois fois, à moins qu'un résultat positif ne soit constaté avant.

18.4.2.4 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 [**la longueur de la barrière devant être déterminée**] n'est pas une "émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine" et le résultat est considéré comme positif (+).

18.4.2.5 Exemples de résultats

Matière	Résultat
à remplir	



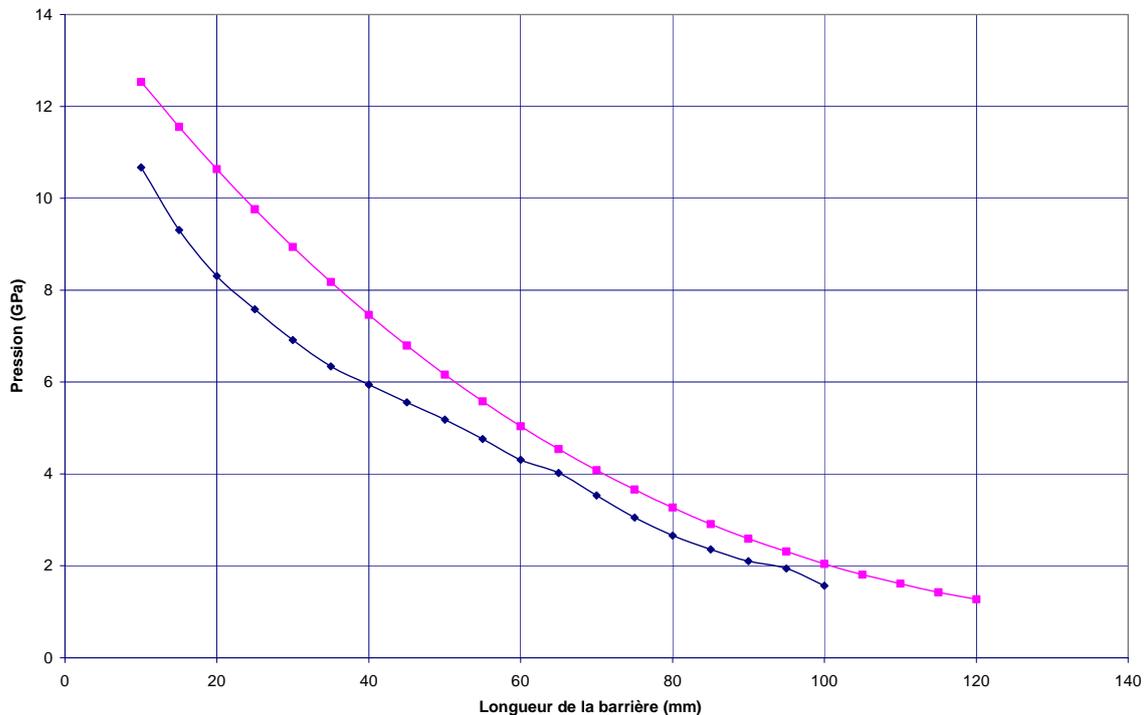
-
- | | |
|---------------------|-----------------------|
| A) Détonateur | B) Charge excitatrice |
| C) Barrière de PMMA | D) Échantillon |
| E) Tube en acier | F) Plaque témoin |
-

Figure 18.4.2.1 : ÉPREUVE ÉTENDUE D'AMORÇAGE DE LA DÉTONATION À GRANDE ÉCHELLE

**DONNÉES D'ÉTALONNAGE POUR L'ÉPREUVE ÉTENDUE D'AMORÇAGE DE LA
DÉTONATION À GRANDE ÉCHELLE**

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

Données d'étalonnage pour l'épreuve étendue d'amorçage de la détonation à grande échelle

18.4.3 *Épreuve 8 c) : Épreuve de Koenen*18.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité d'une matière susceptible d'être une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine à l'effet d'une chaleur intense en situation de fort confinement.

18.4.3.2 *Appareillage et matériels*

18.4.3.2.1 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 18.4.3.1.1. 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 filetée et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 18.4.3.1.1.

8.4.3.2.2 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 cm^3 de phtalate de dibutyle. On enregistre le temps nécessaire pour porter la température du liquide (mesurée avec un thermocouple de 1 mm de diamètre placé en position centrale à 43 mm au-dessous du bord de la douille) de $50 \text{ }^\circ\text{C}$ à $250 \text{ }^\circ\text{C}$ et on calcule la vitesse de chauffage.

18.4.3.2.3 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 18.4.3.1.2. 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 18.4.3.1.2. 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.

18.4.3.3 *Mode opératoire*

18.4.3.3.1 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.

18.4.3.3.2 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.

18.4.3.3.3 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.

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

- "O" : Douille intacte;
- "A" : Fond de la douille gonflé;
- "B" : Fond et paroi de la douille gonflés;
- "C" : Fond de la douille fendu;
- "D" : Paroi de la douille fendue;

- "E" : Douille fendue en deux * fragments;
 "F" : Douille fragmentée en trois * 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 18.4.3.1.3. 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 fileté (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 paragraphe 18.4.3.2.1 jusqu'à ce que l'on obtienne trois résultats négatifs ("pas d'explosion") lors de trois essais au même diamètre. Le diamètre limite pour une matière donnée est le plus grand diamètre pour lequel le résultat "explosion" ait été obtenu. S'il n'y a pas d'explosion même au diamètre de 1 mm, on note comme résultat pour le diamètre limite "moins de 1 mm".

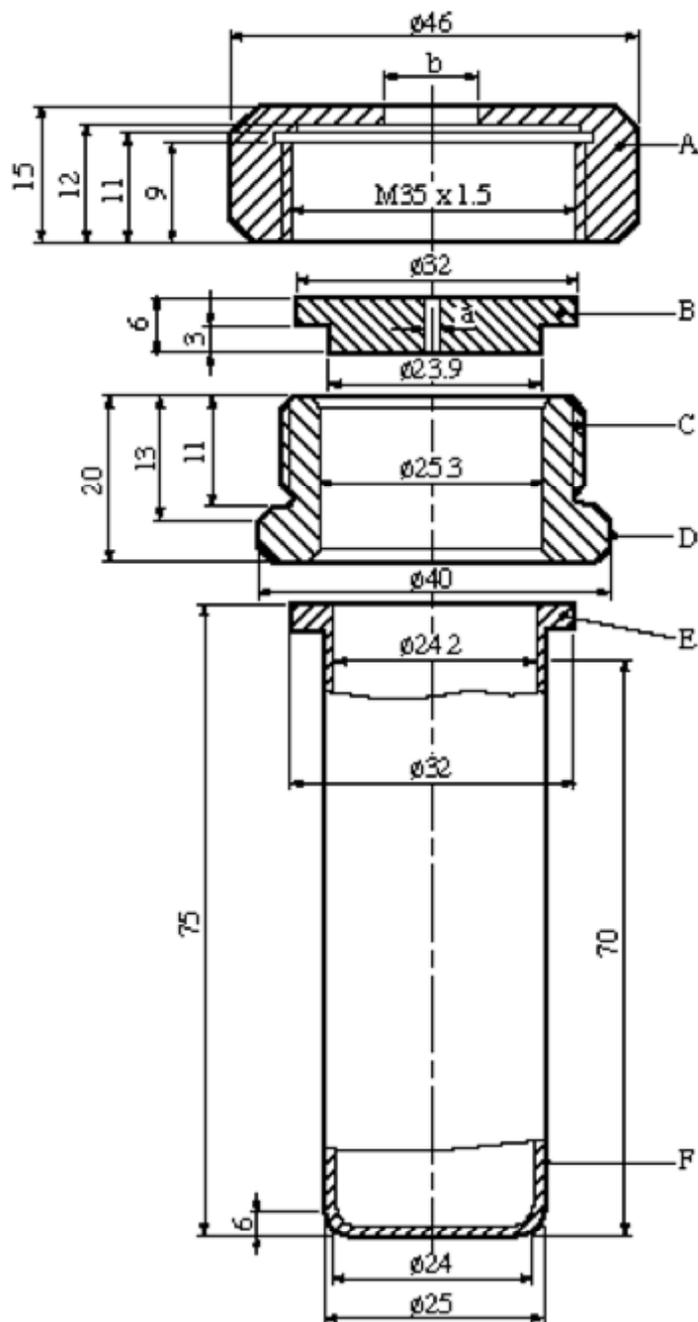
18.4.3.4 *Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats*

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.

18.4.3.5. *Exemples de résultats*

Matière	Résultat
à remplir	

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



-
- | | |
|--------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|
| 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 fileté | D) 36 mm entre plats |
| E) Rebord | F) Douille |
-

Figure 18.4.3.1.1 : DOUILLE ET ACCESSOIRES

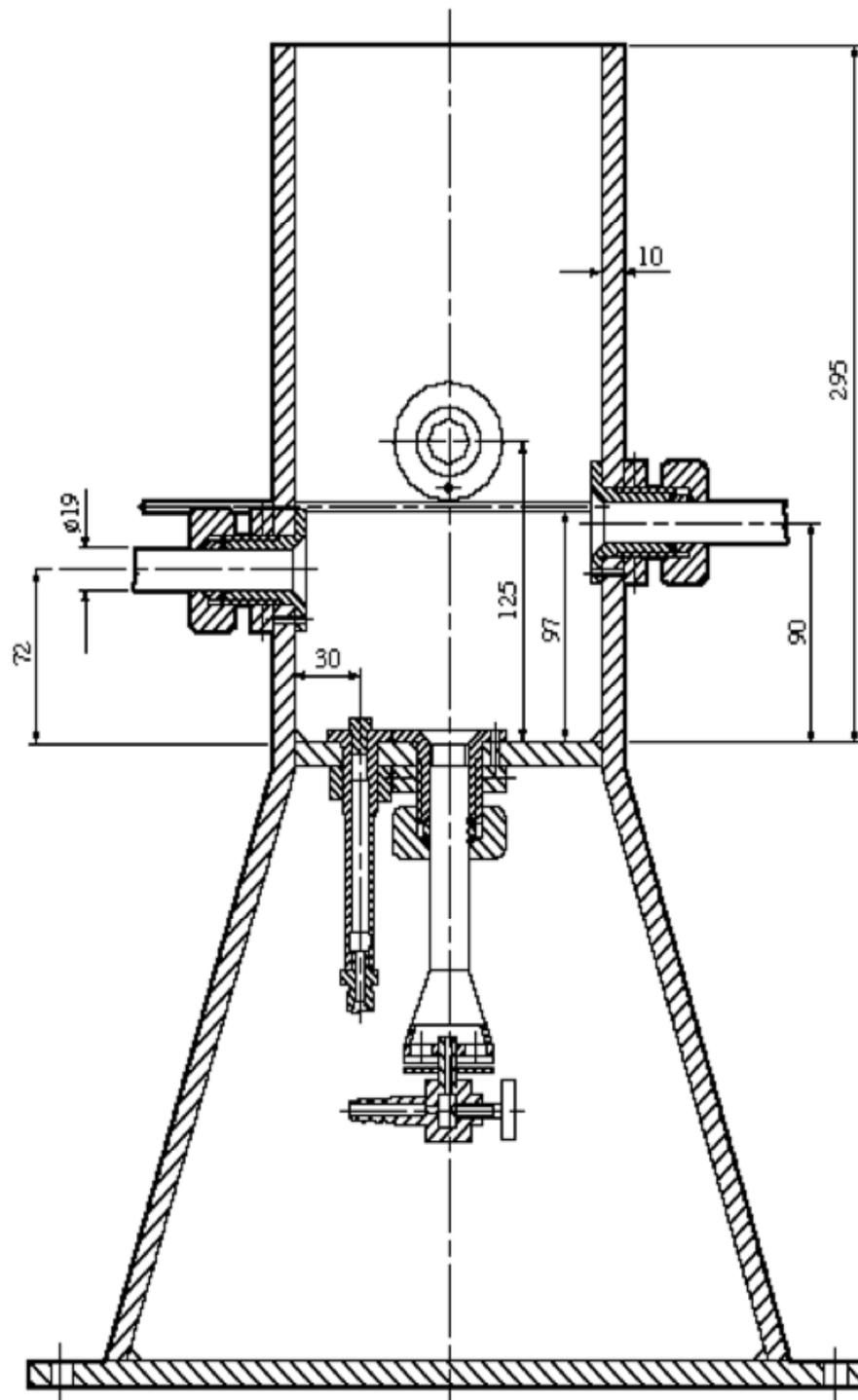


Figure 18.4.3.1.2 : ENCEINTE DE CHAUFFAGE ET DE PROTECTION

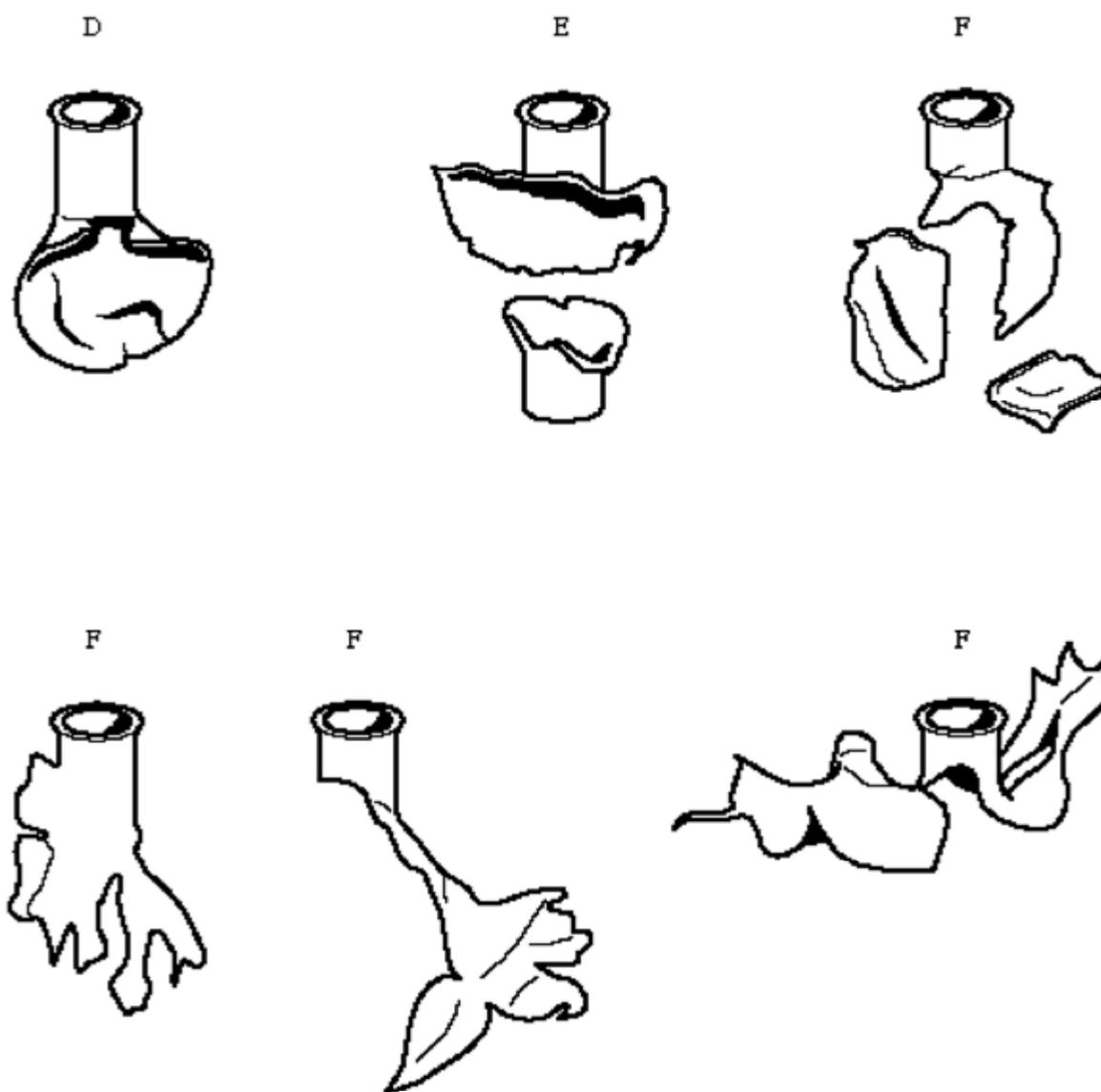


Figure 18.4.3.1.3 : EXEMPLES DES TYPES DE FRAGMENTATION D, E ET F

18.4.4 *Épreuve 8 d) : Épreuve du tube à évent des États-Unis*

18.4.4.1 *Introduction*

L'épreuve du tube à évent sert à évaluer les effets de l'exposition à un feu important, en situation de confinement ventilé, d'une matière susceptible d'être une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant dans la fabrication des explosifs de mine.

18.4.4.2 *Appareillage et matériels*

On utilise le matériel suivant :

- a) Un tube en acier (*la spécification devant être fournie par les États-Unis*) d'un diamètre de (30 ± 1) cm et d'une longueur de (60 ± 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 76 mm de diamètre auquel est raccordé par soudure un tuyau en acier d'une longueur de 150 mm et d'un diamètre intérieur de 76 mm, est soudée sur l'orifice supérieur (voir la figure 18.4.4.1.1) (*d'autres spécifications sur les diamètres intérieurs et extérieurs, l'épaisseur des parois et les tolérances sont à fournir*);
- b) Une grille métallique suffisamment résistante pour supporter le poids du conduit rempli au-dessus du combustible et permettre un chauffage approprié;
- c) Une quantité suffisante de combustible pour que le feu persiste pendant au moins 30 minutes ou éventuellement jusqu'à ce que la matière ait eu à l'évidence assez de temps pour réagir au feu;
- d) Des moyens appropriés permettant d'allumer un feu, par exemple du fioul et un allumeur pyrotechnique avec des copeaux de bois.

On peut faire usage de caméscopes ou de caméras.

18.4.4.3 *Mode opératoire*

18.4.4.3.1 Le conduit 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. Sous celle-ci on place le fioul de manière que le feu puisse s'engouffrer dans le conduit. Des précautions doivent éventuellement être prises contre les vents latéraux afin d'éviter la dissipation de la chaleur. Des méthodes de chauffage adaptées sont notamment un feu de bois à l'aide d'un réseau en lattes de bois, ou un feu au moyen d'un combustible liquide ou gazeux qui produit des flammes dont la température s'élève à 800 °C au moins. ***Le feu doit être allumé dans un lieu sûr. Si le conduit ne se rompt pas, il faut que le système refroidisse avant que le dispositif puisse être désassemblé avec soin et que le conduit puisse être vidé.***

18.4.4.3.2 Les observations doivent porter sur les points suivants :

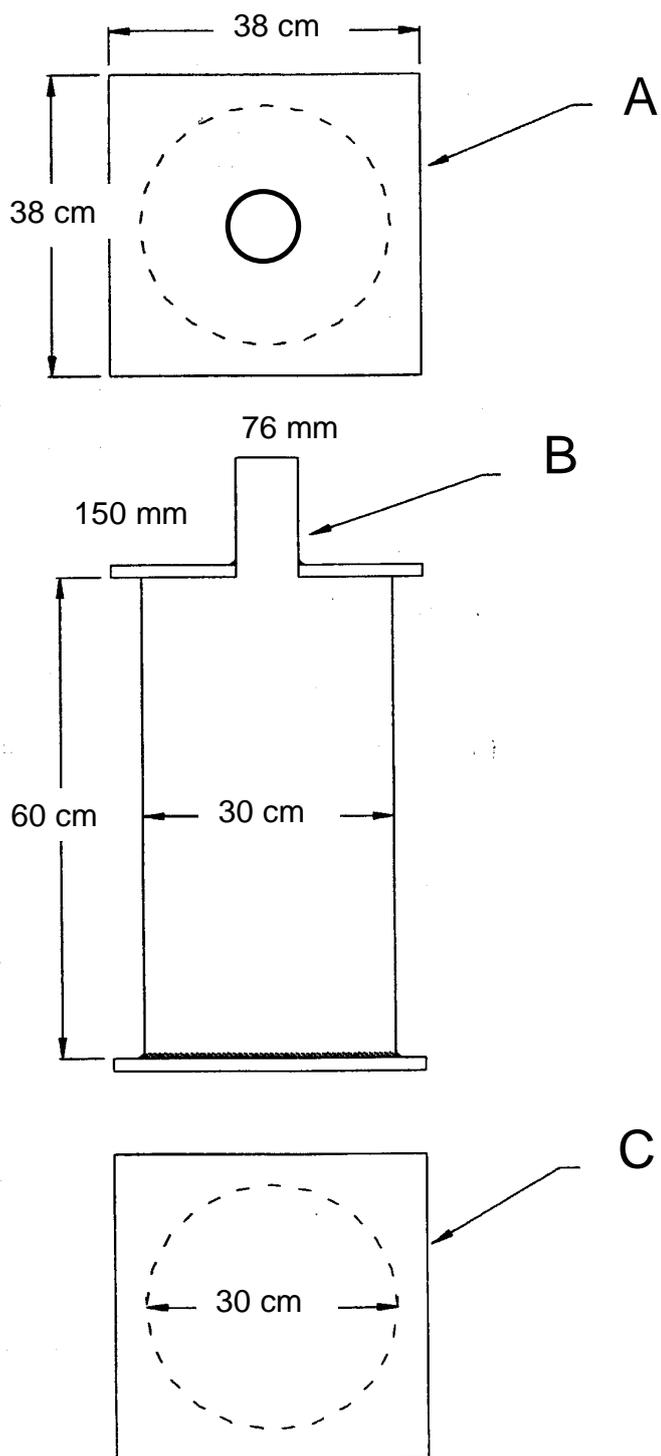
- a) preuve de l'explosion;
- b) bruit intense; et
- c) projection de fragments en provenance de la zone du feu.

18.4.4.4 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 on observe une explosion ou une rupture du conduit. On considère que le résultat est négatif (-) en l'absence d'explosion ou de rupture de conduit.

18.4.4.5 Exemples de résultats

Matière	Résultat
à remplir	



A) Plaque supérieure B) Raccord en tube d'acier C) Plaque inférieure

Figure 18.4.4.1 : ÉPREUVE DU TUBE À ÉVENT
