



Secrétariat

Distr.
GÉNÉRALE

ST/SG/AC.10/C.3/2000/21
17 avril 2000

FRANÇAIS
Original : ANGLAIS

COMITÉ D'EXPERTS EN MATIÈRE DE TRANSPORT
DES MARCHANDISES DANGEREUSES

Sous-Comité d'experts du transport des
marchandises dangereuses

(Dix-huitième session, 3-14 juillet 2000,
Point 5 i) de l'ordre du jour)

**PROJETS D'AMENDEMENTS DIVERS AU RÈGLEMENT TYPE
SUR LE TRANSPORT DES MARCHANDISES DANGEREUSES**

Explosifs

**Rapport du groupe de travail informel sur le 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 s'est réuni sous les auspices de la Fédération des fabricants européens d'explosifs (FEEM) à Engene (Norvège), du 4 au 8 octobre 1999. Y ont participé des représentants des autorités, des laboratoires et de l'industrie des pays suivants : Afrique du Sud,

Allemagne, Canada, États-Unis d'Amérique, France, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Royaume-Uni et Suède. M. Johansen (Norvège) a été élu Président et M. de Jong (Pays-Bas) Secrétaire.

Le groupe de travail a examiné les documents suivants :

- ST/SG/AC.10/1998/45 (France)
- ST/SG/AC.10/C.3/1999/34 (Canada)
- ST/SG/AC.10/C.3/1999/47 (Norvège)
- UN/SCETDG/16/INF9 (OCDE-IGUS).

Pendant la réunion, des documents d'information sur les sujets suivants ont été distribués et examinés :

- Renseignements communiqués pour examen (États-Unis d'Amérique)
- Solutions-mères de nitrate d'ammonium (Suède)
- Émulsions à base de nitrate d'ammonium (Royaume-Uni)
- Réglementation française concernant le transport des émulsions-mères de nitrate d'ammonium (France)

En outre, l'AEMSC (Australie) a soumis un document lors de la réunion du groupe de travail intersessions du Comité d'experts.

Le Sous-Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses avait chargé le groupe de travail des tâches suivantes :

- Définir des critères de classement appropriés;
- Analyser les propriétés des émulsions en vue de mettre au point des méthodes d'épreuve permettant de les classer;
- Déterminer la nécessité d'une nouvelle méthode d'essai afin de mieux évaluer les propriétés explosives de ces émulsions; et
- Proposer des conditions de transport adaptées à chaque type d'emballage, par exemple emballage particulier, citerne ou GRV.

Le groupe de travail a commencé par examiner la composition générale des produits censés ne pas devoir relever de la classe I.

Les propriétés suivantes des émulsions ont été examinées (elles sont citées dans le désordre) :

1. État physique et présence éventuelle d'additifs solides
2. Émulsions sensibilisées ou non sensibilisées

3. "Émulsions d'eau dans l'huile"
4. Nitrates seulement ou présence d'autres sels
5. Température pendant le transport
6. Viscosité
7. Densité
8. Degré de mélange
9. Impuretés
10. Type d'huile
11. Point d'éclair de l'huile.

À l'issue d'un débat pendant lequel les participants ont confronté les renseignements dont ils disposaient, le groupe de travail a arrêté les proportions suivantes :

Nitrate d'ammonium (peut être partiellement remplacé par d'autres sels de nitrate inorganiques) :
60 à 85 %

Eau : 5 à 30 %

Huile : 2 à 8 %

Émulsifiant : 0,5 à 4 %

Ignifugeants solubles : 0 à 10 %

Additifs divers : traces.

Le groupe de travail est arrivé à la conclusion suivante :

"Émulsion non sensibilisée se composant principalement d'une solution de nitrate d'ammonium dispersée dans une phase huileuse, servant à la fabrication d'explosifs de mine de type E utilisables uniquement après supplément de traitement. Cette émulsion a normalement la composition suivante : nitrate d'ammonium (60 à 85 %), eau (5 à 30 %), huile (2 à 8 %), émulsifiant (0,5 à 4 %), ignifugeants solubles (0 à 10 %), et additifs divers (traces). Le nitrate d'ammonium peut être partiellement remplacé par d'autres sels de nitrate inorganiques."

Se fondant sur la proposition initiale présentée dans les documents de la France et de la Norvège, le groupe de travail a décidé de proposer la désignation officielle de transport suivante :

"ÉMULSION À BASE DE NITRATE D'AMMONIUM servant à la fabrication d'explosifs de mine"

qui constituerait une nouvelle rubrique de la division 5.1. Pour pouvoir relever de la division 5.1, cette matière doit subir une série d'épreuves destinées à en déterminer la sécurité. Ces épreuves sont les suivantes :

- Épreuve de sensibilité à l'amorce
- Épreuve de Koenen
- Épreuve PDD des États-Unis modifiée (épreuve 5 b ii)) avec un inflammateur de 20 grammes)
- Épreuve du tube avec évent (États-Unis)
- Épreuve de stabilité thermique.

Le groupe de travail a provisoirement décidé de retenir l'épreuve du tube avec évent (États-Unis), qui est censée répondre au problème que pose le transport en vrac de cette matière. La source de chaleur devrait être la même que celle qui est définie dans l'épreuve (révisée) 6 c)), mais des exemples de résultats devraient aussi être présentés. Le Canada s'est porté volontaire pour analyser la méthode d'épreuve plus avant pour voir si elle permet de distinguer une substance relevant du 5.1 d'une substance relevant du 1.5. La France a été d'avis qu'une épreuve PDD est tout à fait à même de définir les propriétés de détonation d'une matière en faisant l'économie d'épreuves de détonation de grande ampleur. Les Pays-Bas ont proposé de tester l'épreuve PDD des États-Unis sur des échantillons caractéristiques fournis par l'industrie, afin d'améliorer la crédibilité de cette méthode d'épreuve.

Si la matière ne satisfait pas aux critères définis pour les épreuves, elle devrait être susceptible d'inclusion dans la classe 1, division 1.5D ou 1.1D.

Conditions d'épreuve : dans l'état dans lequel la matière est remise au transport (voir par. 1.5.4 du Manuel d'épreuves et de critères).

À l'issue d'un long débat, le groupe de travail s'est mis d'accord sur un projet de nouvelle rubrique et de nouvelles méthodes d'épreuve, comme suit :

2. Proposition

a) Dans la Liste des marchandises dangereuses (chap. 3.2), ajouter une nouvelle rubrique, comme suit :

No ONU	Nom et description	Classe ou division	Risque subsidiaire	Groupe d'emballage	Dispositions spéciales	Quantités limitées	Emballages et GRV		Citernes mobiles	
							Instructions d'emballage	Dispositions spéciales	Instructions de transport	Dispositions spéciales
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
3XXX	ÉMULSION À BASE DE	5.1		III	yyy	Néant	P503		T2	PT17

NITRATE D'AMMONIUM servant à la fabrication d'explosifs de mine							IBC02			PTxy
---	--	--	--	--	--	--	-------	--	--	------

b) Au chapitre 3.3, ajouter une nouvelle disposition spéciale (yyy) :

"Cette rubrique s'applique aux émulsions non sensibilisées se composant principalement d'une solution de nitrate d'ammonium dispersée dans une phase huileuse, servant à la fabrication d'explosifs de mine de type E utilisables uniquement après supplément de traitement. Cette émulsion a normalement la composition suivante : nitrate d'ammonium (60 à 85 %), eau (5 à 30 %), huile (2 à 8 %), émulsifiant (0,5 à 4 %), ignifugeants solubles (0 à 10 %) et divers additifs (traces). Le nitrate d'ammonium peut être partiellement remplacé par d'autres sels de nitrate inorganiques. Les émulsions doivent satisfaire aux épreuves de la série 8 du Manuel d'épreuves et de critères, première partie, section 18."

c) Au paragraphe 4.2.4.3, ajouter une nouvelle disposition spéciale applicable au transport des citernes mobiles (TP xy), ainsi conçue :

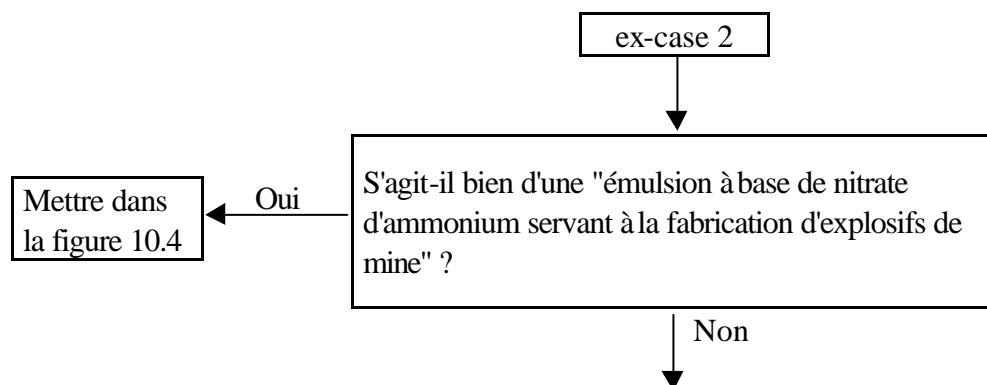
"Les citernes métalliques doivent être munies de disques de rupture et/ou d'éléments fusibles ayant une section de décharge totale d'au moins $[0,005 \text{ m}^2/\text{m}^3]$. Afin d'éviter un confinement inutile, seules les citernes dont la pression de service maximale admissible (PSMA) ne dépasse pas 2,65 bar peuvent être utilisées."

d) au paragraphe 4.1.4.2, Instruction d'emballage IBC02, ajouter une disposition spéciale d'emballage (B yz), comme suit :

"Pour le numéro ONU 3XXX, les GRV doivent être munis de disques de rupture et/ou d'éléments fusibles ayant une section de décharge totale d'au moins $[0,005 \text{ m}^2/\text{m}^3]$."

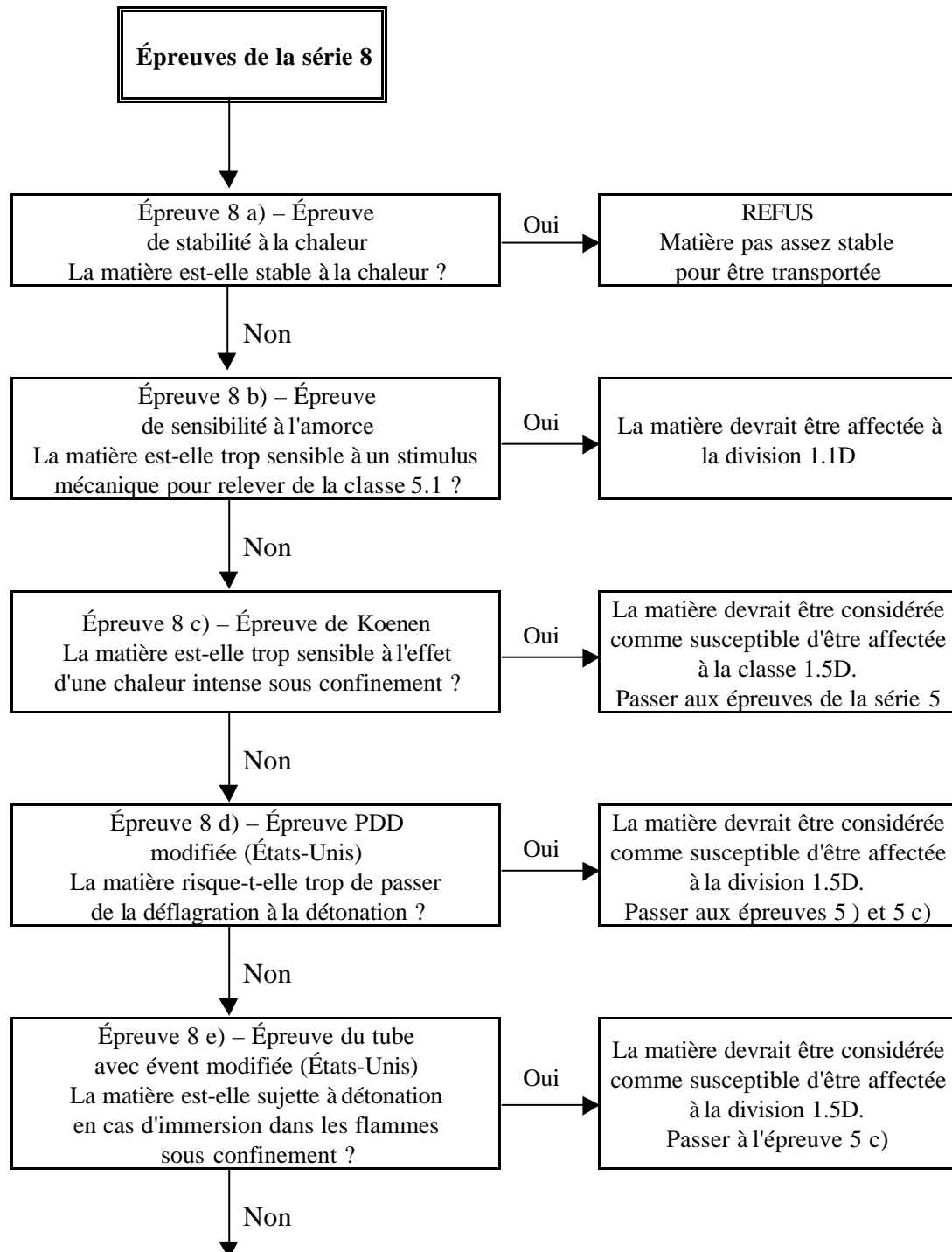
Modifications à apporter au Manuel d'épreuves et de critères :

e) Modifier la figure 10.2 :



Mettre dans l'ex-case 3

f) Ajouter un nouveau tableau, ainsi conçu :



Matière acceptée dans la classe 5.1
sous la désignation "émulsion à base
de nitrate d'ammonium" servant à la
fabrication d'explosifs de mine

- g) Ajouter une nouvelle section, ainsi conçue :

"SECTION 18
ÉPREUVES DE LA SÉRIE 8

18.1 Introduction

À la question de savoir si une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine est suffisamment insensible pour être affectée à la division 5.1, il est répondu par les épreuves de la série 8. Toute matière susceptible d'être classée dans la division 5.1 devrait subir chacun des cinq types d'épreuves composant la série 8. Ces cinq types d'épreuves sont les suivants :

- Type 8 a) – Épreuve servant à déterminer la stabilité thermique;
- Type 8 b) – Épreuve servant à déterminer la sensibilité à un intense stimulus mécanique;
- Type 8 c) – Épreuve servant à déterminer l'effet de la chaleur sous confinement;
- Type 8 d) – Épreuve thermique servant à déterminer la tendance au passage de la déflagration à la détonation; et
- Type 8 e) – Épreuve servant à déterminer l'effet d'une immersion dans les flammes, en confinement partiel.

18.2 Méthodes d'épreuve

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

**Tableau 18.1 : MÉTHODES D'ÉPREUVE POUR LES ÉPREUVES
DE LA SÉRIE 8**

Code	Nom de l'épreuve	Section
8 a)	Épreuve de stabilité thermique*	18.4.1
8 b)	Épreuve de sensibilité à l'amorce*	18.4.2
8 c)	Épreuve de Koenen*	18.4.3
8 d)	Épreuve PDD modifiée (États-Unis)*	18.4.4
8 e)	Épreuve du tube avec évent (États-Unis)*	18.4.5

* Épreuve recommandée.

18.3 Conditions d'épreuve

18.3.1 La matière doit être soumise aux épreuves dans l'état dans lequel elle est remise au transport, à la température de transport la plus élevée possible (voir par. 1.5.4 du présent Manuel).

18.4 Description des épreuves de la série 8

18.4.1 *Épreuve de stabilité thermique (épreuve 8 a)*

18.4.1.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à mesurer la stabilité d'une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine lorsqu'elle est soumise à une température supérieure à la température normale et à déterminer si elle est trop dangereuse pour être transportée.

18.4.1.2 *Appareillage et matériels*

18.4.1.2.1 On doit disposer de l'appareillage suivant :

- a) Une étuve électrique avec ventilation, munie d'un équipement électrique antidéflagrant et d'un dispositif de réglage thermostatique permettant de maintenir la température à 75 ± 2 °C et d'enregistrement de la température réelle. L'étuve devrait être pourvue de deux thermostats ou d'un système de protection équivalent contre un échauffement excessif en cas de défaillance du thermostat;
- b) Un bécher sans bec de 35 mm de diamètre et de 50 mm de haut, et un verre de montre de 40 mm de diamètre;
- c) Une balance permettant de déterminer la masse de l'échantillon à $\pm 0,1$ g près;
- d) Trois thermocouples et un système d'enregistrement;
- e) Deux tubes en verre à fond plat de 50 ± 1 mm de diamètre et de 150 mm de haut et deux bouchons résistant à une surpression interne de 0,6 bar (60 kPa).

18.4.1.2.2 On devrait utiliser comme matière témoin une matière inerte dont les propriétés physiques et thermiques sont semblables à celles de la matière éprouvée.

18.4.1.3 *Mode opératoire*

18.4.1.3.1 ***Dans le cas d'une matière nouvelle, il convient d'exécuter plusieurs essais préalables, consistant à chauffer de petits échantillons à 75 °C pendant 48 heures, afin d'étudier son comportement.*** S'il n'est pas observé de réaction explosive lors de l'essai d'une petite quantité de matière, la procédure décrite en 18.8.1.3.2 ou 18.8.1.3.3 est appliquée. S'il y a explosion ou inflammation, la matière est jugée thermiquement trop instable pour le transport.

18.4.1.3.2 Essai sans appareillage de mesure : On dépose un échantillon de 50 g dans un bécher que l'on recouvre et place dans l'étuve. Celle-ci est réglée à 75 °C et l'échantillon doit y séjourner pendant 48 heures ou jusqu'à ce qu'il y ait inflammation ou explosion. S'il ne se produit ni l'un ni l'autre, mais que l'on observe des signes d'échauffement spontané tels que dégagement de fumée ou décomposition, on applique la procédure décrite en 18.4.1.3.3. Si par contre la matière ne montre aucun signe d'instabilité thermique, elle peut être considérée comme thermiquement stable et n'a pas à être soumise à d'autres essais concernant cette propriété.

18.4.1.3.3 Essai avec appareillage de mesure : Un échantillon de 100 g (ou 100 cm³ si la masse volumique apparente est inférieure à 1 000 kg/m³) est déposé dans un tube et la même quantité de matière témoin dans l'autre tube. Des thermocouples T₁ et T₂ sont introduits dans les tubes à mi-hauteur du contenu. Si les thermocouples ne sont pas en matériaux inertes par rapport à la matière soumise à l'épreuve et à la matière témoin, ils doivent être placés dans des gaines inertes. Les tubes couverts et le thermocouple T₃ sont placés dans l'étuve, comme indiqué sur la figure 18.4.1.1. L'écart de température éventuel entre l'échantillon et le témoin est mesuré pendant 48 heures à partir du moment où l'échantillon et le témoin ont atteint la température de 75 °C. On note également les signes apparents de décomposition de l'échantillon.

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

18.4.1.4.1 Le résultat de l'essai sans appareillage de mesure est considéré comme positif (+) s'il y a inflammation ou explosion, et négatif (-) s'il n'est pas observé de changement. Le résultat de l'essai avec appareillage de mesure est considéré comme positif (+) s'il y a inflammation ou explosion ou s'il est enregistré une différence de température (due à un échauffement spontané) égale ou supérieure à 3 °C. S'il ne se produit pas d'inflammation ou d'explosion mais que l'on constate un échauffement spontané de moins de 3 °C, il peut être nécessaire d'exécuter d'autres essais ou études pour déterminer si la matière est instable à la chaleur.

18.4.1.4.2 Si le résultat d'essai est positif (+), la matière doit être considérée comme thermiquement trop instable pour le transport.

18.4.1.5 Exemples de résultats

Matière	Observations	Résultat
à compléter		

(A) Étuve	(B) Vers le millivoltmètre (T ₁ et T ₂)
(C) Vers le millivoltmètre (T ₃)	(D) Bouchons
(E) Tubes de verre	(F) Thermocouple No 1 (T ₁)
(G) Thermocouple No 2 (T ₂)	(H) 100 cm ³ d'échantillon
(J) Thermocouple No 3 (T ₃)	(K) 100 cm ³ de matière témoin

**Figure 18.4.1.1 : ÉPREUVE DE STABILITÉ THERMIQUE
À 75 °C – DISPOSITIF D'ESSAI**

18.4.2.1 Introduction

L'épreuve sert à déterminer la sensibilité d'une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine à un stimulus mécanique intense.

18.4.2.2 Appareillage et matériels

Le dispositif d'essai pour l'épreuve de sensibilité à l'amorce est représenté sur les figures 18.4.2.1 et 18.4.2.2. Il est constitué d'un tube en carton de 80 mm de diamètre minimal, de 160 mm de longueur minimale, et de 1,5 mm d'épaisseur maximale de paroi, fermé à sa base par une membrane tout juste suffisante pour retenir l'échantillon. Le stimulus mécanique intense est fourni par un détonateur normalisé (voir l'appendice 1) introduit en position centrale au sommet de la charge de matière contenue dans le tube, sur une profondeur égale à sa longueur. Le tube porte-échantillon est posé sur un témoin qui est constitué d'une plaque en acier de forme carrée de 160 mm de côté et de 1,0 mm d'épaisseur posée sur une entretoise annulaire de 50 mm de hauteur, de 100 mm de diamètre intérieur et de 3,5 mm d'épaisseur de paroi (voir la figure 18.4.2.1). On peut aussi utiliser un cylindre de plomb doux de 51 mm de diamètre et de 102 mm de longueur (voir la figure 18.4.2.2). L'ensemble du dispositif d'essai précité est placé sur une plaque en acier de forme carrée de 152 mm de côté et de 25 mm d'épaisseur.

18.4.2.3 Mode opératoire

La matière éprouvée est chargée dans le tube en trois portions égales. On doit effectuer le chargement de manière soigneuse afin d'éviter tout vide. La densité finale de l'échantillon dans le tube doit être aussi proche que possible de la densité de transport. Le tube est posé sur la plaque témoin et le montage est placé sur la plaque d'embase en acier et le détonateur normalisé est introduit au centre de la partie supérieure de l'échantillon. On met à feu le détonateur depuis un endroit abrité. Après le tir on examine la plaque témoin. On exécute trois essais à moins qu'il n'y ait détonation au premier ou au deuxième.

18.4.2.4 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, lors d'un essai au moins :

- a) la plaque témoin est arrachée ou perforée d'une autre manière (si l'on peut voir le jour à travers la plaque) - des renflements, fissures ou plis dans la plaque témoin n'indiquent pas qu'il y a sensibilité à l'amorce; ou
- b) le centre du cylindre de plomb est comprimé d'une longueur de 3,2 mm ou plus par rapport à sa longueur initiale.

Autrement, on considère que le résultat est négatif (-).

18.4.2.5 Exemples de résultats

Matière	Masse volumique (kg/m³)	Observations	Résultat
à compléter			

-
- | | |
|-----------------------------------|--|
| (A) Détonateur | (B) Tube en carton à enroulement oblique |
| (C) Matière à éprouver | (D) Plaque témoin en acier doux |
| (E) Entretoise annulaire en acier | |
-

**Figure 18.4.2.1 : ÉPREUVE DE SENSIBILITÉ À L'AMORCE
(avec plaque témoin en acier)**

(A) Détonateur électrique	(B) Tube en carton (8,6 cm de diamètre et 16,2 cm de longueur)
(C) Matière à éprouver	(D) Cylindre en plomb
(E) Plaque en acier (de 15 x 15 x 2,5 cm)	(F) Bloc en bois (de 30 x 30 x 5 cm)

Figure 18.4.2.2 : ÉPREUVE DE SENSIBILITÉ À L'AMORCE
(avec cylindre témoin en plomb)

18.4.3 *Épreuve 8 c) : Épreuve de Koenen*

18.4.3.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer la sensibilité d'une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine à l'effet d'une chaleur intense sous confinement défini.

18.4.3.2 *Appareillage et matériels*

18.4.3.2.1 L'appareillage d'essai est constitué par une douille en acier non réutilisable munie d'un dispositif de fermeture réutilisable, installée dans une enceinte de chauffage et de protection. La douille est obtenue par emboutissage d'une tôle d'acier de qualité appropriée. Elle a une masse de $25,5 \pm 1,0$ g. Ses cotes sont indiquées à la figure 18.4.3.1.1. À son extrémité ouverte, la douille comporte une collerette. Le disque à lumière, à travers lequel s'échappent les gaz de décomposition de l'échantillon, est en acier au chrome résistant à la chaleur. Les diamètres de lumière disponibles sont les suivants :

1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 - 5,0 - 8,0 - 12,0 - et 20,0 mm. Les cotes de la bague fileté et de l'écrou (qui forment le dispositif de fermeture) sont indiquées à la figure 18.4.3.1.1.

18.4.3.2.2 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 fluxmètre, et de tuyaux de répartition aux brûleurs. D'autres gaz combustibles peuvent être utilisés à condition que la vitesse de montée en température prescrite soit respectée. La pression du gaz est réglée pour maintenir une vitesse de montée en température 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 rebord de la douille) de 50 °C à 250 °C et on calcule la vitesse de montée en température.

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 en deux points opposés de la paroi 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.

L'appareillage d'essai est installé dans un local protégé. Au cours de l'essai on doit prendre des mesures pour éviter que les flammes des brûleurs ne soient déviées par les courants d'air. Le local d'essais est muni d'un système d'extraction des gaz ou fumées provenant des essais.

18.4.3.3 *Mode opératoire*

18.4.3.3.1 On charge le tube jusqu'à 60 mm du bord en veillant avec un soin particulier à ce qu'il ne subsiste pas de vides. La bague fileté est enfilée sur la douille par en dessous, le disque à lumière approprié est mis en place et l'écrou est serré à la main après application d'un peu de lubrifiant au disulfure de molybdène sur le filet. Il est très important de s'assurer qu'il ne subsiste pas de matière prise entre le rebord de la douille et le disque, ou dans les filets.

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

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

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 *, qui restent éventuellement reliés par une bande étroite;

"G" : douille fragmentée en de nombreux morceaux, petits pour la plupart, dispositif de fermeture intact;

"H" : Douille fragmentée en de nombreux très petits morceaux, dispositif de fermeture déformé ou rompu.

Des exemples des types de fragmentation "D", "E" et "F" sont montrés dans la figure 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", "G" ou "H", on considère que le résultat est "explosion".

18.4.3.3.5 La série d'essais commence par un essai simple avec disque à lumière de 20,0 mm. Si lors de cet essai il y a "explosion", on poursuit la série avec des essais sur des douilles sans disque à lumière ni écrou mais seulement munie de la bague filetée (ouverture : 24,0 mm). Si par contre il n'y a pas d'explosion, avec le disque à lumière de 20,0 mm, on poursuit la série avec un essai pour chacun des diamètres de lumière suivants : 12,0 - 8,0 - 5,0 - 3,0 - 2,0 - 1,5 - et finalement 1,0 mm, jusqu'à ce que l'on obtienne le résultat (positif) "explosion". On exécute alors des essais à des diamètres croissants selon l'ordre indiqué en 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

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

est le plus grand diamètre pour lequel le résultat "explosion" ait été obtenu. S'il n'y a pas d'explosion même au diamètre de 1,0 mm, on note comme résultat pour le diamètre limite moins de 1,0 mm.

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 relève pas de la division 5.1 si le diamètre limite est égal ou supérieur à 2,0 mm. On considère qu'il est négatif (-) si le diamètre limite est inférieur à 2,0 mm.

18.4.3.5 Exemples de résultats

Matière	Résultat
à compléter	

-
- | | |
|--|---|
| (A) Écrou (\varnothing b = 10,0 ou 20,0 mm)
de 41 mm entre plats | (B) Disque à lumière (\varnothing 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 modifiée de passage de la déflagration à la détonation des États-Unis*

18.4.4.1 *Introduction*

Cette épreuve sert à déterminer l'aptitude d'une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine à passer de la déflagration à la détonation.

18.4.4.2 *Appareillage et matériels*

Le dispositif d'essai est représenté à la figure 18.4.4.1.1. La matière à éprouver est placée dans un tube d'acier au carbone (A53 qualité B) de 74 mm de diamètre intérieur et de 7,6 mm d'épaisseur de paroi ("3 inch schedule 80"), long de 457 mm, fermé à une extrémité par un bouchon en acier forgé (type "3000 lb") et à l'autre par une plaque témoin carrée de 13 cm de côté en acier doux de 8 mm d'épaisseur, soudée au tube. Une capsule d'allumage, contenant 20 g de poudre noire (traversant à 100 % la maille No 20 de 0,84 mm et retenue à 100 % par la maille No 50 de 0,297 mm), est placée au centre du tube. Elle est constituée d'un étui cylindrique de 21 mm de diamètre en acétate de cellulose de 0,54 mm d'épaisseur, maintenue par deux couches de bande d'acétate renforcée de filament nylon. La capsule contient une boucle d'allumage formée de 25 mm de fil résistant en nickel-chrome de 0,30 mm de diamètre, ayant une résistance électrique de 0,343 ohms. Cette boucle est reliée à deux fils de cuivre étamé isolés. Les fils passent par deux petits trous percés dans la paroi du tube, l'étanchéité étant assurée par de la résine époxyde.

18.4.4.3 *Mode opératoire*

On charge l'échantillon jusqu'à une hauteur de 23 cm, on introduit la capsule d'allumage au centre du tube (les fils doivent passer par les trous de la paroi) et on scelle les trous à la résine époxyde après avoir tendu les fils. On charge ensuite le reste de l'échantillon et on visse le bouchon du haut. Le tube est placé en position verticale et l'inflamateur est mis à feu avec un courant de 15 A/20 V alternatif. On exécute trois essais, à moins que le passage de la déflagration à la détonation ne se produise lors du premier ou du deuxième.

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

On considère que le résultat d'épreuve est positif (+) et que la matière doit être exclue de la division 5.1 si la plaque témoin est perforée. Dans le cas contraire, le résultat est négatif (-).

18.4.4.5 *Exemples de résultats*

Matière	Masse volumique apparente (kg/m³)	Résultat
à compléter		

(A) Bouchon en acier forgé
(C) Fil de l'inflamateur
(E) Capsule d'allumage

(B) Tube en acier
(D) Joint d'étanchéité
(F) Plaque témoin

**Figure 18.4.4.2.1 : ÉPREUVE MODIFIÉE DE PASSAGE DE LA DÉFLAGRATION
À LA DÉTONATION DES ÉTATS-UNIS**

18.4.5 *Épreuve 8 e) : épreuve du tube avec événement (États-Unis)*

18.4.5.1 *Introduction*

L'épreuve du tube avec événement vise à évaluer les effets, sur une émulsion à base de nitrate d'ammonium servant à la fabrication d'explosifs de mine, d'une immersion dans les flammes, sous confinement partiel.

18.4.5.2 *Appareillage et matériels*

On utilise le matériel suivant :

a) Un tuyau d'acier (*dont les caractéristiques doivent être fournies par les États-Unis*) de 30 ± 1 cm de diamètre et de 60 ± 1 cm de longueur, dont le fond est obturé par une plaque de forme carrée en acier doux soudée, de 38 cm de côté et de $10 \pm 0,5$ mm d'épaisseur. L'extrémité supérieure du tuyau est obturée par une plaque carrée en acier doux soudée, de 38 cm de côté et de $10 \pm 0,5$ mm d'épaisseur, munie en son centre d'un événement de 76 mm de diamètre auquel est soudé un raccord en acier de 150 mm de long et de 76 mm de diamètre interne (voir fig. 18.4.5.1.1). (*D'autres chiffres seront fournis concernant les diamètres intérieurs ou extérieurs, l'épaisseur des parois et les tolérances.*)

b) Une grille métallique suffisamment robuste pour supporter, au-dessus du carburant, le tuyau une fois rempli et permettre un chauffage suffisant.

c) Une quantité suffisante de carburant pour alimenter un feu pendant au moins 30 minutes ou, le cas échéant, jusqu'à ce que la matière ait manifestement eu le temps de réagir au feu.

d) Des moyens appropriés d'inflammation, par exemple du mazout, un inflammateur pyrotechnique et des copeaux de bois.

Des appareils de prise de vue peuvent aussi être utilisés.

18.4.5.3 *Mode opératoire*

18.4.5.3.1 Le tuyau est rempli de la matière soumise à l'épreuve sans bourrage. La matière est soigneusement emballée afin d'éviter la formation de poches de vide. Le tuyau est dressé verticalement sur la grille, sous laquelle est placé le carburant de façon que le tuyau soit immergé dans les flammes. Des protections contre des vents latéraux peuvent être nécessaires afin d'éviter la dissipation de la chaleur. Le chauffage peut se faire sous la forme d'un feu de lattes de bois entrecroisées ou d'un feu de combustible liquide ou gazeux, dégageant une température de flamme d'au moins 800 °C. *Le feu doit être allumé dans un endroit sûr. Si le tuyau ne se brise pas, il faut laisser le montage se refroidir avant de tout démonter et de vider les tuyaux.*

18.4.5.3.2 Faire des observations sur les points suivants :

- a) traces d'explosion;
- b) intensité du bruit; et
- c) projection de fragments provenant de la zone du foyer.

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

Le résultat de l'épreuve est considéré comme positif (+), et la matière ne doit donc pas être classée dans la division 5.1, s'il y a explosion ou rupture du tuyau. S'il ne se produit ni explosion ni rupture du tuyau, alors le résultat est considéré comme négatif (-).

18.4.5.5 Exemples de résultats

Matière	Résultat
à compléter	

-
- (A) Plaque supérieure
 - (B) Raccord en acier
 - (C) Plaque inférieure
-

Figure 18.4.5.1 : ÉPREUVE DU TUBE AVEC ÉVENT
