



**Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses
et du Système général harmonisé de classification
et d'étiquetage des produits chimiques****Sous-Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses****Quarante-septième session**

Genève, 22-26 juin 2015

Point 2 c) de l'ordre du jour provisoire

**Explosifs et questions connexes: Révision des épreuves
des parties I et II du Manuel d'épreuves et de critères****Manuel d'épreuves et de critères****Recommandation visant à améliorer l'épreuve
de la série 8 c): Épreuve de Koenen****Communication de l'Institute of Makers of Explosives (IME)
et de l'Australian Explosives Industry Safety Group
(AEISG)¹****Introduction**

1. À la trente-neuvième session du Sous-Comité, le Groupe de travail des explosifs a examiné des questions relatives à la difficulté d'exécution des épreuves décrites dans le Manuel d'épreuves et de critères et recommandé au Sous-Comité² de le charger d'examiner les épreuves mentionnées dans les parties I et II du Manuel afin de:

- a) Mieux définir les spécifications des épreuves;
- b) Mieux définir les tolérances associées à ces spécifications; et
- c) Supprimer les spécifications inutiles ou superflues.

¹ Conformément au programme de travail du Sous-Comité pour la période 2015-2016, approuvé par le Comité à sa septième session (voir ST/SG/AC.10/C.3/92, par. 95, et ST/SG/AC.10/42, par. 15).

² Document informel INF.58 (trente-neuvième session), par. 13.



2. Le Sous-Comité a décidé que cette tâche devrait être menée à bien³.
3. Dans le cadre de cette initiative, on a examiné l'origine de l'épreuve de Koenen, série 8, type c). Au fil des années, les épreuves exécutées par les organismes spécialisés et par l'industrie ont montré que l'acier de la douille se ramollissait et s'affaiblissait considérablement avant qu'on ne perçoive une réaction du nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel (ENA)⁴ aux effets de la chaleur. Actuellement, le temps nécessaire pour que les ENA présentent une réaction (autre qu'une remontée par l'orifice) sous l'effet d'une chaleur intense est dix fois plus long qu'il ne l'était avec les matières évaluées par Koenen et Ide dans les années 1950, pour lesquelles l'épreuve a été mise au point. Ce chauffage prolongé peut entraîner une diminution de la résistance de la douille en acier due à un amollissement thermique et à l'oxydation au contact de la solution chaude de nitrate d'ammonium contenue dans la douille, dont les produits de décomposition incluent l'acide nitrique.
4. L'AEISG a déjà soumis une communication proposant que le diamètre des disques à lumière soit fixé à 2 mm pour l'épreuve et à 1,5 pour l'étalonnage de la douille⁵. Cette proposition a été examinée et appuyée par le Groupe de travail des explosifs⁶, approuvée par le Sous-Comité à ses quarante-cinquième⁷ et quarante-sixième⁸ sessions et approuvée par le Comité à sa septième session⁹.
5. L'examen qui suit montre que le délai de réaction plus long observé lorsqu'on exécute l'épreuve de Koenen sur les ENA, épreuve qui a été élaborée pour des explosifs moléculaires, a pour effet de modifier les propriétés de la douille en acier et donc influe sur les résultats puisque l'épreuve ne porte plus seulement sur la matière contenue dans la douille en acier mais aussi sur l'acier lui-même.

Examen

6. Ces trente dernières années, les ENA sont devenus la principale matière première pour la fabrication des explosifs en vrac, qui remplacent les explosifs moléculaires, utilisés quand Koenen et Ide ont mis au point leur épreuve. En raison de leur sensibilité moindre, de leur meilleure stabilité thermique et de la possibilité de servir à la fabrication d'explosifs en vrac, les ENA sont devenus la matière première commerciale de choix.
7. L'article publié en 1956 par Koenen et Ide¹⁰ a été étudié dans le but de déterminer les conditions dans lesquelles l'épreuve était effectuée lors de sa mise au point et comment elle a ensuite été incorporée dans le Manuel d'épreuves et de critères. Un rapport détaillé sur cet examen a été publié en 2011¹¹.

³ ST/SG/AC.10/C.3/78, par. 24 et 25.

⁴ L'abréviation ENA désigne les nitrates d'ammonium en émulsion, suspension ou gel conformément au No ONU 3375.

⁵ ST/SG/AC.10/C.3/2014/11.

⁶ Document informel INF.61 (quarante-cinquième session), par. 9.

⁷ ST/SG/AC.10/C.3/90, par. 20, et ST/SG/AC.10/C.3/2014/73, partie II, sect. 18 (p. 45 et 46).

⁸ ST/SG/AC.10/C.3/92, par. 8.

⁹ ST/SG/AC.10/42, par. 12.

¹⁰ Dr. H. Koenen et Dr. K. H. Ide, "Über die Prüfung explosiver Stoffe. III. Ermittlung der Empfindlichkeit explosiver Stoffe gegen thermische Beanspruchung in einer Erhitzungskammer mit verschiedenen definierten Öffnungen (Stahlhülsenverfahren)", *Explosivstoffe*, Nr. 6, Juni 1956, pp. 119-125 und *Explosivstoffe*, Nr. 7, Juli 1956, pp. 143-148.

¹¹ Document informel INF.53 (trente-neuvième session).

8. Les épreuves exécutées par les organismes spécialisés et l'industrie ont montré que le délai de réaction des ENA était généralement de plusieurs minutes, très différent de celui des matières testées par Koenen et Ide qui était en général de 2 à 20 secondes pour les matières du groupe I et pouvait atteindre 56 secondes pour les matières du groupe II¹¹. À l'époque des travaux de Koenen et Ide, les ENA n'existaient pas. L'étude de l'article a montré également que le temps «utile», c'est-à-dire le délai après que l'acier ait été «amolli» serait seulement de 25 secondes pour les matières solides inertes comme le sable lorsque le contenu n'humidifie pas la surface intérieure de la douille.

9. L'acier utilisé pour la douille qui contient la matière est une tôle d'acier répondant à la norme DC04. Ses propriétés en fonction de la température sont indiquées dans le diagramme annexé au présent document. À l'époque où l'épreuve de Koenen a été incluse dans le Manuel d'épreuves et de critères, les explosifs à usage commercial étaient très semblables à ceux utilisés pour la mise au point de l'épreuve. On constate sur le diagramme que la limite d'élasticité de cet acier pour une contrainte plastique effective de 0,20 tombe de 550 MPa à 350 MPa lorsqu'il est chauffé à 315 °C, ce qui montre que ce type d'acier ne conserve pas son élasticité au chauffage.

10. L'épreuve a été mise au point par Koenen et Ide pour des matières plus réactives que les ENA, présentant des délais de réaction généralement compris entre 1 et 10 secondes. Avec les ENA, dont le délai de réaction est plus long, il faut attendre au moins 60 secondes pour qu'il se produise un fait observable. Comme on l'a dit précédemment, un chauffage prolongé affaiblit la douille et, de ce fait, toute réaction comportant un éclatement de la douille serait un résultat faussement positif dû à l'affaiblissement du contenant.

11. Afin de s'assurer que l'on mesure réellement la réactivité de la matière, ce qui était l'intention initiale de Koenen et Ide, il est proposé de limiter le chauffage de la douille à 30 secondes, soit une durée supérieure à la durée utile de 25 secondes spécifiée par les auteurs, encore que proche de cette durée.

Propositions

Section 18

12. Modifier comme suit le paragraphe 18.6.1.3.3:

18.6.1.3.3 La douille est ensuite placée dans un étau solidement ancré et l'écrou est serré avec une clef. 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 dans les 30 secondes, on doit ~~prolonger~~ interrompre le chauffage ~~et le résultat de l'épreuve sera négatif (-). Pendant 5 minutes au moins avant d'arrêter l'essai.~~ Après chaque essai, s'il y a eu éclatement dans les 30 secondes, on rassemble et on pèse les fragments de la douille pour s'assurer que tous ont bien été récupérés.

Examen

13. S'agissant des épreuves de la série 8, la procédure actuelle qui ne fixe pas de limite de la durée dans l'épreuve de Koenen pour les ENA fournit des résultats faussement positifs car l'épreuve est exécutée sur des matières pour lesquelles elle n'a pas été conçue et mise au point. L'AEISG et l'IME recommandent que le Sous-Comité et son Groupe de travail des explosifs envisagent de modifier le délai de réaction proposé pour faire en sorte que l'épreuve n'évalue que le comportement de la matière et pas également celui du contenant. L'AEISG et l'IME estiment que les amendements proposés ne conviennent qu'à l'épreuve de Koenen figurant dans la série 8 et ne sont pas présentés pour examen s'agissant des autres épreuves de Koenen qui figurent dans les séries 1, 2 et E.

Appendice

Limite d'élasticité des tôles d'acier répondant à la norme DC04

