



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-huitième session**

Genève, 30 novembre-9 décembre 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**Remplacement de certaines des épreuves de la série 8 par l'épreuve relative à la pression minimale de combustion****Communication de l'expert du Canada¹****Introduction**

1. Les épreuves de l'actuelle série 8 pour les émulsions de nitrate d'ammonium (ENA) sont loin de faire l'unanimité. L'épreuve de Koenen [8 c)] a pour but d'évaluer les risques d'incendie mais elle fonctionne mal pour les ENA, notamment parce que, lors de l'épreuve, l'échantillon a tendance à obstruer l'orifice. Sur la base du récent rapport présenté par le Groupe de travail sur les explosifs à la quarante-septième session du Sous-Comité (document informel INF.53), un consensus a pu être dégagé selon lequel l'épreuve de Koenen n'est pas adaptée à l'évaluation des ENA et il conviendrait d'envisager des épreuves de remplacement. Il est donc fortement souhaitable de mettre au point une épreuve à petite échelle qui soit répétable, afin d'évaluer les risques présentés par l'exposition au feu des ENA. L'épreuve du tube avec évent [8 d)] vise également à déterminer les risques d'incendie mais nécessite de vastes installations pour être réalisée, étant donné que l'importante masse d'échantillon éprouvée (60 kg) peut exploser; en outre, sa répétabilité est faible.

2. À la trente-septième session du Sous-Comité, l'expert du Canada a présenté le document informel INF.41 décrivant l'épreuve relative à la pression minimale de combustion du Laboratoire canadien de recherche sur les explosifs (CanmetLCRE). Ce document contenait une série de résultats obtenus avec une vaste gamme d'émulsions d'usage courant, qui attestaient de la répétabilité des épreuves. Les résultats démontraient clairement que l'épreuve du CanmetLCRE pouvait permettre de

¹ Conformément au programme de travail du Sous-Comité pour la période 2015-2016, adopté 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).



différencier des ENA susceptibles de servir de précurseurs typiques pour des explosifs en émulsion « en vrac » ou « emballés ». Les ENA peu sensibles généralement transportées en citerne ont des pressions minimales de combustion qui se situent entre 6 et 12 MPa (855 à 1 725 psi effectifs), contre 0,45 à 3 MPa (50 à 420 psi effectifs) pour les ENA généralement utilisées dans des produits emballés.

3. L'intérêt d'introduire l'épreuve relative à la pression minimale de combustion dans la série 8 tient au fait que les ENA dotées d'une pression minimale de combustion élevée s'enflamment plus difficilement, entretiennent moins la combustion et ont une moindre propension à passer de la déflagration à la détonation par rapport aux ENA qui ont une pression minimale de combustion faible. D'un point de vue plus pragmatique, l'épreuve permet de faire la distinction entre les produits qui sont traditionnellement considérés comme ne présentant pas de danger en cas de transport en vrac et les autres produits. Comme l'ont démontré les résultats de la section 9 et les analyses fournies auparavant dans le document informel INF.41 (trente-septième session), la teneur en eau est le principal facteur ayant une incidence sur la pression minimale de combustion des ENA. D'autres ingrédients, comme le nitrate de sodium ou l'urée, peuvent aussi avoir un effet important sur la pression minimale de combustion.

Proposition

4. L'expert du Canada propose de modifier la série 8 d'épreuves de sorte à remplacer les actuelles épreuves 8 c) [sous-paragraphe 18.6.1 (Épreuve de Koenen)] et 8 d) [sous-paragraphe 18.7.1 (Épreuve du tube avec évent)] par l'épreuve relative à la pression minimale de combustion du LCRE décrite dans l'annexe ci-après. Il est, en outre, proposé de limiter l'affectation au numéro ONU 3375 et à la division 5.1 aux produits ayant une pression minimale de combustion supérieure à 5,6 MPa (800 psi effectifs).

Annexe

L'épreuve relative à la pression minimale de combustion du CanmetLCRE

1. Introduction

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

Elle permet également de déterminer si les matières susceptibles d'être transportées en citerne sont adaptées à ce type de transport.

2. Appareillage et matériels

On utilise le matériel suivant :

a) Les échantillons sont placés dans de petits tubes d'acier cylindriques (les cellules d'essai) d'une longueur de 7,6 cm et d'un diamètre intérieur d'au moins 1,6 cm. Une ouverture large de 3 mm doit être usinée dans l'axe de chaque cellule d'essai pour permettre l'échappement des gaz de combustion lors des essais (fig. 1). L'intérieur de chaque cellule doit être revêtu d'une peinture haute température non conductrice. L'échantillon doit être inséré avec prudence dans la cellule d'essai pour éviter la cristallisation de celui-ci et la création de vides d'air. Une fois le filament d'allumage placé dans l'échantillon (voir le point b) ci-après), chaque extrémité de la cellule est obturée à l'aide de bouchons en néoprène n° 0 dont la face intérieure doit être alésée de sorte à pouvoir recevoir les raccords du dispositif d'allumage.

b) L'allumage se fait au moyen d'un filament en alliage 60 % nickel-16 % chrome d'un diamètre de 0,51 mm (résistance nominale de $5,5 \Omega \text{ m}^{-1}$ à 20° C) et d'une longueur de 7 cm. À l'aide de raccords appropriés, les deux extrémités du filament d'allumage doivent être épissées sur 50 cm de fil de cuivre nu à âme pleine d'un diamètre de 14 AWG. Le filament d'allumage est placé dans l'échantillon, dans l'axe de la cellule d'essai. Une fois les bouchons en néoprène en place, les fils en cuivre nus sont tordus à 90° de sorte que le filament d'allumage soit droit dans le sens de l'axe.

c) La cellule d'essai susmentionnée est placée dans une bombe de sorte que son axe se trouve à l'horizontale, avec l'ouverture sur le dessus (fig. 2). Il est recommandé que la bombe ait un volume minimum de 4 l et une résistance à la pression de fonctionnement de 20,8 MPa (soit 3 000 psi effectifs). La bombe doit être pourvue de deux électrodes de traversée rigides isolées capables de transmettre un courant d'une intensité de 20 A et scellées de sorte à subir une pression nominale équivalente à celle de la bombe. Pour des raisons de sécurité, il est recommandé que la bombe soit placée dans une salle d'essai protégée et qu'elle soit équipée de disques de rupture pour permettre l'évacuation du contenu de la bombe à une pression légèrement inférieure à sa pression maximale de fonctionnement. La bombe doit aussi être équipée d'une entrée et d'une sortie. Afin que l'on puisse purger la bombe après un essai, la sortie doit être équipée d'une valve à haute pression pouvant être actionnée à distance. L'entrée sert à porter la pression interne de la bombe à une valeur initiale prédéfinie avant l'essai. Pour des raisons pratiques, il est recommandé que la bombe soit aussi pourvue d'un capteur de pression ayant une étendue de mesure de 0 à 25 MPa.

d) Une rampe d'alimentation en gaz comprenant des bouteilles d'argon sous pression commandée depuis une pièce protégée située à proximité (la salle des instruments), permettant de soumettre la bombe à une pression initiale prédéfinie. Pour des raisons pratiques, la rampe doit être pourvue d'une vanne à pointeau pouvant servir de vanne de purge afin d'ajuster la pression initiale à l'intérieur de la bombe.

e) Une alimentation électrique à courant constant capable d'alimenter le système à une intensité maximale de 20 A. Le courant peut être contrôlé en mesurant la tension aux bornes d'une résistance de shuntage à haute précision (de l'ordre de quelques $m\Omega$) branchée en série sur le filament d'allumage.

f) Un oscilloscope ou un système informatique d'acquisition de données capable de recevoir le signal du capteur de pression ainsi que le courant du filament d'allumage. La fréquence minimale d'acquisition doit être de 100 Hz pour des périodes pouvant atteindre 5 minutes.

g) Un multimètre permettant de mesurer la résistance électrique pour une plage comprise entre 0,1 Ω et 10 $M\Omega$.

3. *Procédure d'épreuve*

3.1 Insérer horizontalement dans la bombe une cellule d'essai préparée conformément aux prescriptions énoncées aux alinéas a) et b) du paragraphe 2 ci-dessus. Relier les fils nus en cuivre de la cellule aux électrodes de la bombe à l'intérieur de celle-ci et fermer la bombe.

3.2 À l'aide du multimètre (voir l'alinéa g) du paragraphe 2 ci-dessus), vérifier qu'aucun courant électrique ne passe entre chaque électrode et le corps de la bombe. Une fois cette vérification faite, relier les fils de l'alimentation électrique (voir alinéa e) du paragraphe 2 ci-dessus) aux électrodes. En cas de contact entre les électrodes et le corps de la bombe, trouver la cause et l'éliminer avant de procéder à l'essai.

3.3 L'opérateur sort de la chambre d'essai et prend place dans la salle des instruments. Fermer la sortie de la bombe et ouvrir l'entrée. Depuis la salle des instruments, augmenter la pression à l'intérieur de la bombe jusqu'à atteindre approximativement la valeur initiale requise pour l'essai. S'il s'agit du premier essai réalisé avec une matière donnée, cette valeur doit être une estimation déduite de la pression minimale de combustion attendue en fonction de la formule de l'échantillon. Fermer l'entrée et maintenir la bombe sous pression pendant plusieurs minutes avant l'allumage afin de s'assurer que le système ne présente pas de fuites importantes. Une fois cette vérification faite, régler précisément la pression à la valeur initiale requise puis fermer l'entrée de la bombe.

3.4 Déclencher l'acquisition des données (ou l'oscilloscope) et faire passer dans le filament d'allumage un courant de 10,5 A pendant quelques secondes, jusqu'à ce que l'échantillon s'enflamme et fasse fondre le filament d'allumage, après quoi l'alimentation électrique doit être coupée.

3.5 En cas de combustion totale de l'échantillon (si la combustion a atteint la paroi de la cellule d'essai; il peut rester une faible quantité d'échantillon sur les bouchons en néoprène), le résultat est jugé concluant et le prochain essai doit être réalisé à une pression plus faible. Dans le cas contraire, le résultat est jugé non concluant et le prochain essai doit être réalisé à une pression plus élevée (fig. 3). Les valeurs de pression enregistrées par le capteur peuvent aussi fournir des données probantes pour déterminer s'il y a eu combustion ou non (fig. 4).

3.6 Une fois l'essai terminé, ouvrir la vanne de sortie afin de purger tous les gaz de combustion vers un système d'échappement. Il est également indiqué de procéder à une purge lente à l'argon pendant quelques minutes afin d'éliminer tous les gaz toxiques avant l'ouverture de la bombe.

3.7 Débrancher les fils de l'alimentation électrique des électrodes du compartiment et ouvrir la bombe. Récupérer la cellule d'essai et noter toute observation visuelle. Prendre éventuellement des photos afin d'étayer ces observations. Nettoyer complètement la bombe.

3.8 Répéter les étapes 3.1 à 3.7 en réduisant graduellement les écarts (positifs ou négatifs) de pression jusqu'à ce que la pression minimale de combustion ait été déterminée avec suffisamment de précision (voir quelques exemples représentatifs ci-dessous). Procéder, par paliers ascendants et descendants, à au moins 12 essais. La pression minimale de combustion retenue est la moyenne entre la pression initiale la plus élevée parmi les essais non concluants et la pression initiale la plus faible parmi les essais concluants (fig. 5).

4. Critères d'épreuve et méthode d'évaluation des résultats

On considère que le résultat d'une épreuve est positif (+) si la pression minimale de combustion mesurée pour la matière éprouvée susceptible d'être considérée comme nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel servant à la fabrication d'explosifs de mine est supérieure ou égale à 5,6 MPa (ou 800 psi effectifs). Dans ce cas, la matière éprouvée peut être affectée au numéro ONU 3375 et à la division 5.1, et considérée comme adaptée au transport par citerne.

Si la pression minimale de combustion mesurée est inférieure à 5,6 MPa (ou 800 psi effectifs), le résultat est considéré comme négatif (-).

5. Exemples de résultats

Matières	MBP/MPa (psi)	Résultat
69,75 nitrate d'ammonium/24,8 eau/5,45 huile+cire	14,24 (2 051)	+
77,82 nitrate d'ammonium/16,6 eau/5,58 huile+cire	8,69 (1 246)	+
66,36 nitrate d'ammonium/10,36 nitrate de sodium/17,9 eau/5,38 huile+cire	4,68 (649)	-
69,32 nitrate d'ammonium/10,45 nitrate de sodium/14,70 eau/5,53 huile+cire	4,16 (589)	-
51,79 nitrate d'ammonium/19,25 nitrate de sodium/20,6 eau/8,36 huile+cire	7,97 (1 141)	+
57,66 nitrate d'ammonium/18,42 nitrate de calcium/17,22 eau/6,70 huile+cire	7,79 (1 115)	+
69,26 nitrate d'ammonium/5,71 nitrate de sodium/6,42 perchlorate de sodium/7,80 eau /5,71 huile+cire/5,00 aluminium/0,2 µS* en plastique	1,59 (216)	-
72,54 nitrate d'ammonium/6,15 perchlorate de sodium/8,10 eau/5,26 huile+cire /4,97 aluminium/2,98 µS* en verre	0,94 (122)	-
76,92 nitrate d'ammonium/7,46 urée/10,20 eau /5,42 huile+cire	6,05 (863)	+

* µS signifie « microsphères ».

Figure 1
Cellule d'essai pour l'épreuve relative à la pression minimale de combustion
du CanmetLCRE

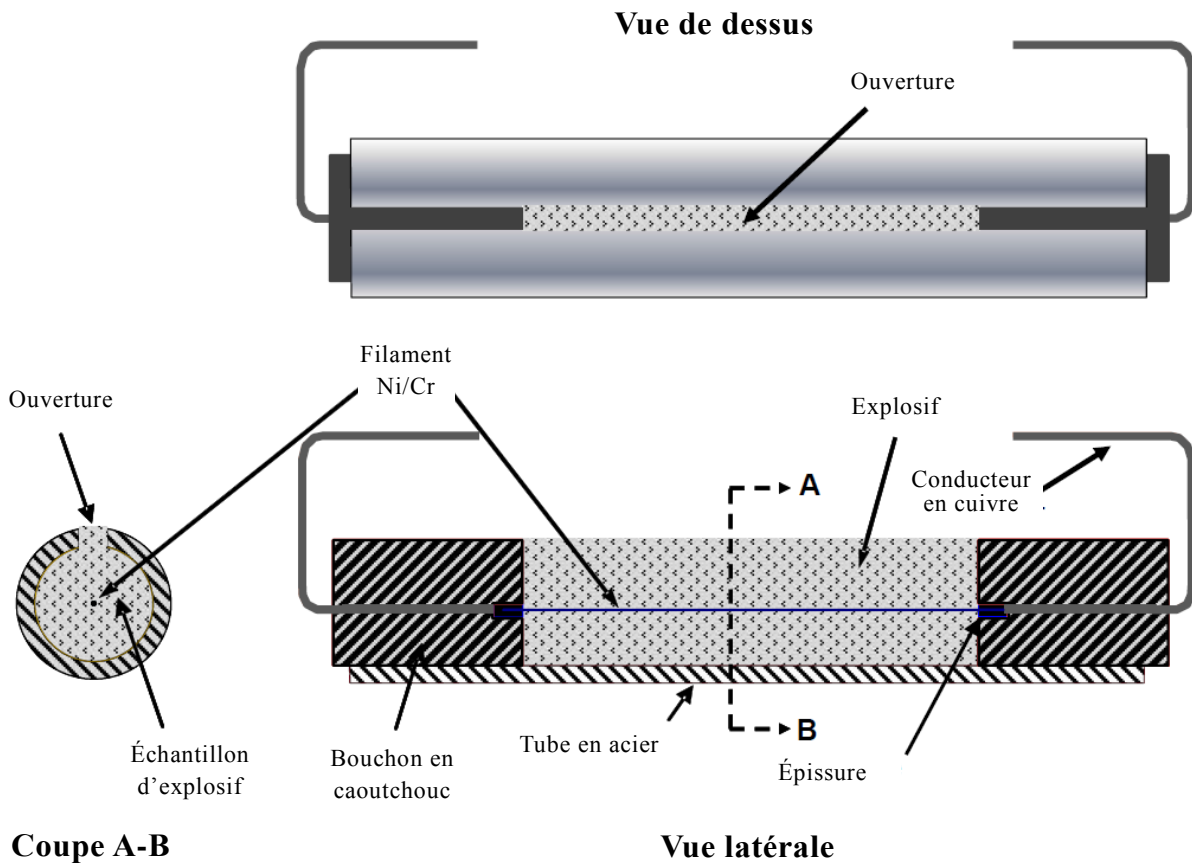


Figure 2
Cellule d'essai montée horizontalement sous le capot de la pompe (conducteurs en cuivre reliés aux électrodes fixes de la pompe)



Figure 3
Apparence typique d'une cellule d'essai après un essai concluant (à gauche) ou non concluant (à droite)

Concluant



**Non
Concluant**



Figure 4
Valeurs de pression typiques pour des essais concluants et non concluants

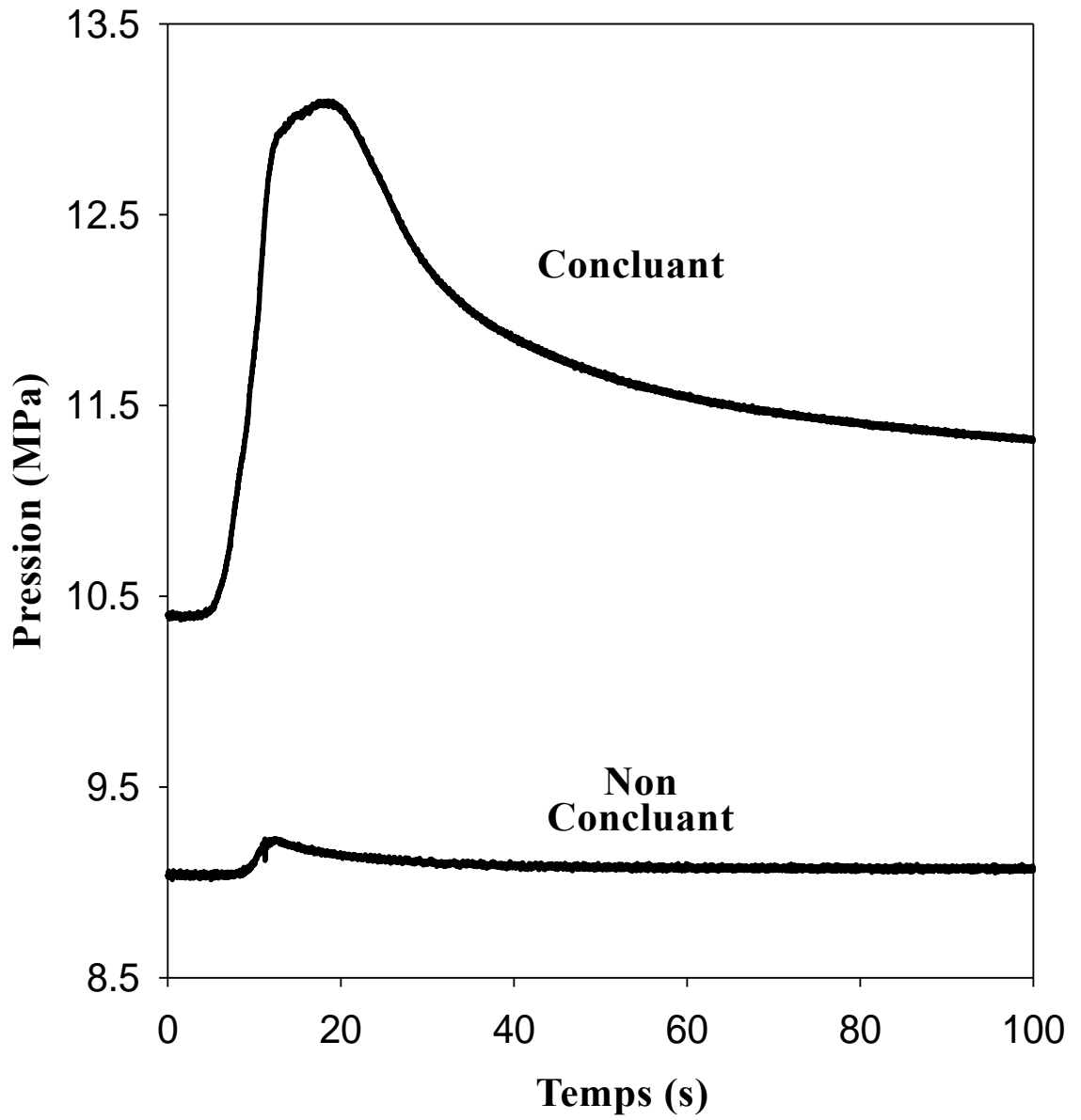


Figure 5
 Pression minimale de combustion typique pour une ENA

