



Secrétariat

Distr.
GÉNÉRALE

ST/SG/AC.10/C.3/2004/24
6 avril 2004

FRANÇAIS
Original: ANGLAIS

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

Vingt-cinquième session, 5-14 juillet 2004
Point 3 b) de l'ordre du jour provisoire

EXPLOSIFS, MATIÈRES AUTORÉACTIVES ET PEROXYDES ORGANIQUES

Émulsions à base de nitrate d'ammonium

Épreuve de la série 8, type d)

Proposition d'adoption d'une épreuve «modifiée» du tube avec événement
en tant qu'épreuve facultative de la série 8, type d)

Communication de l'expert de la Suède

Introduction

À la réunion du Sous-Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses de l'ONU (UNSCETDG) à Genève en juillet 2002, le Groupe de travail du nitrate d'ammonium en émulsion (ANE) a examiné diverses possibilités pour l'épreuve 8 d) du tube avec événement [1]. Cette épreuve avait pour objet l'étude au cours d'un essai à grande échelle de la réponse des émulsions et des suspensions à base de nitrate d'ammonium à un chauffage prolongé. Tant les Scandinaves [2, 3] que les Sud-Africains [4] ont présenté les résultats qu'ils avaient obtenus lors d'épreuves au feu de bois, et ils ont recommandé que de telles épreuves ne soient pas adoptées comme méthode de classement. Les Australiens [5] ont présenté des résultats d'essai obtenus à l'aide d'un mode opératoire modifié où la source de chaleur était un brûleur à gaz, calibré pour que les effets soient normalisés. Le Groupe de travail a décidé que soit poursuivie au cours

de la prochaine période biennale la mise au point de cette épreuve modifiée du tube avec événement (MVPT) [6] en vue d'un examen à une date ultérieure. D'ici là, la version actuelle de l'épreuve avec le feu de bois devait être conservée comme épreuve 8 d) facultative du Manuel d'épreuves et de critères [7].

Depuis lors, une série complète d'épreuves sur des suspensions et des émulsions variées a été exécutée en Espagne selon le mode opératoire de l'épreuve modifiée du tube avec événement [8, 9 et 10]. D'autres épreuves modifiées du tube avec événement effectuées en Australie ont fourni des résultats pour diverses émulsions de marques déposées et pour diverses suspensions à base de nitrate d'ammonium [11].

Une synthèse [12] a été faite de l'ensemble des 87 épreuves modifiées du tube avec événement qui ont été exécutées avant septembre 2003 en Australie et en Espagne sur une vaste gamme de produits, notamment le nitrate d'ammonium pur et les émulsions et les suspensions à base de nitrate d'ammonium. Les résultats ont été présentés au Groupe de travail ANE à Genève en décembre 2003. La mise au point d'une épreuve de classement se fait en quatre étapes clefs: premièrement, établissement d'un mode opératoire solide, deuxièmement, recensement des mécanismes physiques influant sur les résultats des essais, troisièmement, évaluation de la façon dont ces mécanismes pourraient induire des risques potentiels au cours du transport, et quatrièmement, attribution des critères d'essai permettant de discerner les niveaux acceptables des niveaux inacceptables en matière de risques au cours du transport. Chacune des quatre étapes est examinée à tour de rôle ci-après.

- 1) Le mode opératoire recommandé pour l'épreuve modifiée du tube avec événement est donné à l'annexe. Il semble solide, l'appareil d'essai ayant été assemblé dans deux pays différents et donnant des résultats reproductibles, comme il a été démontré sur une gamme de produits pour des conditions de chauffage semblables, des tracés de thermocouple semblables et des comportements observés semblables. Des corrections peuvent être apportées pour tenir compte des différences de vitesses de chauffe et des différences de températures initiales des échantillons. Les conditions de chauffage se sont avérées réalistes, puisqu'un flux de chaleur constant était fourni au récipient MVPT [5], dépassant le flux de chaleur maximal mesuré au cours des expériences d'immersion des citernes GPL dans une nappe de feu [13], et que le rapport de la surface chauffée au volume correspondait à celui de l'épreuve de combustion à grande échelle de Kuosanen [14].
- 2) Dans la synthèse des épreuves modifiées du tube avec événement [12], il est décrit comment les tracés de thermocouple et les enregistrements vidéo établis à partir des épreuves pouvaient être analysés ensemble et permettre de mieux comprendre les mécanismes physiques mis en jeu lors de la dégradation, de l'ébullition, de la concentration ou de la décomposition des émulsions et des suspensions à base de nitrate d'ammonium.
- 3) Dans cette synthèse [12], il a aussi été examiné comment ces mécanismes contribuaient à la présence des risques potentiels au cours du transport. On a ainsi par exemple pu déduire le dégagement probable des fumées toxiques, à partir de l'historique des températures mesurées et des schémas de décomposition publiés pour les nitrates d'ammonium [15], tandis que l'on avait déduit la sensibilité

aux chocs des émulsions chauffées à base de nitrate d'ammonium, au moment du débordement du récipient, à partir de la densité moyenne à ce moment et de la mesure de la sensibilité aux chocs des nitrates d'ammonium fondus [16]. L'existence de plusieurs risques n'a pu être démontrée à ce stade que par déduction, sans être confirmée expérimentalement. Cette situation rend compte du déficit actuel des connaissances, et donne des indications quant à l'orientation de la recherche ultérieure.

- 4) Les critères constituent sous divers aspects la partie d'une épreuve de classement qu'il est le plus difficile de définir, en particulier lorsque l'existence de tous les risques potentiels n'a pu être démontrée expérimentalement. Dans la synthèse [12], il est aussi examiné comment un critère fondé sur le temps pourrait tenir compte de l'incertitude de la présence des risques potentiels au cours de la dégradation des émulsions et des suspensions à base de nitrate d'ammonium à l'issue d'un chauffage prolongé.

Proposition

Il est proposé d'adopter, en remplacement de l'épreuve 8 d), l'épreuve modifiée du tube avec évent, comme elle est décrite à l'annexe. Il est en outre recommandé que cette épreuve soit facultative.

Les critères qu'il est recommandé d'employer pour interpréter les résultats de l'épreuve modifiée du tube avec évent sont aussi donnés à l'annexe. Des critères distincts sont définis pour la prise en charge du numéro ONU 3375 existant, nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel, et du nouveau numéro 3XXX proposé, matière chimiquement sensibilisée en émulsion, en suspension ou en gel. En résumé, les critères sont les suivants:

En ce qui concerne le numéro ONU 3XXX, les critères d'agrément pour le transport en vrac sont les suivants:

- Si la mise à l'air du récipient intervient dans un délai inférieur au «délai de mise à l'air» (tel qu'il est défini au paragraphe 4.6 de l'annexe) ou si la rupture du récipient intervient dans un délai inférieur au «délai de rupture» (tel qu'il est défini au paragraphe 4.6 de l'annexe), le résultat est «positif» et la matière éprouvée ne peut être transportée en vrac comme matière de la division 5.1. Elle n'est susceptible d'être transportée en vrac que comme matière de la division 1.5.
- Si la mise à l'air du récipient intervient dans un délai supérieur au «délai de mise à l'air» et si aucune rupture du récipient n'intervient dans un délai inférieur au «délai de rupture», le résultat est «négatif» et la matière éprouvée peut être transportée en vrac comme matière de la division 5.1.

En ce qui concerne le numéro ONU 3375, les critères d'agrément pour le transport en vrac sont les suivants:

- Si la mise à l'air ou la rupture du récipient intervient dans un délai inférieur au «délai de rupture», le résultat est «positif» et la matière éprouvée ne peut être transportée

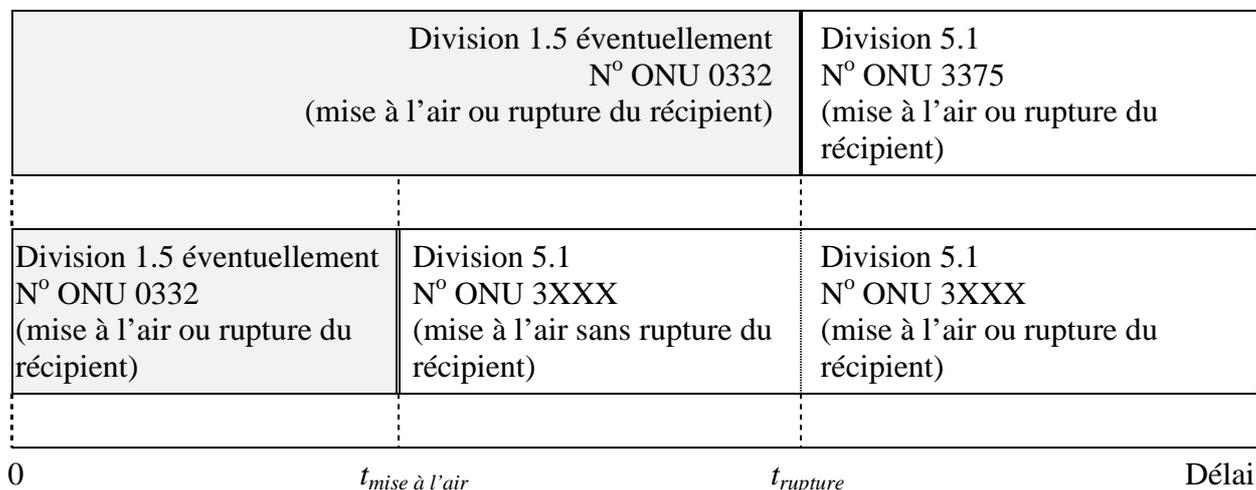
en vrac comme matière de la division 5.1. Elle n'est susceptible d'être transportée en vrac que comme matière de la division 1.5.

- Si la mise à l'air ou la rupture du récipient n'intervient pas dans un délai supérieur au «délai de rupture», le résultat est «négatif» et la matière éprouvée peut être transportée en vrac comme matière de la division 5.1.

Les critères sont récapitulés ci-après:

	N° ONU 3XXX	N° ONU 3375
Définition	Respect obligatoire de la disposition spéciale 3ZZ	Respect obligatoire de la disposition spéciale 309
Épreuve 8a)	Négative	Négative
Épreuve 8b)	Négative	Négative
Épreuve 8c)	Négative	Négative
Épreuve 8d) (facultative)	$t_{achèvement} > t_{mise\ à\ l'air}$ (sans rupture avant $t_{rupture}$)	$t_{achèvement} > t_{rupture}$

Une représentation schématique des critères de temps est donnée ci-après. Y sont indiqués les résultats possibles de l'épreuve modifiée du tube avec évent. Alors que les temps réels dépendent des corrections qui sont apportées pour tenir compte de la vitesse de chauffe et de toute différence entre la température de transport maximale et la température réelle à laquelle l'échantillon a été éprouvé, le «délai de mise à l'air» est habituellement de l'ordre de 30 mn, tandis que le «délai de rupture» est généralement de l'ordre de 60 mn.



Le mode opératoire proposé pour l'épreuve modifiée du tube avec évent, figurant à l'annexe, incorpore trois paramètres entre crochets, à savoir le diamètre de l'évent au paragraphe 2 a), et les facteurs multiplicatifs pour les temps définis au paragraphe 4.6. Les valeurs définitives de ces paramètres doivent être fixées d'un commun accord après avoir fait l'objet d'un examen approprié par l'UNSCETDG.

Incidences sur la sécurité

Renforcement de la sécurité

Faisabilité

Aucun problème n'est prévu

Applicabilité

Aucun problème n'est prévu

Références

1. Groupe de travail ANE, rapport de la réunion, Genève, juillet 2002, UN/SCETDG/21/INF.69.
2. "USA Vented Pipe Test, Keuruu Finland 2001", présentation du CD par Forcitt OY, Dyno Nobel Europe et Kimit AB.
3. "Manual of Tests and Criteria – Test 8(d). Summary of ANE tests in Finland, Sweden and Norway", Genève, 1^{er} au 10 juillet 2002, UN/SCETDG/21/INF.16.
4. "Test results of ammonium nitrate (ANE) emulsion", Genève, 1^{er}-10 juillet 2002, UN/SCETDG/21/INF.18.
5. David L. Kennedy, "The Modified Vented Pipe Test", ensemble de deux CD édités le 13 juin 2002 par Orica Explosives et Dyno Nobel.
6. "Future Work. Manual of Tests and Criteria. Test 8(d) – Vented Pipe Test", UN/SCETDG/21/INF.69, annexe 1, rapport du Groupe de travail ANE, Genève, juillet 2002.
7. Amendements à la troisième édition révisée des Recommandations relatives au transport des marchandises dangereuses, Manuel d'épreuves et de critères, ST/SG/AC.10/29/Add. 2, 17 février 2003.
8. "Performance of Test Series 8 on Ammonium Nitrate Suspensions", exposé par l'UEE, 6th International Conference of Chief Inspectors of Explosives, Namibie, avril 2003.
9. "Ammonium Nitrate Suspensions", exposé par l'UEE à la réunion du Groupe de travail des transports de la FEEM et des conseillers techniques, Paris, mai 2003.
10. José R. Quintana, Ferando Beitia et Fernanda Cimadevilla, "Preliminary Results of Modified Vented Pipe Test (Australian Procedure) on Ammonium Nitrate Emulsions and Suspensions (ANE)", ensemble de deux CD édités en juin 2003 par l'Unión Española de Explosivos, publié comme document UN/SCETDG/23/INF.32.

11. David L. Kennedy, “Results of Australian Modified Vented Pipe Tests on Ammonium Nitrate Suspensions”, Orica Explosives, en cours d’élaboration.
12. David L. Kennedy, “A Review of the Modified Vented Pipe Test”, UN/SCETDG/24/INF.45.
13. K. Moodie, L. T. Cowley, R. B. Denny, L. M. Small et I. Williams, “Fire engulfment tests on a 5 tonne LPG tank”, *Journal of Hazardous Materials*, 20 (1988), p. 55 à 71.
14. H. Karlström, “Full-scale burning test of a tank loaded with emulsion matrix, Kuosanen 2002”, rapport de Dyno Nobel, Forcit OY et Kimit AB, 21 mai 2002.
15. K. D. Shah et A. G. Roberts, “Properties of Ammonium Nitrate” in *Nitric Acid and Fertilizer Nitrates*, édité par C. Keletti, publié par Marcel Dekker Inc., New York, 1985, p. 171 à 196.
16. A. King, A. Bauer et R. Heater, “The Detonation Properties of Liquid Phase Ammonium Nitrate”, établi pour l’Institut canadien des engrais et les organes contributeurs par le Department of Mining Engineering, Queen’s University, Kingston Ontario, 1978.

Annexe**Mode opératoire recommandé****EXPLOSIFS. MATIÈRES AUTORÉACTIVES ET PEROXYDES ORGANIQUES****Classement du nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel,
n^{os} ONU 3375 et 3XXX****Manuel d'épreuves et de critères – Épreuve 8 d): épreuve modifiée
du tube avec événement****1. Introduction**

L'épreuve modifiée du tube avec événement sert à évaluer les effets de l'exposition à un feu important, sous confinement avec aération, d'un «nitrate d'ammonium en émulsion, suspension ou gel, servant à la fabrication d'explosifs de mine», susceptible de se voir attribuer le numéro ONU 3375 ou 3XXX. Elle permet de déterminer si cette matière peut être transportée en citerne comme une marchandise dangereuse de la division 5.1.

La matière dangereuse à éprouver n'est soumise à cette épreuve que si les épreuves 8 a), 8 b) et 8 c) ont fourni des résultats négatifs, et qu'à l'issue de ces épreuves il a été jugé qu'elle appartenait à la division 5.1.

Le mode opératoire appliqué aux matières à éprouver est le même pour les numéros ONU 3375 et 3XXX. Seuls les critères d'agrément qui s'appliquent à chacun de ceux-ci permettent de les différencier.

2. Appareillage et matériels

On utilise le matériel suivant:

a) Un récipient aéré comportant un tube en acier étiré doux d'un diamètre intérieur de 265 ± 10 mm, d'une longueur de 580 ± 10 mm et d'une épaisseur de paroi de $5 \pm 0,5$ mm. Les plaques supérieure et inférieure, de forme carrée de 300 mm de côté, sont en acier doux d'une épaisseur de $6 \pm 0,5$ mm. Elles sont fixées au tube par une seule soudure d'angle de 5 mm. Le diamètre de l'événement de la plaque supérieure est de $[87] \pm 1$ mm. Trois petits trous au moins, et cinq de préférence, sont forés dans la plaque supérieure pour accueillir les sondes thermocouples, ces trous étant placés à égale distance les uns des autres sur un cercle de 90 ± 5 mm, concentrique à l'événement;

b) Un bloc de béton de forme carrée de 400 mm de côté environ et d'une épaisseur de 50 à 75 mm;

c) Un support métallique destiné à soutenir le récipient à une hauteur de 150 mm au-dessus du bloc de béton;

- d) Un brûleur à gaz compatible avec un débit de GPL pouvant atteindre 35 ± 2 l par minute. Il repose sur le bloc de béton, en dessous du support. Le brûleur pour wok mongol à 32 jets est un exemple de brûleur qui convient;
- e) Un écran métallique destiné à protéger la flamme de GPL des vents latéraux. Il peut être fait d'une feuille métallique galvanisée d'une épaisseur de 0,5 mm environ. Le diamètre de l'écran est de 600 mm et sa hauteur de 250 mm. Quatre événements adaptables d'une largeur de 150 mm et d'une hauteur de 100 mm sont placés à égale distance les uns des autres autour de l'écran afin qu'une quantité suffisante d'air atteigne la flamme de gaz;
- f) Une ou plusieurs bouteilles à GPL reliées par un raccord aboutissant dans un détendeur. Ce détendeur doit réduire la pression de 650 kPa de la bouteille à GPL à 250 kPa environ. Le gaz s'écoule ensuite à travers un débitmètre à flotteur capable de mesurer un débit de GPL pouvant atteindre 40 l par minute. Un robinet électromagnétique est employé pour admettre ou suspendre à distance l'arrivée du GPL. Généralement, quatre bouteilles à GPL de 9 kg permettent d'obtenir le débit souhaité de gaz pendant une durée maximum de cinq essais;
- g) Un thermocouple équipé d'une sonde en acier inoxydable d'une longueur de 600 mm et trois thermocouples au moins, et de préférence cinq, équipés de sondes en acier inoxydable d'une longueur de 500 mm et de câbles de compensation gainés de fibres de verre;
- h) Un collecteur de données susceptible d'enregistrer les lectures des thermocouples;
- i) Des caméras cinématographiques ou vidéo pour l'enregistrement en couleurs de l'épreuve, fonctionnant de préférence à grande vitesse et à vitesse normale;
- j) De l'eau pure destinée au calibrage;
- k) La matière à éprouver;
- l) Des indicateurs de pression du souffle, des radiomètres et le matériel d'enregistrement associé susceptibles d'être employés aussi.

3. *Calibrage*

- 3.1 Le récipient est rempli d'eau pure jusqu'à 75 % de son contenu (c'est-à-dire à une hauteur de 435 ± 10 mm) et est chauffé selon le mode opératoire décrit dans la section 4. Le temps nécessaire pour atteindre le point d'ébullition de l'eau est enregistré et employé pour définir le «temps de calibrage» d'un ensemble donné de récipient et de source de chaleur. Le point d'ébullition est atteint lorsque tous les tracés de thermocouple convergent vers 100 °C environ (ou moins en altitude).
- 3.2 Si la température initiale de l'eau n'est pas de 25 °C, des corrections doivent être apportées au temps de calibrage sur la base de la vitesse moyenne de chauffe mesurée, \dot{T}_{cal} , pour des températures comprises entre 40 °C et 80 °C telles qu'elles ont été enregistrées dans l'eau par le thermocouple T3. Un exemple de correction nécessaire est donné à la section 6.1.

- 3.3 Le temps de calibrage t_{cal} est défini comme le temps corrigé nécessaire pour amener l'eau de 25 °C au point d'ébullition dans le matériel d'essai. Il doit être de 24 mn \pm 2 mn 30 s. Si t_{cal} est situé en dehors de cet intervalle de temps, le calibrage doit être recommencé à partir de l'étape 3.1 avec un nouvel échantillon d'eau, en ajustant comme il convient le débit du gaz. Les valeurs pour la pression et le débit convenant au premier calibrage avec l'eau sont de 250 kPa et de 35 l par minute, respectivement. Si un ajustement approprié du débit du gaz est impossible, il peut être nécessaire de modifier la hauteur du support métallique soutenant le récipient au-dessus du brûleur à gaz.
- 3.4 Ce calibrage doit être exécuté avant l'épreuve d'une quelconque matière à éprouver. Le même temps de calibrage t_{cal} et la même vitesse de chauffe moyenne \dot{T}_{cal} peuvent être appliqués aux épreuves exécutées dans la semaine qui suit le calibrage, à condition qu'aucune modification ne soit apportée au modèle du récipient, au modèle de brûleur à GPL ou à l'alimentation en gaz.

4. *Mode opératoire*

- 4.1 Le bloc de béton est placé horizontalement, au moyen d'un niveau à bulle d'air, sur un fond sablonneux. Le brûleur à GPL est placé au centre du bloc de béton et est relié au tuyau d'alimentation en gaz. Le support métallique est placé au-dessus du brûleur.
- 4.2 Le récipient est placé verticalement sur le support et il est arrimé de manière à éviter qu'il ne se renverse. Le récipient est rempli de la matière à éprouver non tassée jusqu'à 75 % de son volume (à une hauteur de 435 \pm 10 mm). La température initiale de la matière à éprouver doit être consignée. La matière est emballée avec soin pour éviter que des cavités ne se forment. L'écran contre le vent est placé autour de la base du montage afin de protéger la flamme de GPL d'une dissipation de la chaleur en raison des vents latéraux.
- 4.3 Les positions des thermocouples sont les suivantes:

- La première sonde d'une longueur de 500 mm (T1) est placée dans la flamme de GPL;
- La deuxième sonde d'une longueur de 500 mm (T2) est placée dans la zone au-dessus de l'échantillon, à une profondeur de 20 \pm 5 mm dans le récipient;
- La troisième sonde d'une longueur de 500 mm (T3) est placée dans l'échantillon, à une profondeur de 175 \pm 5 mm dans le récipient;
- La sonde d'une longueur de 600 mm (T4) est placée dans l'échantillon, à une profondeur de 570 \pm 5 mm dans le récipient;

S'ils sont employés, les deux thermocouples supplémentaires sont placés comme suit:

- La quatrième sonde d'une longueur de 500 mm (T5) est placée dans l'échantillon, à une profondeur de 360 \pm 5 mm dans le récipient;

- La cinquième sonde d'une longueur de 500 mm (T6) est placée dans la zone au-dessus de l'échantillon, à une profondeur de 100 ± 5 mm dans le récipient.

Les thermocouples sont reliés au collecteur de données. Les fils des thermocouples et le collecteur de données sont dûment protégés contre l'appareillage d'essai en cas d'explosion.

- 4.4 La pression et le débit du GPL sont vérifiés et ajustés aux valeurs employées au cours du calibrage avec l'eau décrit dans la section 3. Les caméras vidéo et les autres matériels d'enregistrement sont vérifiés et mis en marche. Le fonctionnement des thermocouples est vérifié et l'enregistrement des données est entamé, l'intervalle de temps entre deux lectures de thermocouples ne dépassant pas 20 s et étant de préférence plus court. L'épreuve ne doit pas être exécutée lorsque la vitesse du vent dépasse 6 m/s.
- 4.5 Le brûleur à GPL peut être allumé sur place ou à distance, et l'ensemble des techniciens doit immédiatement se retrancher dans un lieu sûr. Le déroulement de l'épreuve est suivi en surveillant les lectures des thermocouples et les images de la télévision en circuit fermé. Le temps du début de l'épreuve est défini comme étant l'instant où le tracé du thermocouple dans la flamme T1 commence à s'élever.
- 4.6 Le «délai de rupture» $t_{rupture}$ pour les matières à éprouver, n^{os} ONU 3375 et 3XXX, est calculé comme étant [2,8] fois le temps de calibrage t_{cal} pour l'eau, convenablement corrigé en fonction de la vitesse de chauffe mesurée \dot{T}_{cal} pour l'eau si la température initiale de la matière à éprouver est inférieure à la température normale de transport. La procédure de correction est illustrée dans la section 6. La matière à éprouver ne doit pas être éprouvée à une température initiale qui dépasse la gamme normale des températures de transport.

Pour la matière à éprouver n^o ONU 3XXX seulement, le «délai de mise à l'air» $t_{mise\ à\ l'air}$ est calculé comme étant [1,4] fois le temps de calibrage t_{cal} pour l'eau, convenablement corrigé en fonction de la vitesse de chauffe mesurée \dot{T}_{cal} pour l'eau si la température initiale de la matière à éprouver est inférieure à la température normale de transport.

- 4.7 La matière à éprouver est chauffée pendant un temps correspondant à son «délai de rupture» $t_{rupture}$ ou plus, à moins que l'épreuve ne se soit prématurément terminée, conformément à la section 4.9. À la fin de ce délai, ou plus tôt s'il a été jugé que l'épreuve est achevée, l'arrivée du GPL peut, à l'appréciation des techniciens, être suspendue à distance au moyen du robinet électromagnétique. Sinon, la matière à éprouver peut encore être chauffée jusqu'à ce qu'il soit jugé que l'épreuve est achevée, conformément à la section 4.9. La question de savoir de combien on peut prolonger le chauffage après le délai doit être tranchée en s'appuyant sur une évaluation détaillée des risques relatifs et de l'incidence sur l'environnement qu'ont la manipulation et l'élimination des matières à éprouver dégradées et chaudes par opposition à la production de fumées toxiques et de projections éventuelles de shrapnels métalliques chauds.

- 4.8 Lorsque le récipient et le reste de la matière à éprouver ont refroidi et ont atteint une température permettant une manipulation sûre, ils doivent être éliminés d'une manière respectueuse de l'environnement et conforme aux prescriptions réglementaires locales.
- 4.9 Le résultat de l'épreuve est fonction de la question de savoir si l'épreuve s'est terminée ou non avant le délai, et de la manière dont elle s'est achevée dans le cas de la matière à éprouver n° ONU 3XXX. Les faits suivants prouvent l'achèvement de l'épreuve:
- L'observation visuelle et auditive de la rupture du récipient, accompagnée d'une éventuelle disparition des tracés de thermocouple; ou
 - L'observation visuelle et auditive d'une mise à l'air brutale, accompagnée d'un relèvement de deux ou de plusieurs tracés de thermocouple dans le récipient; ou
 - L'observation visuelle de la décroissance des niveaux de fumée à la suite du relèvement de deux ou de plusieurs tracés de thermocouple à des températures supérieures à 300 °C.

Dans tous les cas, le temps d'achèvement $t_{\text{achèvement}}$ correspond à celui de l'enregistrement de la température maximale dans le récipient. Aux fins de l'évaluation des résultats, dans le mot «rupture», on inclut toute défaillance des soudures et toute fissure du métal du récipient d'essai, tandis que le mot «mise à l'air» dénote l'absence de rupture.

5. Critères d'essai et méthode d'évaluation des résultats

La matière à éprouver est chauffée, dans les conditions d'épreuve fixées, pendant un temps correspondant à son délai de rupture t_{rupture} ou plus, à moins que l'épreuve ne se soit prématurément achevée, conformément à la section 4.9.

- 5.1 En ce qui concerne le numéro ONU 3XXX, les critères d'agrément pour le transport en vrac sont les suivants:
- Si la mise à l'air du récipient intervient dans un délai inférieur au «délai de mise à l'air» $t_{\text{mise à l'air}}$ ou si la rupture du récipient intervient dans un délai inférieur au «délai de rupture» t_{rupture} , le résultat est «positif» (+) et la matière éprouvée ne peut être transportée en vrac comme matière de la division 5.1. Elle n'est susceptible d'être transportée en vrac que comme matière de la division 1.5.
 - Si la mise à l'air du récipient intervient dans un délai supérieur au «délai de mise à l'air» $t_{\text{mise à l'air}}$ et si aucune rupture du récipient n'intervient dans un délai inférieur au «délai de rupture» t_{rupture} , le résultat est «néгатif» (-) et la matière éprouvée peut être transportée en vrac comme matière de la division 5.1.

5.2 En ce qui concerne le numéro ONU 3375, les critères d'agrément pour le transport en vrac sont les suivants:

- Si la mise à l'air ou la rupture du récipient intervient dans un délai inférieur au «délai de rupture» $t_{rupture}$, le résultat est «positif» (+) et la matière éprouvée ne peut être transportée en vrac comme matière de la division 5.1. Elle n'est susceptible d'être transportée en vrac que comme matière de la division 1.5.
- Si la mise à l'air ou la rupture du récipient n'intervient pas dans un délai supérieur au «délai de rupture» $t_{rupture}$, le résultat est «négatif» (-) et la matière éprouvée peut être transportée en vrac comme matière de la division 5.1.

6. Exemples de résultats

6.1 Exemple de calcul de calibrage fondé sur la vitesse de chauffe de l'eau:

Calibrage pour l'eau:

Température initiale de l'eau $T_0 = 32 \text{ °C}$

Temps nécessaire pour amener l'eau de 32 °C à 100 °C $T_{\text{ébullition}} = 21 \text{ mn } 30 \text{ s}$

Vitesse de chauffe moyenne mesurée entre 40 °C et 80 °C $\dot{T}_{\text{cal}} = 3,50 \text{ °C/mn}$

$$\begin{aligned} \text{Temps de calibrage } t_{\text{cal}} &= T_{\text{ébullition}} + (T_0 - 25 \text{ °C})/\dot{T}_{\text{cal}} \\ &= 21 \text{ mn } 30 \text{ s} + (32 \text{ °C} - 25 \text{ °C})/3,50 \text{ °C/mn} \\ &= 23 \text{ mn } 30 \text{ s} \end{aligned}$$

6.2 Exemples de corrections apportées aux délais et de résultats pour la matière à éprouver n° ONU 3375:

Exemple de correction apportée au délai pour la matière éprouvée 1:

Température initiale de la matière $T_0 = 21 \text{ °C}$

Température de transport maximale $T_{\text{transport}} = 60 \text{ °C}$

$$\begin{aligned} \text{Délai de rupture } t_{\text{rupture}} &= [2,8] \times t_{\text{cal}} + (T_{\text{transport}} - T_0)/\dot{T}_{\text{cal}} \\ &= [2,8] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (60-21)/3,50 \text{ mn} \\ &= 76 \text{ mn } 57 \text{ s} \end{aligned}$$

(Mode d'achèvement observé: mise à l'air)

Temps d'achèvement observé $t_{\text{achèvement}} = 109 \text{ mn } 48 \text{ s}$

Résultat de l'épreuve: négatif, puisque $t_{\text{achèvement}} > t_{\text{rupture}}$

Exemple de correction apportée au délai pour la matière éprouvée 2:

Température initiale de la matière $T_0 = 20 \text{ °C}$

Température de transport maximale $T_{\text{transport}} = 60 \text{ °C}$

$$\begin{aligned} \text{Délai de rupture } t_{\text{rupture}} &= [2,8] \times t_{\text{cal}} + (T_{\text{transport}} - T_0)/\dot{T}_{\text{cal}} \\ &= [2,8] \times (24 \text{ mn } 7 \text{ s}) + (60-20)/3,41 \text{ mn} \\ &= 79 \text{ mn } 16 \text{ s} \end{aligned}$$

(Mode d'achèvement observé: mise à l'air)

Temps d'achèvement observé $t_{\text{achèvement}}$ = 67 mn 37 s

Résultat de l'épreuve: positif, puisque $t_{\text{achèvement}} < t_{\text{rupture}}$

Exemple de correction apportée au délai pour la matière éprouvée 3:

Température initiale de la matière T_0 = 10 °C

Température de transport maximale $T_{\text{transport}}$ = 60 °C

Délai de rupture t_{rupture}
 $= [2,8] \times t_{\text{cal}} + (T_{\text{transport}} - T_0)/\dot{T}_{\text{cal}}$
 $= [2,8] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (60-10)/3,50 \text{ mn}$
 $= 80 \text{ mn } 5 \text{ s}$

(Mode d'achèvement observé: rupture)

Temps d'achèvement observé $t_{\text{achèvement}}$ = 91 mn 19 s

Résultat de l'épreuve: négatif, puisque $t_{\text{achèvement}} > t_{\text{rupture}}$

6.3 Exemples de corrections apportées aux délais de rupture et de résultats pour la matière à éprouver n° ONU 3XXX:

Exemple de correction apportée aux délais pour la matière éprouvée 4:

Température initiale de la matière T_0 = 6 °C

Température de transport maximale $T_{\text{transport}}$ = 60 °C

Délai de mise à l'air $t_{\text{mise à l'air}}$
 $= [1,4] \times t_{\text{cal}} + (T_{\text{transport}} - T_0)/\dot{T}_{\text{cal}}$
 $= [1,4] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (60-6)/3,50 \text{ mn}$
 $= 48 \text{ mn } 20 \text{ s}$

Délai de rupture t_{rupture}
 $= [2,8] \times t_{\text{cal}} + (T_{\text{transport}} - T_0)/\dot{T}_{\text{cal}}$
 $= [2,8] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (60-6)/3,50 \text{ mn}$
 $= 76 \text{ mn } 57 \text{ s}$

Mode d'achèvement observé: rupture

Temps d'achèvement observé $t_{\text{achèvement}}$ = 58 mn 35 s

Résultat de l'épreuve: positif, puisque la rupture s'est produite et que $t_{\text{achèvement}} < t_{\text{rupture}}$

Exemple de correction apportée aux délais pour la matière éprouvée 5:

Température initiale de la matière T_0 = 37 °C

Température de transport maximale $T_{\text{transport}}$ = 40 °C

Délai de mise à l'air $t_{\text{mise à l'air}}$
 $= [1,4] \times t_{\text{cal}} + (T_{\text{transport}} - T_0)/\dot{T}_{\text{cal}}$
 $= [1,4] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (40-37)/3,50 \text{ mn}$
 $= 33 \text{ mn } 45 \text{ s}$

Délai de rupture t_{rupture}
 $= [2,8] \times t_{\text{cal}} + (T_{\text{transport}} - T_0)/\dot{T}_{\text{cal}}$
 $= [2,8] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (40-37)/3,50 \text{ mn}$
 $= 66 \text{ mn } 39 \text{ s}$

Mode d'achèvement observé: mise à l'air

Temps d'achèvement observé $t_{\text{achèvement}}$ = 23 mn 59 s

Résultat de l'épreuve: positif, puisque la mise à l'air s'est produite et que $t_{\text{achèvement}} < t_{\text{mise à l'air}}$

Exemple de correction apportée aux délais pour la matière éprouvée 6:Température initiale de la matière $T_0 = 31 \text{ °C}$ Température de transport maximale $T_{transport} = 40 \text{ °C}$.

Délai de mise à l'air $t_{mise \text{ à l'air}}$ $= [1,4] \times t_{cal} + (T_{transport} - T_0)/\dot{T}_{cal}$
 $= [1,4] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (40-31)/3,50 \text{ mn}$
 $= 35 \text{ mn } 28 \text{ s}$

Délai de rupture $t_{rupture}$ $= [2,8] \times t_{cal} + (T_{transport} - T_0)/\dot{T}_{cal}$
 $= [2,8] \times (23 \text{ mn } 30 \text{ s}) + (40-31)/3,50 \text{ mn}$
 $= 68 \text{ mn } 22 \text{ s}$

Mode d'achèvement observé: mise à l'air

Temps d'achèvement observé $t_{achèvement} = 40 \text{ mn } 25 \text{ s}$

Résultat de l'épreuve: négatif, puisque la mise à l'air s'est produite mais non la rupture et
 que $t_{mise \text{ à l'air}} < t_{achèvement} < t_{rupture}$

Exemples de résultats caractéristiques

<u>Matière</u>	<u>Résultat</u>	<u>Division/n° ONU</u>
1. 82.1 NA/12.3 eau/4.2 G/1.6 agent émulsifiant	-	5.1/3375
2. 82.1 NA/12.3 eau/4.2 HP/1.6 agent émulsifiant	+	1.5/0332
3. 68.3 NA/17.6 NS/6.5 eau/5.7 G/1.9 agent émulsifiant	-	5.1/3375
4. 74.8 NA/9.7 PS/ 9.0 eau/3.7 HP/2.7 agent émulsifiant	+	1.5/0332
5. 60.5 NA/17.0 NHM/12.0 eau/10.0 EG/0.5 gomme de guar	+	1.5/0332
6. 60.5 NA/17.0 NMA/12.0 eau/10.0 EG/0.5 gomme de guar	-	5.1/3XXX

Abréviations: NA nitrate d'ammonium; G gazole; HP huile de paraffine; NS nitrate de sodium; PS perchlorate de sodium; NHM nitrate d'hexamine; EG éthylène glycol; NMA nitrate de méthylamine.
