

PROVE SPERIMENTALI SULLE POLVERI E PARTICELLE SOLIDE COMBUSTIBILI

Parte 2: Test sulle polveri in nube

Si analizzano i principali test eseguibili sulle polveri nello stato fisico di strato e nubi.

Sergio Festa - Lucio Oggioni

Nel numero 767 della rivista sono state indicate le circostanze in cui, per un impiego sicuro di materiali suscettibili di originare una atmosfera esplosiva, dovuta a polvere e strati di polvere combustibile, è auspicabile il ricorso a test strumentali con il fine di accertarne le caratteristiche di combustibilità e di esplodibilità.

Nella Prima parte dell'articolo sono state esaminate le prove strumentali correlate alle polveri nello stato fisico di strato. In questa seconda parte si analizza l'insieme dei test necessari per l'acquisizione di informazioni necessarie per definire il sistema di contenimento in cui le polveri risultano suscettibili di formare nubi; la Norma CEI UNI EN/ISO IEC 80079-20-2[1] fornisce le indicazioni sul percorso di valutazione dell'esplodibilità di una polvere nello stato fisico di nube.

Stabilita la caratteristica di esplodibilità del campione è possibile procedere alla determinazione degli altri parametri correlati all'esplodibilità della polvere come le temperature di accensione del campione in nube e l'energia Minima di accensione, secondo le procedure indicate dalla Norma richiamata. Per la determinazione di altre caratteristiche significative come la pressione massima d'esplosione, la velocità di aumento della pressione d'esplosione, il limite inferiore di esplodibilità e la concentrazione limite di ossigeno

Prima parte su Elettrificazione 6-7 2023 768

è necessario fare riferimento alle indicazioni delle Norme della serie UNI EN 14034.

Determinazione dell'esplosibilità di una polvere nello stato fisico di nube

La Norma CEI UNI EN/ISO IEC 80079-20-2, che descrive i metodi di prova per determinare se un materiale presenta proprietà tali da farlo considerare una polvere combustibile e per determinare le caratteristiche delle polveri combustibili, fornisce innanzitutto le indicazioni relative alla preparazione del campione da sottoporre a test.

Secondo la Norma il campione di polvere da sottoporre ai test deve essere rappresentativo del materiale così come si presenta in tutto il processo. Utili informazioni sulla consistenza delle polveri in gioco in un processo possono essere acquisite analizzando i residui contenuti negli impianti di bonifica ambientale in modo che il campione sia rappresentativo delle condizioni peggiori.

Nella preparazione del campione si deve considerare che

eventuali operazioni come la setacciatura, l'essiccazione o l'umidificazione possono alterarne le caratteristiche, in particolare quando si è in presenza di una miscela di più sostanze.

Quando sono presenti frazioni molto fini di materiale è appropriato prendere in considerazione quelle di dimensione inferiore a $63 \mu\text{m}$ per avere risultati cautelativi.

Il materiale, prima dei test strumentali, deve essere sottoposto ad una ispezione visiva, mediante un microscopio, in modo da analizzarne la consistenza per stabilire se esso è composto da:

- a) polvere combustibile con particelle solide combustibili;
- b) da sole particelle solide combustibili;
- c) da sola polvere combustibile.

Nei casi a) e b) il materiale sarà sottoposto ai test di esplosibilità secondo il diagramma di flusso indicato in Figura 1 [1,2].

Nel caso in cui il materiale sia costituito da sola polvere, prima di sottoporlo ai test di esplosibilità, dovrà esserne determinata la distribuzione granulometrica:

Figura 1 - Diagramma di flusso per la caratterizzazione di polveri e particelle solide combustibili.

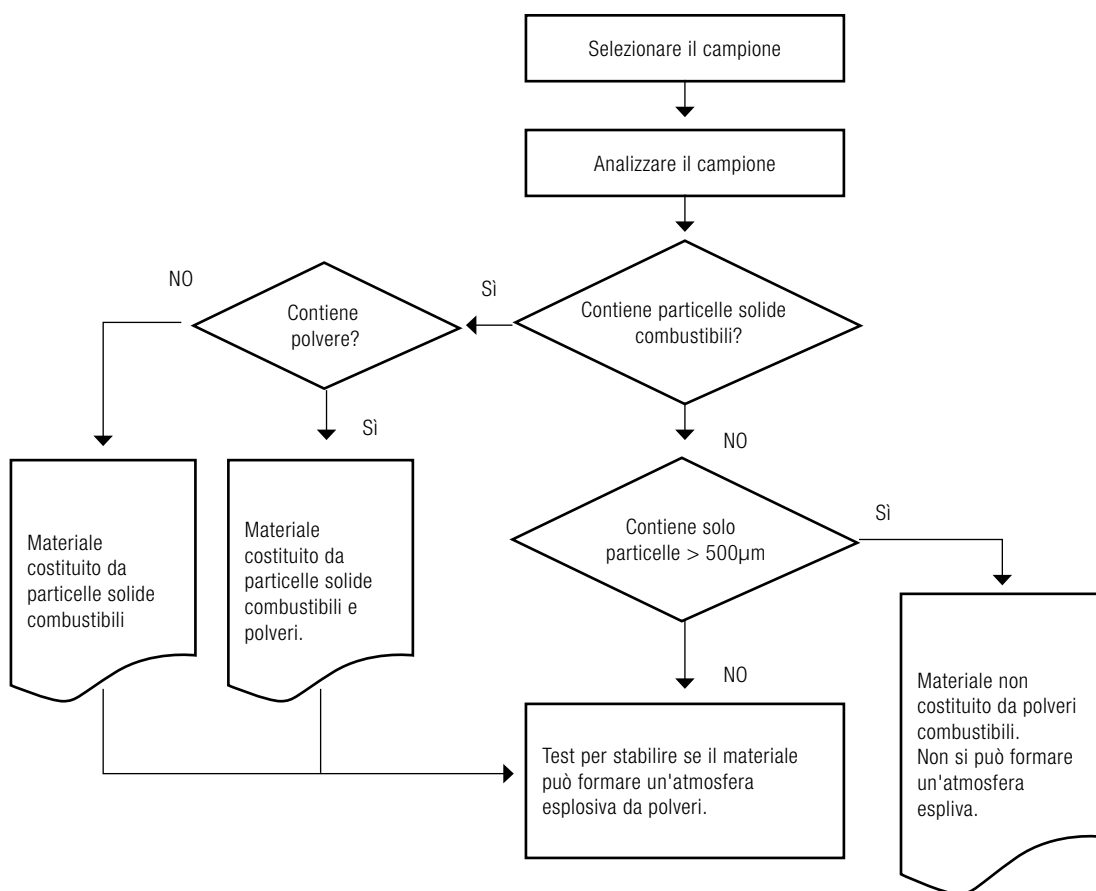
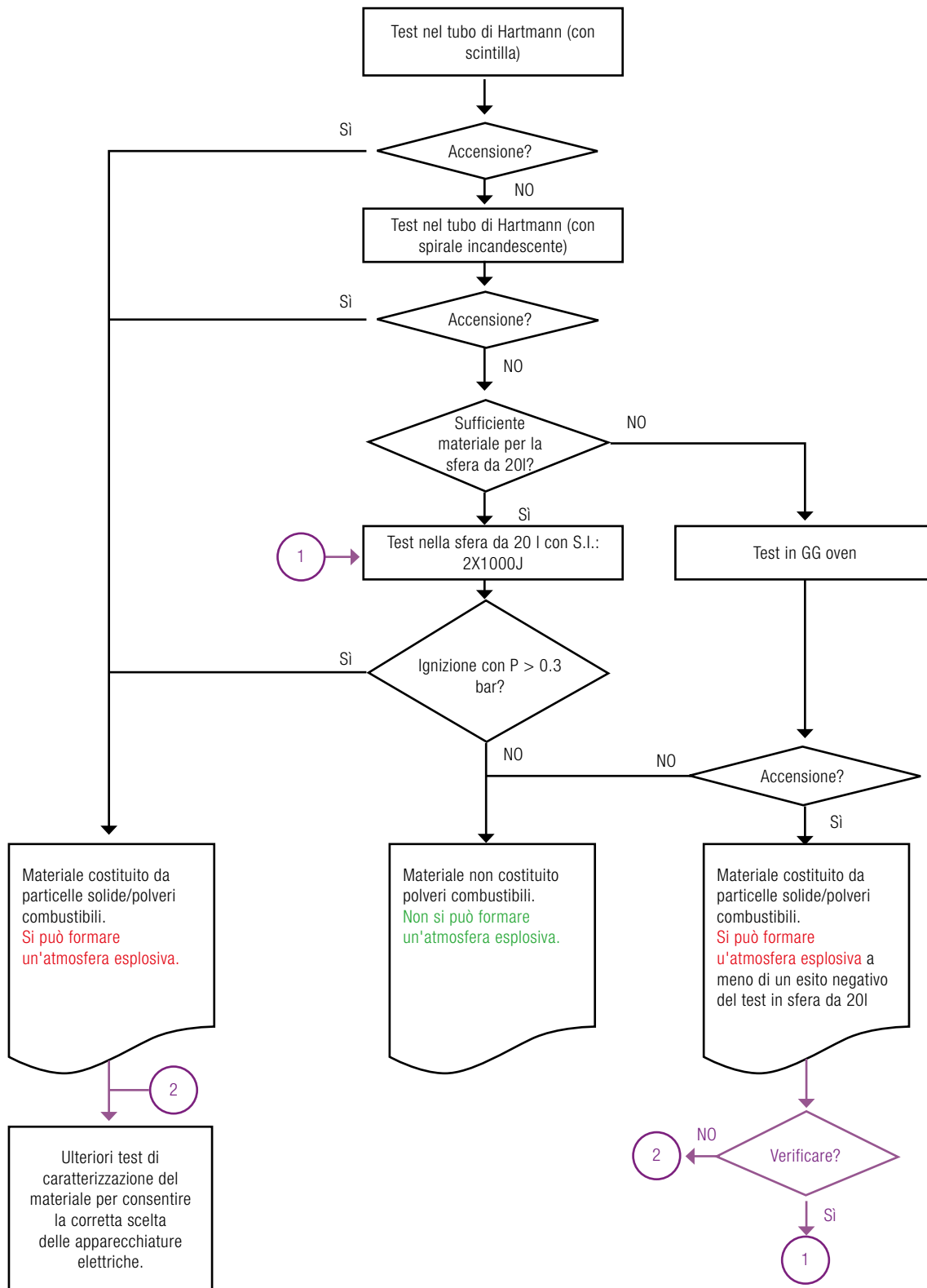


Figura 2- Diagramma di flusso del percorso valutativo delle caratteristiche di esplosibilità di polveri in nube.



- in presenza di sole particelle con dimensione maggiore di 500 μm la polvere può essere classificata non combustibile senza eseguire ulteriori accertamenti;
- in presenza di *alcune* particelle con dimensione inferiore a 500 μm si deve procedere con i test di esplosibilità secondo il diagramma di flusso indicato in Figura 2 [1, 2].

La Norma NFPA 654[3], relativamente alle caratteristiche del campione di polvere da sottoporre ad analisi, fornisce le ulteriori informazioni, comunque non contrastanti con quelle della norma CEI UNI EN/ISO IEC 80079-20, che il campione da analizzare deve presentare una umidità del 5% ed avere una granulometria di 75 μm .

La scelta di sottoporre il campione ai test in una granulometria standard può non fornire una reale indicazione del pericolo, in quanto una ipotetica vagliatura del campione prelevato a 75 μm potrebbe causare una sottostima del rischio nei casi in cui il campione presenta una alta percentuale di materiali inerti con bassa granulometria.

Viceversa, una vagliatura di un campione con una bassa percentuale di materiale altamente reattivo con bassa granulometria potrebbe rendere i risultati del test maggiormente penalizzanti [3]. La Norma CEI UNI EN/ISO IEC 80079-20-2 riporta il diagramma di flusso, riprodotto in Figura 2, che sintetizza i test che possono essere condotti su una polvere, nello stato fisico di nube, per accertarne l'esplosibilità. Dal diagramma di flusso si evince che:

- la prova positiva (con accensione) nel tubo di Hartmann con accenditore a scintilla è ritenuta sufficiente per caratterizzare il componente come esplosibile, in caso contrario è possibile il ricorso ad una seconda prova con altro tipo di accenditore nel medesimo tubo.
- in caso di test negativi nel tubo di Hartmann è possibile eseguire una prova nella sfera di 20 l con S.I pari a 2x1000 J, ritenendo il campione esplosibile se si riscontra un sovrappressione di 0,3 bar durante l'accensione della polvere; la determinazione dell'esplosibilità di un campione di polvere può essere anche eseguita direttamente nella sfera di 20 l (Siwek vessel), che viene considerato un test risolutivo all'accertamento di esplosibilità di una polvere.

Il Tubo di Hartmann modificato è costituito da un tubo verticale in vetro, con un volume di circa 1,2 l e diametro di 70 ± 5 mm, chiuso inferiormente con una tazza di dispersione.

La fonte di ignizione, posta a circa 100 mm dalla tazza di dispersione, è costituita da una scintilla permanente che si innesca tra due elettrodi, posti ad una distanza di circa 4 mm, alimentati da un trasformatore con potenza di circa 0,2 kVA in grado di fornire una tensione di 15 kV o in alternativa da una bobina metallica incandescente in grado di raggiungere la temperatura di almeno 1000 °C.

In Figura 3 è rappresentato schematicamente un tubo di Hartmann modificato nonché la fotografia di un apparecchio, mentre in Figura 4 è rappresentata una sfera da 20 l.

Figura 3- Tubo di Hartmann modificato: rappresentazione schematica (a) e fotografia dell'apparecchio Kuhner A. G. Switzerland (b)



La Norma CEI UNI EN/ISO IEC 80079-20-2 indica che in alternativa alla prova di esplosibilità nella sfera di 20 l (con accenditori di potenza 2x 1000J) il test di esplosibilità può essere condotto in un reattore da 1 m³ (con accenditori di potenza 2x 5000 J) riprodotto in figura 6.

Determinazione della temperatura di accensione di una nube di polvere

La definizione della temperatura di accensione di una nube di polvere è contenuta nell'art.3.23 della CEI EN 60079-10-2; l'apparecchiatura per eseguire il test è rappresentata nella Figura 5 impiegata per la determinazione della minima temperatura di accensione della nube di polvere secondo le indicazioni della Norma CEI UNI EN/ISO IEC 80079-20.

La prova viene eseguita con un quantitativo di polvere, variabile tra 0,5 ml e 2 ml, che viene posizionato in un tubo e disperso nel forno, tramite un getto d'aria ottenuto azionando manualmente un soffiato di gomma.

La prova, in caso di assenza di informazioni sul campione, inizia con una temperatura del forno di 500 °C e con un quantitativo di polvere di 1 ml.

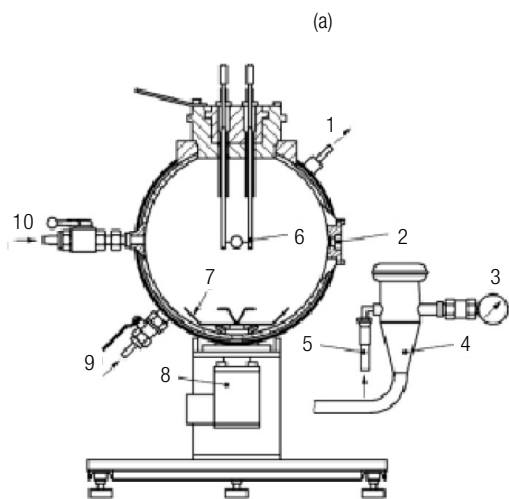
Nel caso in cui non si rileva nessuna accensione in un tempo di 10 s dall'inizio della prova, si procede alla sua ripetizione,

con le medesime modalità, incrementando la temperatura con gradini di 50 °C procedendo, se necessario, fino alla temperatura di 600 °C. Al rilevamento dell'accensione si ripete la prova, con lo stesso quantitativo di polvere, ma con temperatura in decremento, con gradini di 50 °C, fino al raggiungimento di una temperatura che non determina l'accensione del campione per tre volte. Da questo valore di temperatura si eseguono prove con incrementi di temperatura di 20 °C o 10 °C, a seconda che la temperatura di non accensione della nube di polvere sia risultata maggiore o inferiore a 300 °C, fino all'accensione del campione, reiterando le prove con temperatura in diminuzione fino a determinare la non accensione del campione. Si procede in questo modo fino a quando il ΔT tra la temperatura di accensione e di non accensione della nube di polvere è al più pari a 20 °C o 10 °C, a seconda che la temperatura di non accensione della polvere sia risultata superiore o inferiore a 300 °K.

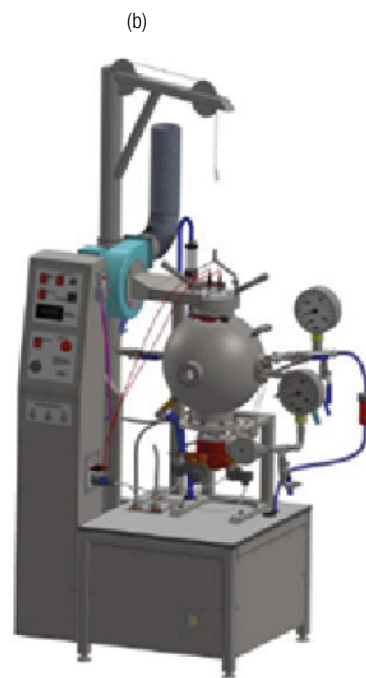
Determinazione dell'Energia Minima di accensione (MIE)

Il test, mediante il quale è possibile determinare la MIE di polveri risultate combustibili è disciplinato dalla Norma UNI EN/ISO IEC 80079-20-2 e può essere condotto con il Tubo di Hartmann corredato con un particolare circuito di comando dell'innesco degli elettrodi. In questo caso l'induttanza

Figura 4- Sfera da 20 l: rappresentazione schematica (a) e fotografia dell'apparecchio Anko (Warsaw Poland) (b).



- | | |
|------------------------------------|---|
| 1 - Uscita | 2 - Sensore di pressione |
| 3 - Manometro | 4 - Contenitore del campione (0,6 l) |
| 5 - Ingresso aria | 6 - Sorgente di accensione (2x5000 J) |
| 7 - Sistema di dispersione polvere | 8 - Valvola ad azione rapida |
| 9 - Ingresso acqua | 10 - Uscita aria e prodotti combustione |



del circuito d'innesco può variare da 1 mH a 2 mH tranne quando le prove sono mirate a determinazioni di MIE legate a valutazioni di rischi di natura elettrostatica, nel cui caso è previsto che l'induttanza del circuito di innesco non sia superare a 25 μ H.

In letteratura [4] sono disponibili formule di correlazione tra i valori della MIE e la temperatura di accensione di una polvere che permettono di eseguire valutazioni sui rischi da scintille originate sia da fenomeni elettrostatici che meccanici (da impatto, da attrito ed abrasione).

Alle scintille generate meccanicamente possono essere assegnate diverse energie di accensione equivalenti nei confronti di miscele di polvere e aria ; l'energia equivalente, nota anche come energia di accensione equivalente (EIE), è la quantità di energia che quando si trasforma in una scarica elettrica ha la stessa incendiabilità delle scintille di origine meccanica.

Evidenze sperimentali [4] indicano, con riferimento alle scintille, derivanti da attrito e abrasione meccanica, che:

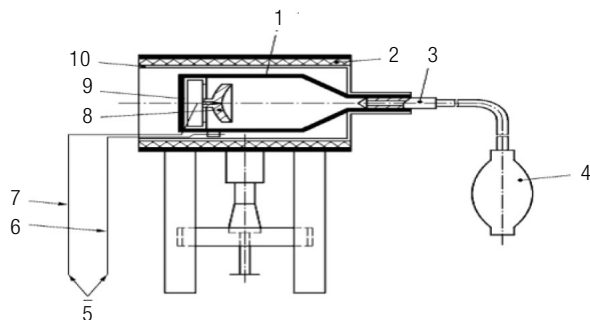
- Le polveri con MIE inferiore a 10 mJ e MIT (cloud) minore di 500°C presentano un rischio di accensione derivante dalle sopra indicate sorgenti di ignizione.
- In presenza di superfici calde derivanti da scintille di origine meccanica e polveri con MIT (cloud) minore di 600°C, è sempre presente un pericolo di accensione indipendentemente dal valore della MIE.

Determinazione della pressione massima di esplosione di nubi di polvere

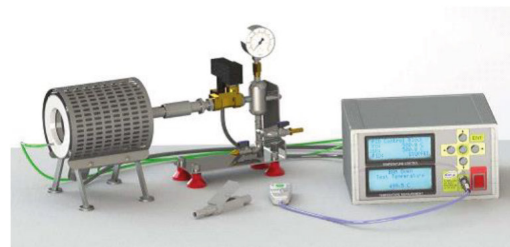
La pressione massima p_{max} viene determinata, secondo la Norma UNI EN 14034-1 [5, 6], in un reattore con volume di 1 m³ resistente all'esplosione. L'apparecchiatura utilizzata è rappresentata schematicamente nella Figura 6 dove sono evidenziati le parti principali.

Il campione in prova viene posto nell'apposito contenitore che viene successivamente portato alla pressione di 20 bar, con il reattore nelle condizioni di pressione e temperatura standard. Comandando una valvola ad azione rapida il quantitativo

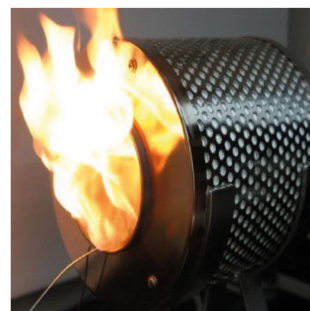
Figura 5 - Forno BAM: (a) rappresentazione schematica; (b) fotografia dell'apparecchiatura Anko (Warsaw Poland); (c) accensione del provino durante il test.



- 1 Camera di combustione
- 2 Resistenza (1500 W)
- 3 Tubazione aria
- 4 Soffietto in gomma
- 5 Connessione al controller
- 6 Termocoppia di controllo
- 7 Termocoppia di misura
- 8 Superficie di deflessione
- 9 Sportello di sfogo
- 10 Forno



(b)



(c)

calibrato di polvere viene disperso attraverso un dispositivo semi anulare, perforato con 13 fori di 6 mm di diametro.

Dopo un tempo definito di $(0,6 \pm 0,01s)$, misurata la pressione p_i (pressione iniziale di prova), la polvere è innescata da due accenditori pirotecnici (S.I.) in grado di liberare un'energia totale di 2×5000 J. Si considera che la miscela polvere/aria si è innescata se si raggiunge una sovrappressione p_{ex} (massima sovrappressione al momento dell'innescò) superiore a quella iniziale p_i di 0,3 bar [$p_{ex} \geq (p_i + 0,3 \text{ bar})$].

La prova deve essere effettuata partendo dalla concentrazione di 250 g/m^3 , con incrementi successivi di 250 g/m^3 o decrementi pari al 50% del valore iniziale, secondo la seguente serie (.....60, 125, 250, 500, 750, 1000, 1250, 1500.....) g/m^3 .

Si determina il massimo valore di p_{ex} alle varie concentrazioni, il valore p_{max} deve essere individuato eseguendo come minimo due successive prove alle concentrazioni inferiori e maggiori a quella corrispondente al p_{ex} massimo.

Se con queste prove non si determina un valore massimo si devono rieseguire due prove nell'intorno del valore di

concentrazione che ha determinato p_{ex} maggiore e assumere per p_{max} il valore medio.

La Norma precisa la completa sovrapposibilità dei risultati conseguibili con la sfera di 20 l decritta nell'Appendice C con quelli ottenibili con il reattore di 1 m^3 .

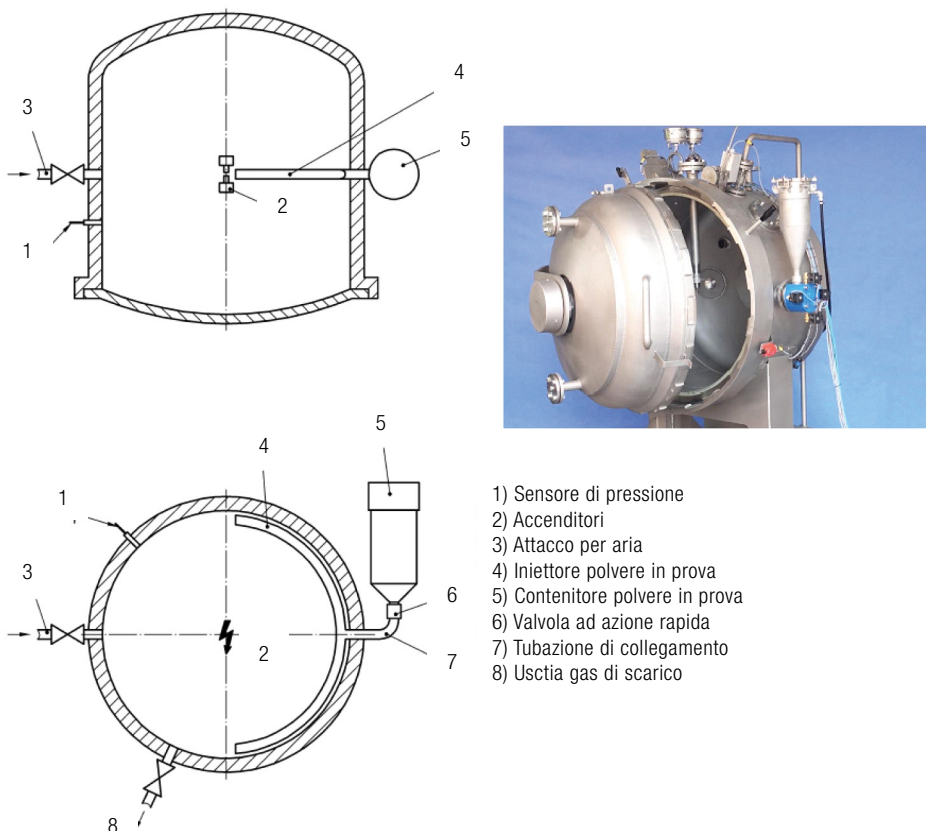
In particolare, si sottolinea che la sorgente di ignizione (accenditori), impiegata nella sfera da 20 l, deve sviluppare una energia di 2×5000 J per tutte le prove contemplate dalle Norme della serie UNI EN 14034, mentre, come precedentemente indicato, deve sviluppare una energia di 2×1000 J per il test di screening previsto dalla Norma EN/ISO IEC 80079-20-2.

Determinazione della velocità massima di aumento della pressione di esplosione di nubi di polvere

La velocità massima di aumento della pressione di esplosione $(dp/dt)_{max}$ viene determinata, secondo la Norma UNI EN 14034-2 [7], nel reattore di 1 m^3 precedentemente descritto.

La prova viene effettuata con la medesima procedura impiegata per determinare p_{max} , con la differenza che, in questo caso,

Figura 6 - Reattore con volume di 1 m^3 (foto: apparecchio Anko - Warsaw Poland).



viene rilevata la variazione di pressione rispetto al tempo (dp/dt)_{ex} alle varie concentrazioni fino ad individuarne il valore massimo.

Il valore (dp/dt)_{max} deve essere individuato eseguendo come minimo due successive prove alla concentrazione, inferiori e maggiore, a quella corrispondente al (dp/dt)_{ex} massimo.

La Norma precisa la completa sovrapposibilità dei risultati conseguibili con la sfera di 20 l con quelli ottenibili con il reattore di 1 m³.

Le conoscenze sulla pressione massima di esplosione e della sua evoluzione temporale (dp/dt)_{max} permette la determinazione dei mezzi per proteggere gli apparati contenenti polveri basati sul contenimento dell'esplosione, sulla separazione e isolamento degli impianti, sullo sfogo dell'esplosione, ecc..

Derminazione del limite inferiore di esplosione (LEL) di nubi di polvere

Per la Norma UNI EN 14034-3[8], anche la determinazione del LEL di una polvere può essere eseguita nel reattore di 1 m³, precedentemente descritto, con la medesima procedura prevista per determinare p_{max}, con la differenza che il test viene iniziato partendo da una concentrazione di polvere, fatta confluire nel reattore, pari a 250 g/m³, riducendola del 50% se non si determina una esplosione ovvero se non si rileva una pressione all'atto dell'innesco (p_{ex}).

Il test può essere iniziato con concentrazioni più alte di 250 g/m³ nel cui caso la riduzione deve essere fatta con variazione di concentrazione a gradini di 250 g/m³ secondo la serie di valori: (... 1000, 750, 500, 250, 126, 60 ...) g/m³.

La Norma precisa la completa sovrapposibilità dei risultati conseguibili con la sfera di 20 l, dscritta nell'Appendice C, con quelli ottenibili con il reattore di 1 m³.

Viene inoltre precisato, dalla UNI EN 14034-3, che la mancata accensione di un campione durante un test con il tubo di Hartman non è sufficiente a definire *non esplodibile* la polvere e quindi a catalogarla come priva di LEL.

La conoscenza del LEL di una polvere è essenziale per determinare l'estensione di una zona pericolosa originata da polveri, definire le caratteristiche dei sistemi di asportazione delle polveri ecc..

Determinazione della concentrazione limite di ossigeno (LOC) di nubi di polvere

I provvedimenti di inertizzazione dell'atmosfera di un ambiente sono sistemi di sicurezza contro le esplosioni e per la messa in atto di questa misura di protezione deve essere nota la

concentrazione massima di ossigeno con la quale non può avvenire nessuna esplosione.

La determinazione del LOC di una polvere, secondo la Norma UNI EN 14034-4 [9], può essere effettuata nel reattore di 1 m³. In questo caso, però, il reattore viene riempito con una miscela inerte/aria alla concentrazione desiderata di O₂, con il contenitore del campione pressurizzato alla pressione di 20 bar contenente la medesima miscela di inerte/aria presente nel reattore.

La prova viene effettuata con la medesima procedura indicata per la determinazione di P_{max} e di (dp/dt)_{max}; si ha l'innesco della miscela se si raggiunge la sovrappressione quando la massima sovrappressione nel reattore p_{ex} al momento dell'innesco superiore a quella iniziale p_i di 0,3 bar [$p_{ex} \geq (p_i + 0,3 \text{ bar})$].

La più alta concentrazione di ossigeno con cui non si ha aumento di pressione, in tre prove consecutive, è il LOC ricercato della polvere.

La differenza tra la concentrazione più alta di ossigeno a cui si ha l'esplosione per qualsiasi concentrazione del campione e il valore più basso a cui non si ha l'esplosione non deve superare 1%.

I risultati ottenibili nella sfera di 20 l sono ritenuti dalla Norma sovrapposibili a quelli ottenuti nel reattore da 1 m³.

INFLUENZA DELLA TEMPERATURA DELLA POLVERE SUI VALORI CORRELATI CON L'ESPLODIBILITA'

I test strumentali secondo le Norme di riferimento sono effettuati ad una temperatura ambiente di 20°C; all'aumentare della temperatura della polvere combustibile si osserva [10]:

- un aumento della velocità di combustione e propagazione della fiamma;
- una diminuzione delle temperature di accensione;
- un aumento all'attitudine all'autoaccensione;
- una diminuzione della pressione massima dell'esplosione;
- una diminuzione del LEL e della MIE.

In base a formule di variazione delle caratteristiche di esplosibilità con la temperatura, disponibili in letteratura [4-11], è possibile determinare che gli scostamenti indicati sono relativamente poco significativi nell'intervallo di temperatura tra 20°C e 50°C, con l'eccezione della variazione della MIE che in detto intervallo si riduce in maniera apprezzabile; infatti una MIE di una polvere di valore pari a 50 mJ a 25°C si riduce a circa 14 mJ a 50°C, con incremento significativi dei vari rischi conseguenti all'impiego, come quelli derivanti

da scariche elettrostatiche indicati nel documento IEC/TS 60079-32-1 [12].

Bibliografia

- [1] CEI UNI EN/ISO IEC 80079-20-2 dal titolo "Atmosfere esplosive. Parte 20-2: Caratteristiche dei materiali - Metodi di prova per polveri combustibili": 2016
- [2] S.Festa L.Oggioni " Percorso valutativo dell'esplosibilità di materiali in polvere" :Elettrificazione 5, 2017 n. 725
- [3] NFPA 654 "Standard for the Prevention of Fire and Dust Explosions from the Manufacturing, Processing, and Handling of Combustible Particulate Solids" :2020
- [4] R.Siwiek,C.Cesena " Ignition Behavior of dusts: Meaning and Interpretation" Process Safety Process – Vol 14 n.2.-Aprile 1995
- [5] UNI EN 14034-1 "Determinazione delle caratteristiche di esplosione di nubi di polvere - Parte 1: Determinazione della pressione massima di esplosione p_{max} di nubi di polvere": 2011
- [6] S.Festa L.Oggioni" Test per caratterizzare apparati e luoghi con polveri combustibili" : Elettrificazione 3-4 ,2018 n.731
- [7] UNI EN 14034-2:"Determinazione delle caratteristiche di esplosione di nubi di polvere - Parte 2: Determinazione della velocità massima di aumento della pressione di esplosione $(dp/dt)_{max}$ di nubi di polvere" :2011
- [8] UNI EN 14034-3 "Determinazione delle caratteristiche di esplosione di nubi di polvere - Parte 3: Determinazione del limite inferiore di esplosione LEL di nubi di polvere" :2011
- [9] UNI EN 14034-4 "Determinazione delle caratteristiche di esplosione di nubi di polvere - Parte 4: Determinazione della concentrazione limite di ossigeno LOC di nubi di polvere": 2011
- [10] CEI 31-56 " Guida all'applicazione della Norma CEI EN 61241-10-Classificazione delle aree dove possono essere presenti polveri esplosive" (Guida in corso di revisione)
- [11] Kuhner A.G. Switzerland : Mike 3 Manual
- [12] IEC/TR 60079-32-1 " Explosive atmospheres Part. 32-1 :Electrostatic hazards, guidances"