

Sécurité des procédés

mettant en œuvre
des poudres
OU
poussières
combustibles

Réglementation ATEX

Norme ISO 13320

Répartition granulométrique

(diffraction LASER ou tamisage mécanique en fonction de la granulométrie du produit)

Les mesures granulométriques sont destinées à obtenir la répartition des particules de l'échantillon en fonction de leur dimension.

L'échantillon assez fin est analysé par diffraction LASER après dispersion dans un liquide.

La distribution granulométrique est dans ce cas exprimée en pourcentage volumique.

Les autres échantillons sont tamisés au travers de tamis de différentes mailles.

Après pesage des refus récoltés sur chaque tamis, l'analyse granulométrique est exprimée en pourcentage massique.



Norme ISO 589

Taux d'humidité

L'échantillon est déposé dans un dessiccateur thermique et séché à l'aide d'une lampe halogène à une température de 105°C pendant 90 minutes. L'humidité est calculée par pesée différentielle au cours du séchage.



Norme EN 140341-1 et -2

Caractéristiques de violence d'explosion en sphère de 20 litres P_{max} et K_{st}

L'essai de référence pour la détermination de la violence d'explosion est réalisé en chambre de 1 m³. La norme appliquée permet également de déterminer la violence d'explosion dans une chambre sphérique de 20 litres.

La variation de pression après inflammation d'un nuage de poussière dans une enceinte close est enregistrée en fonction du temps, pour plusieurs valeurs de concentration moyenne de poussière.

Après répétition des essais, la surpression maximale d'explosion P_{max} et la vitesse de maximale de montée en pression $(dP/dt)_{max}$ sont relevées.

La valeur du coefficient de violence d'explosion K_{st} est calculée à partir de $(dP/dt)_{max}$.

Norme 14034-3

Limite Inférieure d'Explosivité en sphère de 20 litres - LIE

La LIE est la concentration en poussière la plus élevée pour laquelle l'inflammation du nuage ne se produit pas.

Elle est mesurée dans une chambre sphérique de 20 litres.

La mesure réalisée consiste à enflammer un nuage de poussière dans ce récipient et à enregistrer l'évolution de la pression en fonction du temps.

En diminuant progressivement la concentration en poussières du nuage, on détermine la concentration pour laquelle aucune explosion n'est constatée. L'absence d'explosion à cette concentration est confirmée en répétant l'essai deux fois.



Norme EN 13821

Énergie Minimale d'Inflammation - EMI

Inflamateur MIKE 3 –(Avec ou sans inductance)

L'EMI d'une poussière est l'énergie juste suffisante pour provoquer son inflammation en suspension dans l'air, dans des conditions optimales de délai d'inflammation et de concentration en poussière.

Elle est évaluée au moyen d'un inflamateur MIKE 3 à étincelle électrique : la poussière est dispersée pneumatiquement à l'intérieur d'un tube ouvert et la mise à feu est assurée au moyen d'une étincelle électrique amorcée entre deux électrodes à l'intérieur du nuage. Les paramètres que l'on fait varier au cours de l'essai sont :

- Le délai entre le début de la dispersion et le déclenchement de l'étincelle,
- La quantité de poussière qui est dispersée et donc la concentration en poussière dans le nuage,

• L'énergie électrique stockée dans le système de décharge.

La sensibilité d'une poussière aux phénomènes électrostatiques est évaluée en fonction de la valeur de son EMI.



Norme EN 14034-4

Concentration Limite en Oxygène en sphère de 20 litres - CLO

La CLO est le taux d'oxygène pour lequel aucune explosion n'est constatée, quelle que soit la concentration en poussières.

Elle est mesurée dans une chambre sphérique de 20 litres.

La mesure réalisée consiste à enflammer un nuage de poussières et à enregistrer l'évolution de la pression en fonction du temps.

En diminuant progressivement la concentration en oxygène, on détermine le taux pour lequel aucune explosion n'est constatée, pour différentes concentrations en poussière.

L'absence de phénomène d'explosion est confirmée en répétant l'essai deux fois à une concentration en poussières et à un taux d'oxygène donnés.

Norme EN 50281-2-1

Température Minimale d'Inflammation (TMI) en nuage

La TMI en nuage d'un produit pulvérulent est la température minimale d'un four dans lequel un nuage de poussière s'enflamme.

Elle est déterminée dans un four tubulaire « Godbert-Greenwald » dans lequel, après chauffage à une température donnée, on disperse pneumatiquement l'échantillon.

Les paramètres que l'on fait varier au cours de l'essai sont :

- La température du four,
- La masse de poussière

dispersée et donc la concentration en poussière dans le nuage,

• La pression d'air de mise en suspension de la poussière.



Norme VDI 2263-1

Comportement de la combustion – Indice de combustion

Un essai de combustion est réalisé à température ambiante ou élevée en soumettant une traînée de produit (2 cm de large, 4 cm de long et 1 cm de haut environ) à la flamme d'un brûleur à gaz ou d'un fil chaud (platine).

En fonction du comportement, l'échantillon testé est affecté à une classe de combustion.



Norme ISO 9277

Surface spécifique (BET) et distribution de la taille des pores (BJH)

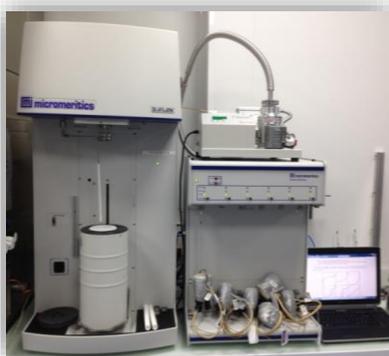
L'échantillon est préalablement dégazé, avec le système Smart VacPrep qui utilise le vide, pour préparer les échantillons par réchauffement en positionnant un tube contenant l'échantillon dans un manchon chauffant (de l'ambiante à 450°C avec au maximum 5 rampes de températures possibles de 0,1°C à 10°C) et évacuation à l'aide d'une turbo pompe hybride.

Après dégazage, le tube est disposé sur l'analyseur de caractérisation de surface 3Flex.

La BET est alors calculée selon la méthode modélisée par S. Brunauer P.H. Emmet et E. Teller (modèle BET, exprimée en m^2/g dès 0,01 m^2/g) à partir des résultats de physisorption de l'azote à 77,4K.

A partir de la mesure des isothermes d'adsorption/désorption de gaz (généralement l'azote), il est également possible de déterminer :

- La distribution poreuse par différentes méthodes,
- La porosité (en %),
- Le taux de micropores des poudres ou des matériaux massifs.



Norme EN 50281-2-1

Température Minimale d'Inflammation (TMI) en couche de 5 mm

La TMI d'une couche d'un produit pulvérulent est la température minimale d'une surface chaude pour laquelle l'inflammation se produit dans une couche d'épaisseur donnée, déposée sur cette surface chaude.

L'inflammation est considérée comme s'étant produite si au cours de l'essai :

- un rougeoiement ou une flamme sont observés au niveau du produit
- ou encore si l'on mesure une température supérieure ou égale à 450°C ou un accroissement de température supérieur ou égal à 250 Kelvin par rapport à la température de la surface chaude.



Les TMI en nuage et en couche permettent de définir une température limite de surface pour un matériel installé ou mis en œuvre en atmosphère explosible.

Norme ASTM E 2550

Analyse Thermique Différentielle couplée à une Analyse ThermoGravimétrique de l'ambiante à 800°C - ATD ATG

L'ATD-ATG met en évidence de façon semi-quantitative les phénomènes endo ou exothermiques qui se produisent au cours du chauffage d'un échantillon, de la température ambiante à 800°C.

Les températures de l'échantillon et d'une substance inerte choisie comme référence sont également enregistrées en fonction du temps.

La vitesse de chauffage habituellement utilisée est égale à 5°C/min.

Norme EN 15188

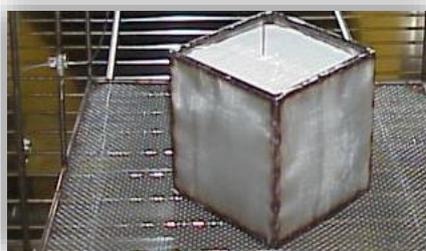
Auto-échauffement en étuve isotherme

(relation entre dimension et température critique de stockage)

L'essai d'auto-échauffement en étuve isotherme consiste à déterminer la température critique d'auto-inflammation de volumes cubiques croissants d'un combustible solide.

Lorsque le volume des récipients cubiques augmente, la température d'auto-inflammation diminue et il est possible d'extrapoler jusqu'à un volume de stockage plus important.

Les résultats des essais de stockage en étuve isotherme peuvent en effet être corrélés par une loi mathématique s'appuyant sur la théorie de l'auto-échauffement pour des dimensions plus importantes que celle étudiées expérimentalement et/ou pour des formes différentes.



Norme VDI 2263-1

Inflammabilité des gaz de décomposition

Dans ce test (Lütolf), l'échantillon étudié est introduit dans des tubes en verres chauffés dans un bloc métallique soumis à une progression de température de 2,5°C/min.

La température de l'échantillon et celle d'une poudre de référence inerte sont enregistrées tandis que l'on peut mesurer la production de gaz et tenter d'enflammer les gaz émis dans l'air avec un fil de platine porté à 1 000°C.

Si une décomposition exothermique est observée, le test est répété à température

constante jusqu'à trouver la température la plus élevée où le produit ne se décompose pas pendant 5 heures.

Cette température est désignée comme étant la température de décomposition.



Norme CEI 1241-2-2

Résistivité volumique

La résistivité volumique est représentative de l'aptitude du produit à conduire les charges électriques et à les stocker. Elle est déterminée à partir de mesures potentiométriques sur un échantillon de ce produit. Ces essais consistent à mesurer la résistance, pour plusieurs valeurs de tension, d'une cellule remplie du produit à tester.



Norme EN 61340-2-1

Temps de décharge

La dissipation de la charge, déposée sur un matériau par effet couronne ou à travers un matériau depuis une plaque chargée, est évaluée en observant la diminution du potentiel électrique au moyen d'un mesureur de champ.

Norme ISO 22412

Indice de réfraction

L'indice de réfraction est mesuré à l'aide du Litesizer 500 tel que défini par la norme ISO 22412.

Norme ISO 1928

Pouvoir calorifique - PCS

Le pouvoir calorifique supérieur est la quantité de chaleur (chaleur sensible mais aussi chaleur latente de vaporisation de l'eau) dégagée par la combustion complète de l'unité de masse ou de volume combustible donné.

Le pouvoir calorifique supérieur est mesuré dans une bombe calorimétrique sous 30 bar d'oxygène.



Conductivité thermique

L'analyseur TCi permet de mesurer la conductivité et l'effusivité d'un échantillon en fonction de la température par une caractérisation thermique simple, et ce de manière non destructive pour l'échantillon, pour une large plage de mesure (0 à 0,6 W/mk) sur une gamme en température étendue (- 50° à 200°C).



Norme VDI 2263-1

Analyse thermique différentielle de l'ambiante à 400°C simultanée sur 5 produits (essai au four GREWER)

L'ATD simultanée de 5 échantillons dans un four GREWER permet de comparer l'oxyréactivité de ces produits, en mettant en évidence de façon semi-quantitative les phénomènes endo ou exothermiques qui se produisent au cours du chauffage de la température ambiante à 400°C environ. La vitesse de chauffage habituellement utilisée est égale à 1°C/min. La température de chaque échantillon et d'une substance inerte choisie comme référence sont également enregistrées en fonction du temps.



Normes ISO 13099-2 et ISO 22412

Potentiel Zêta

Le potentiel zêta (Litesizer 500) est la mesure de l'intensité de la répulsion ou de l'attraction électrostatique ou électrique entre particules.

C'est l'un des paramètres fondamentaux connus pour affecter la stabilité des particules.

La mesure apporte une vision détaillée des causes de dispersion, d'agrégation ou de floculation et peut être

appliquée pour améliorer la formulation de dispersions, d'émulsions ou de suspensions ; ce qui à son tour influence par exemple la viscosité et les propriétés d'écoulement.



Norme NF M03-003

Taux de cendres

Le taux de cendre d'un produit est mesuré par pesage différentiel avant et après pyrolyse à 800°C.



Norme NF EN ISO 3923-1

Densité apparente

La méthode utilisée par cette norme est dite de l'entonnoir. Elle est applicable aux poudres métalliques qui s'écoulent librement au travers d'un orifice de 2,5 mm ou avec difficultés au travers d'un orifice de 2,5 mm mais librement au travers d'un orifice de 5 mm.

Norme NF EN ISO 3923-1

Température d'allumage des plastiques – TAPE-TAS

Un échantillon de la poudre à tester est chauffé dans un four à air chaud dont la température interne est régulée.

La température d'allumage au point d'éclair (TAPE) est déterminée en présence d'une petite flamme pilote à l'ouverture de la partie supérieure du four pour les gaz émis.

La température d'allumage spontanée (TAS) est déterminée comme la température d'allumage au point d'éclair, mais sans flamme pilote pour l'inflammation.

CONTACTS

ghislain.binotto@ineris.fr

contact.dsc@ineris.fr

Tél : 03 44 55 61 28

Parc Technologique Alata - BP2

60550 Verneuil-en-Halatte

www.ineris.fr

Sécurité des procédés mettant en œuvre des poudres ou poussières combustibles (hors Nano, CMR) Réglementation ATEX, CLP, TMD...

LISTE DES ESSAIS

INFLAMMABILITE - EXPLOSIVITE - PHENOMENES ELECTROSTATIQUES	REFERENTIEL
Détermination la répartition granulométrique (diffraction LASER ou tamisage mécanique en fonction de la granulométrie du produit)	ISO 13320
Mesure du taux d'humidité (méthode manuelle ou dessiccateur automatique)	ISO 589
Analyse thermique différentielle couplée à une analyse thermogravimétrique (ATD/ATG) de l' ambiante à 800°C	ASTM E 2550
Analyse thermique gravimétrique (ATG) - Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) couplée à une analyse infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR) de l' ambiante à 1500°C	-
Détermination de la surface spécifique (BET) et distribution de la taille des pores (BJH)	ISO 9277:2010
Mesure de l'énergie minimale d'inflammation (EMI) - Inflammateur MIKE 3 avec OU sans inductance (sans précision contraire sur la commande, l'essai sera réalisé avec inductance)	EN 13821 NF EN ISO/CEI 80079-20-2
Mesure de l'énergie minimale d'inflammation (EMI) - Inflammateur MIKE 3 avec ET sans inductance	EN 13821 NF EN ISO/CEI 80079-20-2
Détermination de la température minimale d'inflammation en nuage (TMI_{nuage})	EN 50281-2-1 NF EN ISO/CEI 80079-20-2
Détermination de la température minimale d'inflammation en couche de 5 mm (TMI_{couche})	EN 50281-2-1 NF EN ISO/CEI 80079-20-2
Détermination des caractéristiques de violence d'explosion (Pmax, Kst) en sphère de 20 L	EN 14034-1 et -2 NF EN ISO/CEI 80079-20-2
Détermination de la limite inférieure d'explosivité (LIE) en sphère de 20 L	EN 14034-3
Détermination de la concentration limite en oxygène (CLO) en sphère de 20 L	EN 14034-4
Essais d' auto-échauffement en étuves isothermes (relation entre la dimension et la température critique de stockage)	EN 15188
Comportement à la combustion - détermination de l' indice de combustion	VDI 2263-1
Test d' inflammabilité des gaz de décomposition	VDI 2263-1
Détermination de la conductivité thermique	-
Détermination de la densité apparente	NF EN ISO 3923-1
Détermination du Potentiel Zêta	ISO 13099-2 / ISO 22412
Détermination de l' indice de réfraction	ISO 22412
Température d'allumage des plastiques (TAPE-TAS)	ISO 871
Analyse thermique différentielle de l' ambiante à 400°C simultanée sur 5 produits (four Grewer)	VDI 2263-1
Détermination du pouvoir calorifique supérieur (PCS)	ISO 1928
Mesure du temps de décharge	60079-32
Mesure de la résistivité volumique	NF EN ISO/CEI 80079-20-2
Mesure du taux de cendres	NF M03-003
Inflammabilité d'un solide facilement inflammable (ONU N.1)	Manuel ONU d'épreuves et de critères, 6 ^{ème} édition, réf. ST/SG/AC.10/11/Rev.6
Propriétés pyrophoriques des solides (ONU N.2)	
Test des matières auto-échauffantes (ONU N.4)	
Inflammabilité d'un solide émettant des gaz au contact de l'eau - Essai complet (ONU N.5)	
Inflammabilité d'un solide facilement inflammable (CE A10 , identique à l'essai ONU N.1)	
Propriétés pyrophoriques des solides (CE A13 , identique à l'essai ONU N.2)	Règlement CE 440/2008
Inflammabilité d'un solide émettant des gaz au contact de l'eau Essai complet (CE A12 , identique à l'essai ONU N.5)	Règlement CE 440/2008