

# POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

**Corso di Laurea Magistrale  
in Ingegneria Chimica e dei Processi Sostenibili**

Tesi di Laurea Magistrale

## **Misura di concentrazione di polveri aerodisperse mediante sensori ottici**



**Relatori**

Prof. Luca Marmo

**Correlatore**

Prof. Enrico Danzi

**Candidato**  
Valeria Orecchio

Luglio 2020



# Indice

1. Introduzione .....	1
1.1 Esplosioni da polveri.....	1
1.2 Parametri di esplosività delle polveri .....	4
1.2.1 Violenza dell'esplosione .....	4
1.2.2 Sensibilità all'innesco.....	5
1.3 Fattori che influenzano la sensibilità all'innesco e la violenza delle esplosioni delle nuvole di polvere .....	8
1.3.1 Umidità della polvere .....	9
1.3.2 Distribuzione granulometrica (PSD) .....	11
1.3.3 Grado di dispersione o di agglomerazione .....	13
1.3.4 Turbolenza e ritardo di accensione $t_v$ .....	15
1.3.5 Concentrazione della polvere .....	18
1.4 Polverosità (Dustiness).....	20
2. Scopo della tesi.....	21
3. Letteratura .....	23
3.1 Metodi ottici per la misura della concentrazione .....	23
3.1.1 Legge di Lambert-Beer.....	23
3.1.2 Dispositivi utilizzati per le misure di concentrazione .....	24
3.2 Video ad alta velocità.....	30
3.2.1 Camera di dispersione .....	30
3.2.2 Sistema di iniezione.....	31
3.2.3. Esperimenti.....	31
3.3 Dinamica delle particelle sospese in un gas .....	36
3.3.1 Velocità terminale di caduta.....	36
4. Parte sperimentale .....	37
4.1 Materiali .....	37
4.1.1 Amido di mais .....	37
4.2 Apparecchiature .....	38
4.2.1 Tubo di Hartmann modificato .....	38
4.2.2 Microcontrollore Arduino e sensori ottici .....	39
4.3 Procedura sperimentale .....	40
5. Risultati .....	45
5.1 Concentrazione.....	45
5.1.1 Serie 1.....	45
5.1.2 Serie 2, 3 e 4.....	47
5.2 Durata transitorio.....	50

5.2.1 Metodo 1 – Individuazione transitorio .....	50
5.2.2 Metodo 2 – Individuazione transitorio .....	54
5.2.3 Metodo 3 – Individuazione transitorio .....	55
6. Conclusioni.....	63
Bibliografia.....	65
Ringraziamenti .....	68

# 1. Introduzione

## 1.1 Esplosioni da polveri

L'esplosività delle polveri è una caratteristica, purtroppo ancora oggi, poco studiata; a differenza infatti delle proprietà esplosive di gas e vapori note ad un pubblico ormai quasi universale, quella dell'esplosività delle polveri è una caratteristica poco conosciuta a molti.

Tuttavia, i numerosi incidenti, avvenuti anche in tempi recenti, come quello del 2011 in Kansas dove si è verificata l'esplosione di un silos che ha provocato 6 morti e 2 feriti o la tragedia avvenuta nel 2014 a Kun Shan, in Cina, che ha causato la morte di 146 persone e 114 feriti (1), impongono uno studio più attento e dettagliato in questo ambito.



**Figura 1:** Pentagono delle esplosioni da polveri (Da Daniele Pugliesi (2))

Il *pentagono di esplosione* (Figura 1) schematizza le condizioni necessarie affinché un'esplosione di polvere possa realizzarsi. Oltre alle condizioni, necessarie per le esplosioni di gas, e cioè la presenza di combustibile, comburente e innesco, nel caso delle polveri affinché avvenga un'esplosione è necessario che i reagenti siano contenuti e miscelati in un ambiente confinato.

Un prerequisito essenziale affinché un'esplosione di polvere si verifichi è la formazione di una miscela polvere/aria in un certo intervallo di concentrazioni. Quando si verifica la combustione di questa miscela, il confinamento, parziale o completo, provoca lo sviluppo di una sovrappressione, consentendo al fronte di fiamma di avanzare rapidamente e dando luogo a quella che si definisce *esplosione di polvere* (3).

Qualsiasi materiale solido che può bruciare o reagire (ad esempio, la polvere di alluminio) a contatto con l'aria lo farà con violenza e velocità che aumentano all'aumentare del grado di suddivisione del materiale (4).



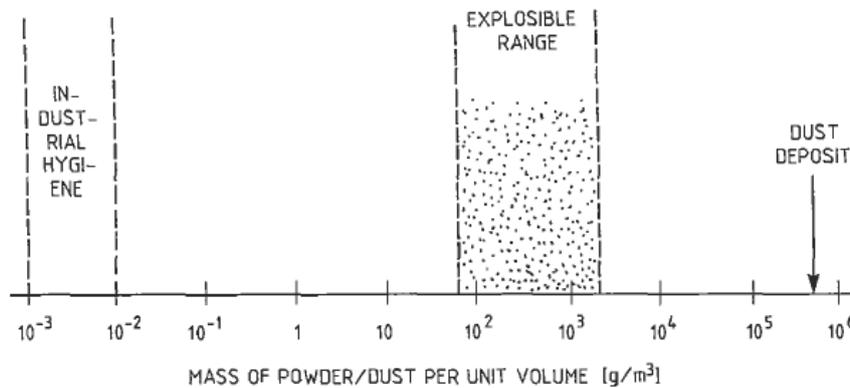
**Figura 2:** Comportamento alla combustione di un solido secondo il suo grado di suddivisione (Da Ibarreta e Myers con modifiche (5))

Ad esempio, la Figura 2 (a) illustra come un pezzo di legno, una volta acceso, brucia lentamente, rilasciando calore per un lungo periodo di tempo, mentre se lo stesso quantitativo di materiale fosse ridotto in pezzi più piccoli, come illustrato nella Figura 2 (b), la velocità di combustione aumenterebbe, poiché aumenta la superficie di contatto tra legno e l'aria. Inoltre, in questa forma l'accensione diventa più semplice. Se si continuasse a suddividere il legno (Figura 2 (c)), come potrebbe facilmente avvenire in ambito industriale, fino ad ottenere particelle con dimensioni dell'ordine di 0,1 mm o inferiori, sospese in un volume d'aria sufficientemente grande da dare a ogni particella spazio sufficiente affinché la sua combustione possa avvenire senza restrizioni, la velocità di combustione aumenterebbe notevolmente e l'energia necessaria all'accensione risulterebbe significativamente ridotta rispetto a quella dei due casi precedenti.

Quando il fenomeno di combustione tende ad evolvere in modo incontrollato si parla genericamente di incendio o esplosione. In effetti un incendio e un'esplosione sono comunemente considerati eventi completamente differenti come è giusto che sia, considerati il decorso e gli effetti che ne derivano. Tuttavia, dal punto di vista chimico e/o fisico essi sono fenomeni sostanzialmente identici: la differenza di cui sopra è motivata dalla velocità di espansione dei prodotti della combustione, e dall'interferenza esercitata dall'ambiente in cui la reazione ha luogo. (6) Pertanto si definisce esplosione un processo chimico esotermico che, quando si verifica a volume costante, comporta un aumento istantaneo e significativo della pressione. Se lo stesso processo si realizza in un ambiente non confinato provoca invece una rapida espansione del volume. L'esplosione è dunque una combustione rapida e pressoché istantanea nella quale il fronte di fiamma diffonde a velocità molto elevata (4). Una nuvola di polvere che brucia è un'esplosione di polvere.

Se una combustione di questo tipo si realizza all'interno di un'apparecchiatura di processo o di locali industriali, la pressione nello spazio di esplosione, parzialmente o totalmente chiuso, può aumentare rapidamente, provocando l'esplosione dell'apparecchiatura o peggio dell'edificio, con possibili danni anche a persone.

L'esplosione di nubi di polvere può aver luogo solo quando la concentrazione di polvere è compresa entro certi limiti. Similmente ai gas infiammabili, infatti le polveri esibiscono un limite inferiore e un limite superiore di infiammabilità o di esplodibilità.



**Figura 3:** Range di esplosività per l'amido di mais a temperatura ambiente e pressione atmosferica (Da Eckhoff (4))

Il limite inferiore viene indicato con l'acronimo LEL (Lower Explosion Limit) o, più frequentemente nel campo dello studio delle polveri come MEC (Minimum Explosive Concentration) e indica la più piccola quantità di una polvere sospesa, in un'unità di volume d'aria, che può essere innescata. In concentrazioni inferiori, le particelle di polvere sono sufficientemente lontane fra loro che il calore liberato dall'ossidazione delle singole particelle non è sufficiente ad accendere le particelle adiacenti.

Quando la concentrazione della polvere supera il limite inferiore e si avvicina al valore stechiometrico, la velocità di propagazione della fiamma aumenta, così come la conseguente "violenza dell'esplosione". In genere la concentrazione per cui si ha la più alta velocità di esplosione, che corrisponde al caso peggiore dal punto di vista delle conseguenze, non coincide col valore di concentrazione stechiometrica ma è leggermente maggiore e viene indicato con  $C_{worst\ case}$ .

Oltre questo valore di concentrazione si verifica un effetto di raffreddamento dovuto all'eccesso di combustibile, fin quando non si raggiunge la concentrazione corrispondente al limite superiore, ovvero l'UEL (Upper Explosion Limit), oltre il quale la polvere non viene innescata. Tuttavia, la determinazione sperimentale del limite superiore presenta notevoli difficoltà, in quanto è difficile verificare che la polvere sia dispersa in maniera uniforme all'interno della nube e che non si vi siano zone a bassa concentrazione; per questo motivo l'interesse nel conoscere il limite superiore è piuttosto scarso. Inoltre, in ambito industriale risulta molto raro che le polveri possano essere stabilmente presenti con concentrazioni maggiori rispetto al UEL in quanto hanno tendenza a sedimentare. Tuttavia, concentrazioni di questo tipo si possono raggiungere facilmente a causa della dispersione di strati di polvere precedentemente accumulati, ad esempio su qualche apparecchiatura di processo.

## 1.2 Parametri di esplosività delle polveri

Allo scopo di valutare i rischi legati alla presenza, nell'ambiente di lavoro, di certe tipologie di polveri dal punto di vista dell'esplosività, le normative definiscono alcuni parametri e le metodologie atte a valutarli. Alcuni di questi parametri sono finalizzati alla valutazione della violenza dell'esplosione, mentre, altri fanno riferimento alla facilità con la quale una determinata polvere possa essere innescata.

**Tabella 1.** Principali parametri di esplosività

Parametro	Unità di misura	Descrizione	Utilità
$P_{max}$	bar(g)	Pressione massima di esplosione in un volume costante	Contenimento Sfiato Soppressione Isolamento Inertizzazione
$(dP/dt)_{max}$	bar/s	Massima velocità di aumento di pressione in un volume di esplosione costante	Contenimento Sfiato Soppressione Isolamento Inertizzazione
$K_{st}$	bar · m/s	Indice di esplodibilità $K_{st} = \left(\frac{dP}{dt}\right)_{MAX} \cdot V^{\frac{1}{3}}$	Contenimento Sfiato Soppressione Isolamento Inertizzazione
MEC	g/m <sup>3</sup>	Concentrazione minima esplodibile	Controllo delle concentrazioni di polveri
MIE	mJ	Energia minima di innesco	Rimozione delle fonti di innesco Messa a terra
MIT	°C	Temperatura minima di accensione in nube	Controllo di processo e delle temperature delle superfici
LIT	°C	Temperatura minima di accensione in strato	Controllo di processo e delle temperature delle superfici
LOC	Volume %	Concentrazione limite di O <sub>2</sub> nell'atmosfera per la propagazione della fiamma attraverso la nube di polveri	Inertizzazione

### 1.2.1 Violenza dell'esplosione

I principali parametri utilizzati per quantificare la violenza di un'esplosione, da intendersi come magnitudo dell'evento, dovuta all'innesco di un determinato tipo di polvere, sono:

- la massima pressione di esplosione ( $P_{MAX}$ );
- l'incremento massimo di pressione nel tempo  $\left(\frac{dP}{dt}\right)_{MAX}$ ;
- l'indice di esplosività ( $K_{st}$ )

## **1.2.2 Sensibilità all'innescò**

Quanto una certa polvere sia semplice da innescare e quindi la sua sensibilità all'innescò è un aspetto che occorre accuratamente indagare nella fase di progettazione di apparecchiature industriali potenzialmente esposte ad atmosfere esplosive.

I parametri utili a valutare la sensibilità all'innescò di una nube di polvere sono:

- la temperatura minima di accensione in nube (MIT) o in strato (LIT);
- la concentrazione limite di ossigeno (LOC);
- la concentrazione minima esplodibile (MEC) e
- l'energia minima di ignizione (MIE).

### **1.2.1.1 Temperatura minima di accensione in nube (MIT)**

La temperatura minima di accensione in nube (MIT) è definita come “la più bassa temperatura di una parete calda interna ad un forno alla quale si verifica l'accensione in una nube di polvere nell'aria contenuta al suo interno” (EN 60079-14-2:2015). A temperature inferiori l'innescò può avvenire solo a causa di una sorgente esterna (ad es. fiamme o scintille). Le apparecchiature che la norma Europea 80079-20-2 (7) consente per la determinazione di questo parametro di infiammabilità sono la fornace di Godbert-Greewald e il forno BAM.

In termini di sicurezza, prevenzione e protezione, la MIT rappresenta una soglia di temperatura che non deve essere superata dalle superfici calde presenti nei luoghi di lavoro in cui possono essere presenti polveri combustibili che potrebbero dar luogo ad esplosioni.

Tuttavia, la temperatura minima di accensione non è un parametro intrinseco della polvere ma dipende dalla geometria della superficie calda e dallo stato dinamico della nuvola (4). Questo parametro è infatti fortemente correlato alla turbolenza iniziale della nuvola, in quanto, all'aumentare del tempo di permanenza della nube entro l'apparecchiatura di prova, e quindi al diminuire dell'intensità della turbolenza, si osserva una significativa riduzione della MIT (4).

La capacità di una certa polvere combustibile di raggiungere la temperatura di accensione è chiaramente legata ai fattori che determinano la velocità di trasferimento di calore e all'equilibrio tra la generazione di calore e la perdita di energia nella miscela (8). Per questo motivo per la determinazione di questo parametro di infiammabilità occorre sicuramente considerare determinate proprietà fisiche della polvere come ad esempio la distribuzione granulometrica.

### **1.2.2.2 Temperatura minima di accensione in strato (LIT)**

La temperatura minima di innescò in strato, indicata con l'acronimo LIT (Layer minimum Ignition Temperature), è la temperatura alla quale una polvere disposta in strato su una piastra riscaldata si accende spontaneamente.

### **1.2.2.3 Concentrazione limite di ossigeno (LOC)**

La concentrazione limite di ossigeno (LOC) è la minima percentuale in volume di ossigeno contenuto nell'atmosfera dell'impianto che può provocare un'esplosione. Al di sotto di tale soglia, la quantità di ossigeno non è più sufficiente a sostenere la combustione. L'individuazione del LOC

rappresenta un fattore di massima importanza per quanto riguarda la possibilità di prevenire un'esplosione per mezzo della tecnica di inertizzazione.

#### **1.2.2.4 Concentrazione minima esplosibile (MEC)**

La concentrazione minima esplosibile (MEC) rappresenta il valore limite, caratteristico del tipo di sostanza, che determina la quantità minima di polvere per unità volume in grado di propagare una deflagrazione attraverso una miscela ben dispersa di polvere e aria nelle condizioni di prova specificate (ASTM E1515-14 o EN 14034-3:2006).

La concentrazione minima esplosibile è un parametro ampiamente utilizzato nella progettazione di apparecchiature di processo e sistemi di prevenzione (8) e la normativa prevede che questo parametro venga determinato nella sfera da 20 litri. Entro questa apparecchiatura viene disperso il campione da testare e dopo uno specifico tempo di ritardo viene attivato l'innesco. Si comincia testando  $100 \text{ g/m}^3$  di polvere (concentrazione determinata come quantità di polvere utilizzata diviso per il volume dell'apparecchiatura) e se questa è in grado di produrre una deflagrazione la curva della variazione di pressione nel tempo viene registrata e successivamente la concentrazione viene ridotta finché non si registra quella tale da non innescare la miscela. Viceversa, se alla concentrazione testata la miscela non è in grado di innescarsi, la concentrazione da testare va aumentata in step da  $100 \text{ g/m}^3$  fino a quando non si registra l'ignizione.

Dalla metodica di determinazione di questo parametro si può evincere come la MEC dipenda dal grado di uniformità della dispersione di polvere, dall'energia dell'innesco e dai criteri di propagazione. La sfera da 20 litri, infatti, può essere opzionalmente dotata di sonde ottiche utili a monitorare l'uniformità della polvere nella camera di dispersione.

Va infine ricordato che i risultati dei test di misura della MEC si basano sull'assunzione di omogeneità della nube di polvere.

#### **1.2.2.5 Energia minima di innesco (MIE)**

Un altro parametro utilizzato per valutare la sensibilità all'innesco di una nuvola di polvere è l'Energia Minima di Innesco (MIE). Questo valore di energia è impiegato a livello industriale per la definizione dei rischi elettrostatici e per il dimensionamento delle apparecchiature a sicurezza intrinseca. La determinazione sperimentale della MIE viene eseguita in modo simile a quella della MEC (8). Entrambi questi parametri vengono infatti stimati realizzando una nuvola di polvere in un ambiente confinato entro il quale il materiale viene acceso, in condizioni controllate, per mezzo di un arco elettrico di energia nota. L'ambiente confinato è rappresentato da una camera di prova progettata in modo tale da produrre una nuvola di polvere che al momento dell'ignizione risulti quanto più possibile uniforme. Quindi, così come per la MEC, anche nella determinazione della MIE si assume che la nuvola di polvere realizzata entro la camera di prova sia omogenea. L'innesco utilizzato, che anche in questo caso viene attivato con un certo ritardo rispetto al tempo di dispersione, può essere di diverso tipo in base allo scopo della caratterizzazione e all'apparecchiatura disponibile; tuttavia è frequente l'utilizzo di una scarica elettrica prodotta da un condensatore. Gli elettrodi impiegati sono generalmente in tungsteno, acciaio inossidabile, ottone, o grafite e solitamente sono posti ad una distanza di 6 mm (9). Le apparecchiature più utilizzate per la determinazione della MIE sono il tubo di Hartmann modificato, tipicamente da 0,5 o 1,2 litri, e la sua variante commerciale nota come Mike 3.

La MIE corrisponde al minimo valore di energia elettrica necessario per l'accensione della nuvola di polvere in specifiche condizioni di prova (ASTM E2019-03, IEC STANDARD: 1241-2-3, UNI EN 13821). In realtà, l'energia minima di innesco di una polvere combustibile in miscela con aria indica l'intervallo di energia compreso tra il valore più basso a cui si è verificata l'accensione ( $E_2$ ) e il valore per cui, in un certo<sup>1</sup> numero di esperimenti successivi, non si osserva alcuna accensione ( $E_1$ ):  $E_1 < MIE < E_2$ . Tuttavia, a scopo semplificativo, spesso con energia minima di accensione si indica solo il limite inferiore ( $E_1$ ) (10).

Il verificarsi dell'accensione in questo test è stabilito mediante osservazione visiva della propagazione della fiamma, che deve estendersi fino ad una distanza di circa 5 cm dall'innesco, per poter registrare l'avvenuta accensione. Se per la quantità di polvere testata, l'accensione non avviene la prova va ripetuta un certo numero di volte, a parità di condizioni, prima di poter registrare il risultato di non innesco. Lo standard ASTM E789 - 95 prevede che i test di esplosività siano normalmente eseguiti con concentrazioni di polvere di 100, 200, 500, 1000 e 2000 (g/m<sup>3</sup>).

La procedura di determinazione della MIE prevede diverse prove, effettuate variando di volta in volta un parametro (concentrazione di polvere, energia della scintilla e facoltativamente il ritardo di accensione) e mantenendo costanti gli altri due.

Oltre ai suddetti, altri fattori che influenzano i valori della MIE, per una data polvere, sono (11):

- il metodo di dispersione, che a sua volta è influenzato da fattori come forma e dimensione dell'ugello dispersore;
- le caratteristiche della scintilla come durata ed energia, derivanti dai parametri elettrici legati alla progettazione dei circuiti come ad esempio valori di capacità, induttanza e resistenza;
- la distribuzione granulometrica della polvere utilizzata per la prova.

In particolare, il ritardo di accensione e il metodo di dispersione hanno influenza sulla turbolenza, sulla concentrazione reale e distribuzione delle particelle di polvere nello spazio tra gli elettrodi al momento della scintilla. A proposito del metodo di dispersione si evidenzia come la normativa non sia omogenea, infatti la IEC 61241-2-3 non specifica alcun vincolo sul sistema di dispersione da utilizzare (12) mentre la norma EN 13821 (13) specifica che la dispersione di polvere deve essere realizzata mediante un getto d'aria a 7 bar (g). Differenze che chiaramente hanno effetto sia sulla turbolenza della nube che sulla concentrazione reale e distribuzione delle particelle nella zona di innesco e che quindi forniscono differenti valori dell'energia minima di innesco.

Alcuni autori (11) hanno confrontato i valori di MIE ottenuti utilizzando due differenti apparecchiature standardizzate: il Mike 3 e il tubo di Hartmann ed hanno osservato che generalmente il Mike 3 fornisce valori di MIE uguali o inferiori rispetto a quelli ottenuti col tubo di Hartmann. Queste differenze possono modificare la classificazione dei campioni in base alla loro sensibilità all'innesco.

Nifuku e Katoh (14) hanno studiato l'influenza della distribuzione granulometrica delle particelle sulla MIE e concludono che il suddetto parametro diminuisce al diminuire delle dimensioni delle particelle, in quanto una stessa quantità di polvere avrà superficie specifica maggiore. Gli stessi autori hanno anche riportato la dipendenza della MIE dalla concentrazione

---

<sup>1</sup> Secondo UNI EN 13821 applicata al Mike 3, il risultato di non accensione deve essere registrato, se la nuvola non si accende in 10 tentativi successivi, mentre l'IEC 1241-2-3 che si applica ai test condotti nel tubo di Hartmann richiede 20 tentativi successivi. Ciò può chiaramente influire sul risultato di un test MIE sia perché l'innesco è un fenomeno casuale per cui ad un minor numero di tentativi corrisponde una maggiore incertezza sui risultati sia perché effettuare un maggior numero di tentativi senza ripulire l'apparecchiatura può comportare sia una variazione della distribuzione granulometrica che la dispersione del campione al di fuori della camera di prova

di polvere nell'area dell'innesco concludendo che la condizione affinché l'accensione si propaghi all'interno della nuvola di polvere è dettata dal fatto che la distanza tra le particelle sia sufficientemente piccola (15).

Randberg ed Eckhoff (16) puntualizzano che a causa della difficoltà di sincronizzare l'innesco e la concentrazione ottimale, i risultati dei test di MIE condotti in laboratorio non sono realmente rappresentativi delle condizioni che possono verificarsi in ambito industriale.

### **1.3 Fattori che influenzano la sensibilità all'innesco e la violenza delle esplosioni delle nuvole di polvere**

Come illustrato nel paragrafo precedente (1.2), i parametri di esplosività nonostante siano ottenuti con metodi di prova standard sono influenzati da diversi fattori. Pertanto, chiarire come questi ultimi influiscano sui risultati sperimentali dei test di infiammabilità è fondamentale non solo al fine di garantire l'applicabilità dei suddetti parametri in ambito di sicurezza ma anche per interpretare quelli ottenuti sempre con metodi standard ma secondo normative differenti.

Tutto ciò rappresenta una sfida complessa in quanto questi fattori sono interdipendenti e possono combinarsi in moltissimi modi durante l'esecuzione dei test di infiammabilità (4); pertanto è opportuno analizzarli in dettaglio.

Sicuramente le dimensioni delle particelle costituenti la nube di polvere sono il fattore che maggiormente incide sulla sensibilità all'innesco e sulla violenza dell'esplosione; tuttavia altri aspetti importanti sono (4):

1. Composizione chimica e umidità della polvere;
2. Composizione chimica, temperatura e pressione iniziali della fase gassosa;
3. Distribuzione granulometrica e forma delle particelle, che a loro volta incidono sulla grandezza dell'area superficiale specifica della polvere quando completamente dispersa;
4. Grado di dispersione, o di agglomerazione, delle particelle solide, che incide direttamente sull'effettiva superficie specifica disponibile per il processo di combustione della nuvola;
5. Concentrazione di polvere all'interno della nube reale;
6. Grado di turbolenza iniziale nella nuvola reale;
7. Possibilità di generazione di esplosioni indotte dalla turbolenza nella parte ancora incombusta della nuvola (per cui la posizione dell'innesco risulta un altro fattore importante);
8. Possibilità di distorsione del fronte di fiamma a causa di meccanismi diversi dalla turbolenza;
9. Possibilità di trasferimento significativo di calore (fortemente dipendente dalla temperatura della fiamma, che a sua volta dipende dalla natura chimica delle particelle).

Mentre i fattori 1, 2, 3 e 9 sono legati alle caratteristiche intrinseche dei materiali, i fattori da 4 a 8 sono influenzati dal reale processo di generazione della polvere e sviluppo dell'esplosione nell'impianto, ed a loro volta dipendono dalla natura del processo industriale e dalla geometria del sistema in cui brucia la nuvola di polvere.

Un altro parametro che può svolgere un ruolo decisivo nel corso dell'esplosione è la posizione del punto di innesco. Per lo stesso materiale, la variabilità dei suddetti fattori, si ripercuote sulla sensibilità all'innesco delle nuvole di polvere e sulla violenza della combustione. Questo quadro

complesso rappresenta una sfida costante nella progettazione di esperimenti atti a determinare i parametri di infiammabilità e nella corretta interpretazione dei risultati sperimentali.

In tabella 2 i suddetti fattori sono stati classificati in due categorie a seconda della dipendenza dal materiale o dal processo.

**Tabella 2.** Parametri che influenzano la sensibilità all'innesco e la violenza delle esplosioni delle nuvole di polvere (Modificata da Skjold (17))

Parametri che dipendono dal materiale		
Polvere combustibile	Proprietà fisiche	Distribuzione granulometrica Forma e porosità delle particelle Strato di ossidi (metalli), entalpia di fusione, entalpia di vaporizzazione, conducibilità termica, densità, capacità termica ecc
	Proprietà chimiche	Composizione chimica e calore di combustione Contenuto di umidità Contenuto di inerti Contenuto in componenti volatili
Gas ossidante	Proprietà fisiche	Pressione e temperatura iniziale Proprietà di trasporto (ad es. viscosità, conducibilità termica ecc.)
	Proprietà chimiche	Composizione chimica (inerti, ossigeno, ecc...) Umidità relativa

Parametri che dipendono dal processo		
Nuvola di polvere	Dispersione	Grado di dispersione o agglomerazione
	Concentrazione	Concentrazione nominale e reale della polvere Distribuzione spaziale delle dimensioni delle particelle nella nuvola
	Condizioni del flusso	Livello di turbolenza e campo di velocità Distribuzione spaziale e temporale della turbolenza
Confinamento	Grado di confinamento	Sviluppo dell'esplosione in un ambiente confinato Presenza di sfiati (confinamento parziale)
	Geometria	Volume e forma Presenza di ostacoli (oggetti che generano turbolenza)
	Altri fattori	Perdite di calore attraverso le pareti/ raffreddamento Accumulo di pressione Potenziali esplosioni secondarie
Fonte di innesco		Tipologia di innesco Energia (potenza, durata) Posizione e tempistiche della fonte di innesco

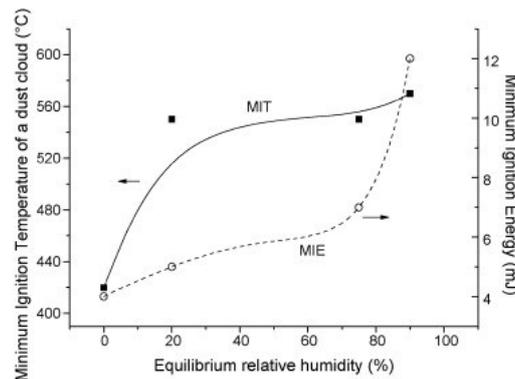
Tra i parametri elencati, quelli più utili nel corso di questo lavoro di tesi saranno brevemente discussi nei paragrafi a seguire.

### 1.3.1 Umidità della polvere

L'umidità del materiale ha forte influenza sia sulla sensibilità all'innesco che sulla violenza dell'esplosione delle nubi di polvere.

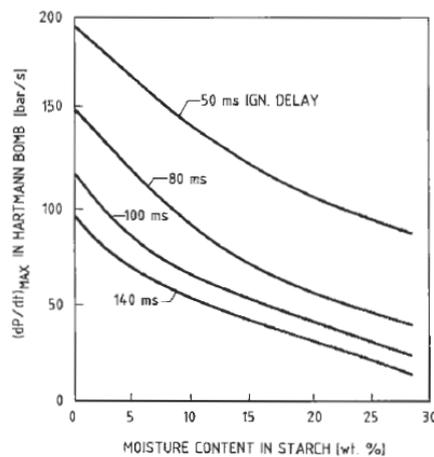
Per quanto riguarda la sensibilità all'innesco, è stato dimostrato che incide pesantemente sul valore di MIE (18), che aumenta all'aumentare del contenuto d'acqua; ne consegue che, se le misure di sicurezza sono basate sui valori di MIE ottenuti con una polvere ad una certa umidità è essenziale che il suddetto contenuto di umidità non si riduca (4). L'influenza sulla MIT in genere è invece meno marcata.

A titolo di esempio, in figura 4 sono riportati gli andamenti di MIT e MIE in funzione dell'umidità relativa ottenuti da Traoré e altri (19) per lo stearato di magnesio.



**Figura 4:** Influenza dell'umidità su MIT e MIE (Da da Traoré e altri (19))

Per quanto, invece, riguarda la violenza dell'esplosione, dalle curve ottenute da Eckhoff e Mathisen (20) (Figura 5) è possibile notare che all'aumentare del contenuto in acqua la massima velocità di aumento di pressione si riduce.



**Figura 5:** Influenza dell'umidità sulla massima velocità di aumento di pressione (Da Eckhoff (4))

Inoltre, la massima velocità di aumento di pressione diminuisce all'aumentare del tempo di ritardo. Quest'ultimo è un importante parametro che si utilizza per tener conto dello stato di turbolenza della nuvola di polvere al momento dell'innesco (vedi paragrafo 1.3.4). Il ruolo dell'umidità nel ridurre sia la sensibilità all'innesco che la violenza dell'esplosione delle nuvole di polvere è legato a più fattori che sono stati ben evidenziati da Cross e Farrer (21) e da Eckhoff (4).

Innanzitutto, si verifica una diminuzione del calore di reazione in quanto parte del calore totale viene sottratto per il riscaldamento e l'evaporazione dell'acqua.

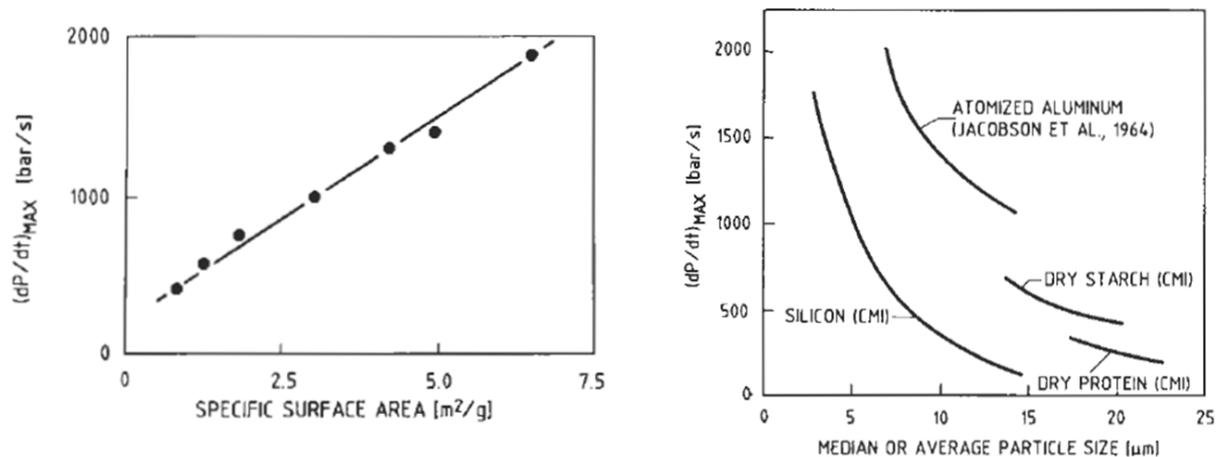
In secondo luogo, il vapore acqueo si mescola ai gas di pirolisi delle polveri organiche, nella zona di preriscaldamento dell'onda di combustione, rendendo la miscela meno reattiva. Infine, l'umidità aumenta la forza di coesione interparticellare della polvere favorendone l'agglomerazione e rendendo più difficile la dispersione in particelle primarie.

Nonostante quanto appena descritto, l'umidità è considerata un fattore determinante nei test di infiammabilità solo quando l'umidità ambientale è superiore al 30% (22) (23)

### 1.3.2 Distribuzione granulometrica (PSD)

Sebbene comunemente si parli di “dimensione delle particelle di polvere”, in genere riferendosi al valore medio del diametro di particelle assunte sferiche, ciò che più interessa non è la dimensione media ma la reale distribuzione delle loro dimensioni. Infatti, nella maggior parte dei casi le polveri non sono mono-disperse, cioè caratterizzate da particelle di uguali dimensioni ma presentano distribuzioni dimensionali abbastanza ampie.

I test per la valutazione dei parametri di esplosività devono pertanto essere effettuati su campioni di polveri aventi distribuzione dimensionali abbastanza limitate, ottenibili mediante operazioni di setacciatura. Ciò è necessario poiché, come già detto al paragrafo 1.1, la diminuzione delle dimensioni delle particelle, che a parità di massa porta ad avere un'area superficiale più ampia, fa sì che il comportamento delle polveri sia più reattivo. A tal proposito in figura 6 due grafici mostrano l'influenza delle dimensioni delle particelle sulla “violenza dell'esplosione”, espressa attraverso la massima velocità di aumento di pressione. Nella figura 6 (a sinistra) le dimensioni sono rappresentate attraverso l'area superficiale specifica. In entrambi i casi, come già noto, la massima velocità di aumento di pressione aumenta al diminuire delle dimensioni delle particelle.

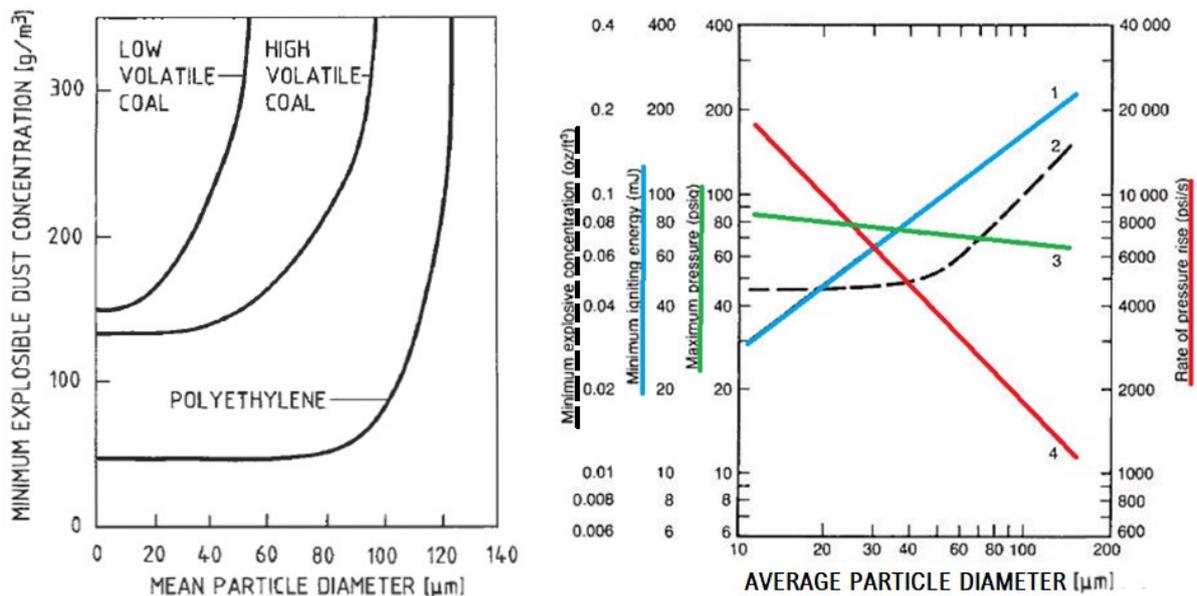


**Figura 6:** (A sinistra) Influenza dell'area superficiale specifica per una polvere di alluminio sulla massima velocità di aumento di pressione in un recipiente standard ISO da 1 m<sup>3</sup> (Da Eckhoff (4))  
(A destra) Massima velocità di aumento di pressione in bomba di Hartmann per diverse polveri in funzione della dimensione media delle particelle (Da Eckhoff (4))

Quindi utilizzare polveri la cui distribuzione granulometrica non è nota, o comunque troppo ampia, causerebbe una valutazione dei parametri di esplosività erronea o quantomeno fuorviante.

La valutazione dei parametri standard viene solitamente eseguita prendendo in considerazione la dimensione media delle particelle del campione di polvere anche se, come detto sopra,

un'analisi dettagliata dovrebbe considerare le deviazioni della PSD così da tener conto di quanto queste deviazioni possano incidere sui parametri di esplosività.



**Figura 7:** (A sinistra) Influenza del diametro medio della particella sulla MEC per tre diverse polveri in un recipiente da 20 litri USBM (Da Eckhoff (4))  
(A destra) Effetto della dimensione delle particelle su alcuni parametri di infiammabilità per alluminio atomizzato (Da Lees con modifiche (23))

In figura 7 sono riportati alcuni esempi che mostrano le variazioni di alcuni dei principali parametri di esplosività (MEC, MIE,  $P_{max}$ ,  $(dp/dt)_{max}$ ) in funzione delle dimensioni delle particelle.

In seguito (1.3.3), si osserverà che la distribuzione granulometrica è influenzata dalla dispersione e che le caratteristiche della nuvola di polvere possono influire sul comportamento della miscela durante la determinazione dei parametri di esplosività. Soprattutto nei processi di dispersione di intensità più elevate, la PSD della polvere tal quale non corrisponde a quella della polvere sospesa.

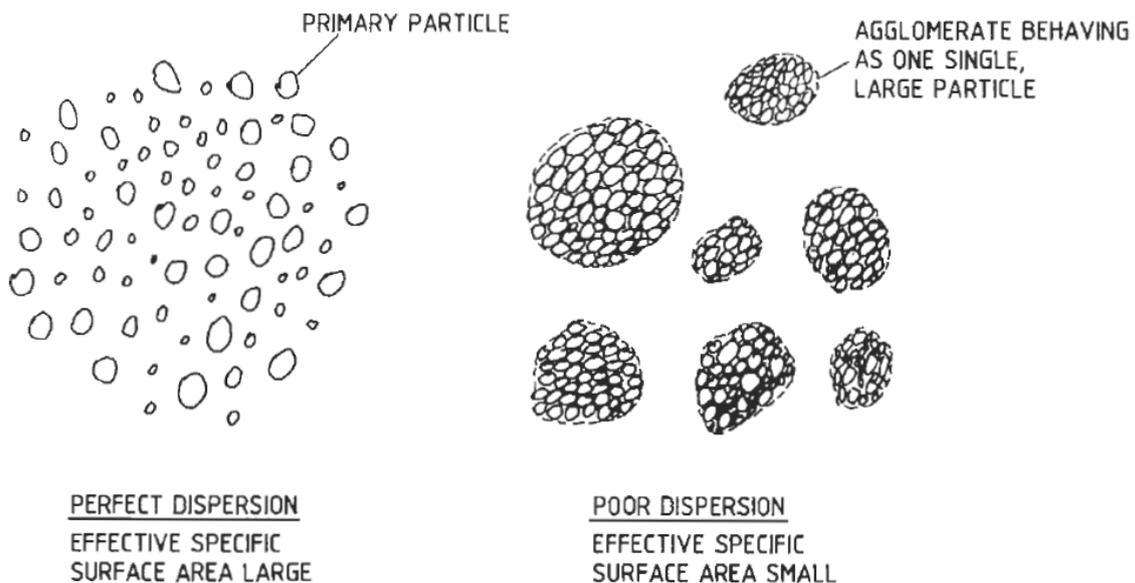
Le caratteristiche della nuvola di polvere, a causa degli effetti delle interazioni gas-particella, possono favorire o ridurre la presenza di particelle fini. Pertanto, sia i fenomeni di trasporto di massa che di energia sono influenzati dal processo di dispersione. Inoltre, poiché i fenomeni di trasporto, condizionati dalla distribuzione granulometrica, a loro volta hanno influenza sui meccanismi di combustione dei materiali solidi è sicuramente fondamentale, nello sviluppo dei test di infiammabilità, conoscere la PSD e la sua variazione.

Inoltre, bisogna chiedersi quale metodo, fra quelli a disposizione, fornisce la distribuzione dimensionale più coerente con quella della nube di polvere che realmente può essere generata in un impianto industriale. I diversi metodi per valutare la PSD possono fornire informazioni diverse: ad esempio, la setacciatura a secco di polveri molto fini e coesive può portare ad una PSD più grossolana di quella della stessa polvere valutata attraverso un metodo di dispersione in liquido.

### 1.3.3 Grado di dispersione o di agglomerazione

Via via che le dimensioni delle particelle si riducono, le forze interparticellari assumono un ruolo sempre più importante rispetto alle forze di gravità; in una data situazione reale, la polvere in una nuvola potrebbe non essere necessariamente dispersa sotto forma di particelle primarie, ma piuttosto di agglomerati più grandi o grumi. (4) In questi casi la dimensione effettiva delle particelle è quindi maggiore, e la superficie specifica reale inferiore a quella che si avrebbe se ad essere disperse fossero le particelle primarie. Un agglomerato stabile si comporta come una singola particella avente le dimensioni dell'agglomerato. Pertanto, l'osservazione di tempi di combustione relativamente lunghi per particelle apparentemente piccole è stata spiegata grazie agli esperimenti di Bryant del 1973 (24) (4).

L'autore ha studiato il grado di agglomerazione delle particelle di carburo di boro con diametri inferiori ad  $1\ \mu\text{m}$ , quando disperse come nuvola in un gas. Egli ha osservato che la dimensione media effettiva delle "particelle" (agglomerati) variava in funzione della pressione di iniezione: alla pressione di 3,5 bar il diametro medio delle "particelle" nella nuvola era pari a  $6,2\ \mu\text{m}$ ; mentre a 7 bar lo stesso risultava pari a  $3,5\ \mu\text{m}$ . Il grado di agglomerazione della polvere è definito come il rapporto tra il diametro di collisione degli agglomerati e il diametro delle particelle primarie.

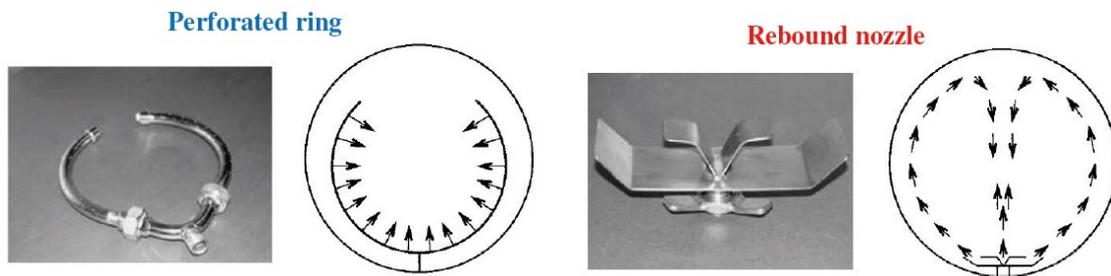


**Figura 8:** Nuvola di polvere perfettamente dispersa (a sinistra) e nuvola costituita da agglomerati di dimensioni molto più grandi di quelli delle particelle primarie (a destra) (Da Eckhoff (4))

Yamamoto e Suganuma (25) hanno ulteriormente studiato il fenomeno e osservato che la distribuzione granulometrica viene sistematicamente spostata verso dimensioni inferiori man mano che il processo di dispersione diventa più efficace, cioè all'aumentare della velocità dell'aria iniettata attraverso l'ugello.

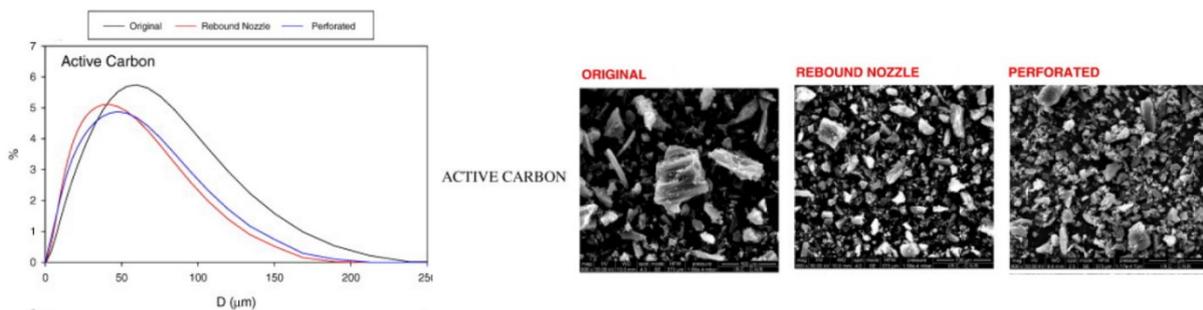
Il grado di agglomerazione di una certa polvere, quando dispersa in nuvola, dipende fortemente dall'intensità del processo di dispersione pertanto la distribuzione dimensionale di un materiale può variare significativamente durante il processo di dispersione e, in particolare, è fortemente determinata dal sistema disperdente. A tal proposito, Sanchirico e altri (26) hanno confrontato le distribuzioni dimensionali di 6 tipologie di polveri (licopodio, acido nicotinic, acido

ascorbico, antrachinone, carbone attivo e paracetamolo) prima e dopo la dispersione effettuata in una sfera da 20 litri e utilizzando due ugelli di dispersione differenti (figura 9).



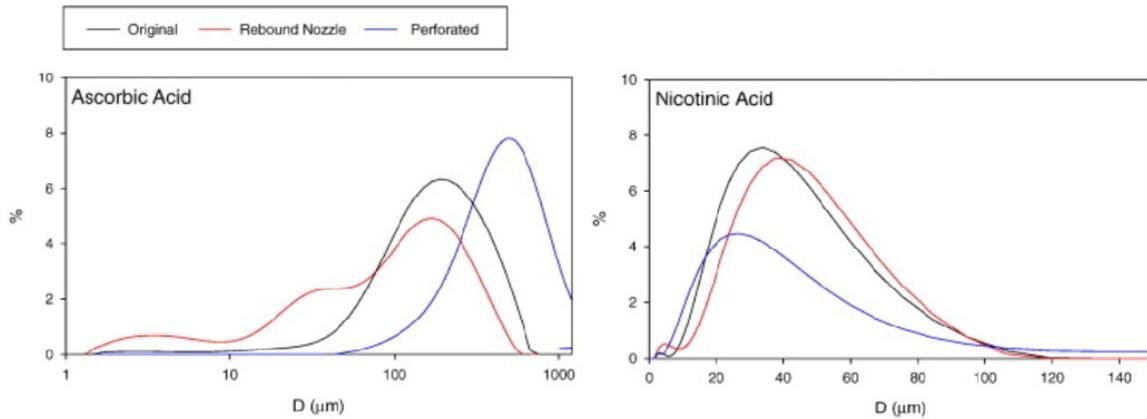
**Figura 9:** (A sinistra) Perforated dispersion ring. (A destra) Rebound nozzle (Da Murillo (8))

Nel lavoro di Sanchirico e altri (26) citato in precedenza, ciascun campione, al termine della dispersione, è stato raccolto al fondo della sfera, facendo attenzione a non perderne mai più del 20% in massa, e ne è stata determinata la PSD mediante granulometro laser, inoltre i campioni raccolti sono stati osservati con un microscopio elettronico a scansione (SEM). A seguire sono riportate quattro delle sei distribuzioni granulometriche ottenute dagli autori. In tutti casi, eccetto per il licopodio, è stato possibile osservare una variazione significativa della distribuzione granulometrica a seguito della dispersione con le due tipologie di ugello.



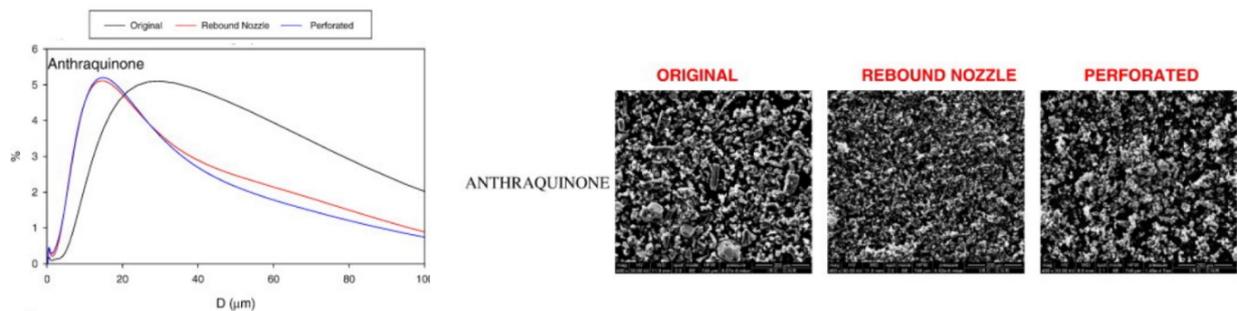
**Figura 10:** (A sinistra) Curve di distribuzione granulometrica per il carbone attivo (Da Sanchirico e altri (26)) (A destra) Immagini SEM del carbonio attivo originale e dei campioni dispersi attraverso le due tipologie di ugello (Da Sanchirico e altri (26))

In figura 11 è possibile notare che nel caso dell'acido ascorbico è il “rebound nozzle” a favorire il processo di disgregazione, che mediamente porta ad avere particelle più piccole, mentre per l'acido nicotinico la disgregazione è favorita dall’utilizzo del “perforated dispersion ring”.



**Figura 11:** (A sinistra) Curve di distribuzione granulometrica per l'acido ascorbico (Da Sanchirico e altri (26))  
(A destra) Curve di distribuzione granulometrica per l'acido nicotinico (Da Sanchirico e altri (26))

Per alcune polveri come l'antrachinone, la PSD cambia durante la dispersione rispetto a quella originaria, ma resta sostanzialmente costante al variare della tipologia di ugello (figura 12).



**Figura 12:** (A sinistra) Curve di distribuzione granulometrica per l'antrachinone  
(A destra) Immagini SEM del campione originale e dei campioni dispersi attraverso le due tipologie di ugello (Da Sanchirico e altri (26))

Le polveri costituite da particelle molto piccole sono difficili da disperdere, in particolare in un gas e in generale, la tendenza delle polveri ad agglomerarsi cresce col diminuire delle dimensioni delle particelle.

### 1.3.4 Turbolenza e ritardo di accensione $t_v$

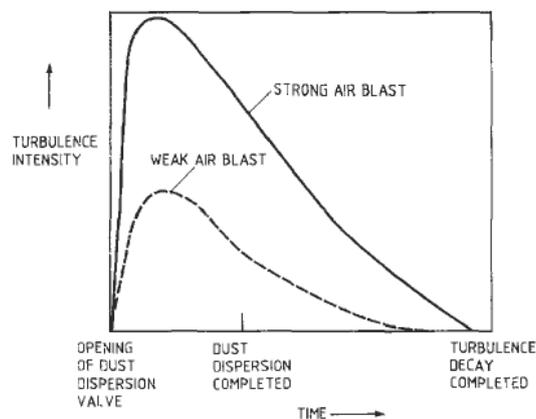
Con turbolenza, in questo contesto, si intende uno stato interno di rapido movimento, più o meno casuale dei piccoli elementi della nuvola di polvere l'uno rispetto all'altro nelle tre dimensioni. (4)

Nel contesto delle esplosioni di polvere, la turbolenza dei flussi multifase associata alle esplosioni si considera scomponibile in due tipologie che differiscono per la loro origine: la prima, definita "iniziale" o anche "pre-ignizione", è la turbolenza che si genera fra l'inizio della dispersione e l'ignizione della nuvola; la seconda tipologia, anche detta "turbolenza post-accensione", è quella generata dalla propagazione della fiamma a partire dal momento dell'innesco, causata dall'esplosione stessa, ed avviene nella porzione incombusta della nuvola

di polvere. Questa tipologia di turbolenza dipende quindi dalla velocità del flusso e dalla geometria del sistema (4).

La turbolenza iniziale è quella della nube di polvere che nei processi industriali può essere generata da mulini a getto d'aria, miscelatori, cicloni, filtri a maniche, tubazioni per il trasporto pneumatico, elevatori a tazze ecc., mentre nei test di laboratorio viene realizzata attraverso l'iniezione d'aria.

Nel primo stadio della turbolenza, il flusso è caratterizzato dalle condizioni che causano la formazione della nuvola di polvere, quindi sostanzialmente dalla geometria dell'impianto (volume di confinamento), dalla pressione e disposizione del flusso di iniezione. Queste condizioni hanno influenza sulla distribuzione degli "eddies turbolenti" (27). Come evidenziato in figura 13 i fattori che maggiormente incidono sulla turbolenza iniziale sono la pressione di iniezione dell'aria e il tempo di ritardo.



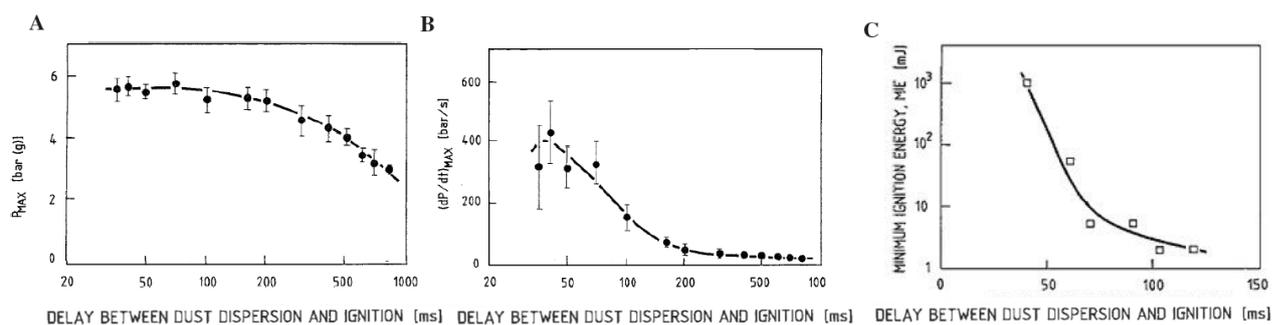
**Figura 13:** Generazione e decadimento della turbolenza iniziale della polvere in un'apparecchiatura chiusa (Da Eckhoff (4))

Infatti, è noto che, l'intensità della turbolenza prodotta dal processo di dispersione diminuisce nel tempo, a partire dal momento della dispersione, quindi all'aumentare del ritardo di accensione si osserverà un grado di turbolenza minore, riscontrabile dalla variazione di alcuni parametri di esplosività.

E' stato osservato che la turbolenza ha effetti contrapposti sull'infiammabilità di un determinato tipo di polvere: infatti, è noto che, una nuvola turbolenta brucia più rapidamente di una fiamma laminare che propaga in una nuvola quiescente, ma innescare una nuvola turbolenta è più complesso poiché la turbolenza incrementa la velocità di trasferimento di calore, rimuovendolo rapidamente dalla zona di accensione e pertanto innescare una nuvola turbolenta richiede una MIE o MIT superiore a quella necessaria all'accensione di una nuvola quiescente.

Gli effetti della turbolenza iniziale sui parametri di infiammabilità di una polvere combustibile sono evidenti dall'analisi dei dati sperimentali, ottenuti considerando valori differenti del ritardo di ignizione. Come già accennato nei paragrafi precedenti, la maggior parte dei test standardizzati per la valutazione dei parametri di infiammabilità richiede la dispersione della polvere mediante iniezione d'aria e successivo innesco ad energia definita.

È inoltre possibile scegliere con quanto ritardo, rispetto al tempo a cui si inietta l'aria, far attivare l'innesco. Valori tipicamente utilizzati per questo parametro sono compresi fra 0,3 e 1s. Il fatto che, nelle fasi immediatamente successive alla dispersione, il flusso bifase abbia turbolenza elevata e che col tempo questa si esaurisca è riscontrabile in esperimenti condotti, nelle stesse condizioni sperimentali, variando solo il tempo di innesco.



**Figura 14:** Influenza della turbolenza iniziale sui parametri di infiammabilità per una nuvola di polvere di licopodio (Da Murillo (8) )

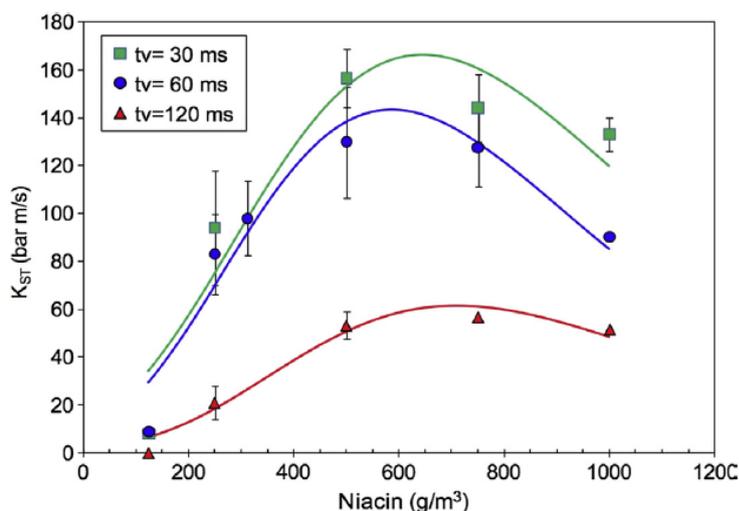
**A)** Pressione massima di esplosione **B)** Massima velocità di aumento di pressione **C)** Energia minima di ignizione

Le figure 14 A e 14 B mostrano che la violenza dell'esplosione della polvere di licopodio, misurata in una bomba di Hartmann da 1,2 litri, si riduce all'aumentare del tempo di ritardo, cioè al diminuire della turbolenza iniziale. Mentre la velocità massima di aumento della pressione risulta già drasticamente ridotta entro i primi 200 ms, passando da 430 bar/s a 50 bar/s, al contrario la  $P_{max}$  a bassi valori del ritardo di accensione varia molto poco per poi diminuire quando il ritardo di accensione supera i 200 ms a causa del fatto che, per valori così elevati del ritardo di accensione, la polvere in sospensione ha iniziato a sedimentare ancor prima dell'attivazione dell'innesco.

Nella figura 14C, è rappresentato l'andamento della MIE del licopodio al variare del ritardo di ignizione: l'energia minima di accensione diminuisce all'aumentare del ritardo.

Quanto appena detto induce a considerare l'importanza di selezionare un tempo di ritardo adeguato nei test per la determinazione dei parametri standard, basato sull'identificazione del momento della dispersione tale da garantire l'acquisizione dei parametri più conservativi. Le apparecchiature di prova standardizzate impiegano un livello specifico di turbolenza mirato ad ottimizzare l'uniformità della concentrazione di polvere, pertanto gli scostamenti da queste condizioni sono sconsigliati, così come l'utilizzo dei dati così determinati. Una descrizione del flusso bifasico associato alla nuvola di polvere può essere effettuata sia sperimentalmente (come descritto al capitolo 3) che con metodi computazionali ed è utile per tentare di misurare e modellare il decadimento della turbolenza indotto dalla dispersione e avere dunque un'adeguata conoscenza degli effetti della suddetta sulle esplosioni. Ciò è fondamentale anche da un punto di vista industriale, infatti le equazioni per il dimensionamento degli sfiati si basano sui parametri di esplosività  $P_{max}$  e  $K_{St}$  determinati secondo i protocolli di prova standardizzati. Ciò, come detto, implica un livello di turbolenza specifico che, se modificato, invalida la procedura del test sperimentale e l'area di sfiato calcolata tramite quello non necessariamente sarà adeguata.

Non è raro che i valori del ritardo di accensione e della pressione di iniezione siano in disaccordo con le esigenze specifiche dei test e ciò provoca un accordo insufficiente tra le caratteristiche delle nuvole generate nelle prove di laboratorio e quelle che si sviluppano in ambito industriale. Per questo motivo, i parametri di infiammabilità determinati sperimentalmente sono da considerarsi solo indicativi per la progettazione di misure di sicurezza del processo (28).



**Figura 15:** Influenza del tempo di ritardo di accensione sulla velocità di aumento della pressione per della polvere di niacina in una camera di Siwek da 20 litri e energia di accensione di 10 kJ (Da Sanchirico, Di Benedetto, Garcia-Agreda, Russo (29))

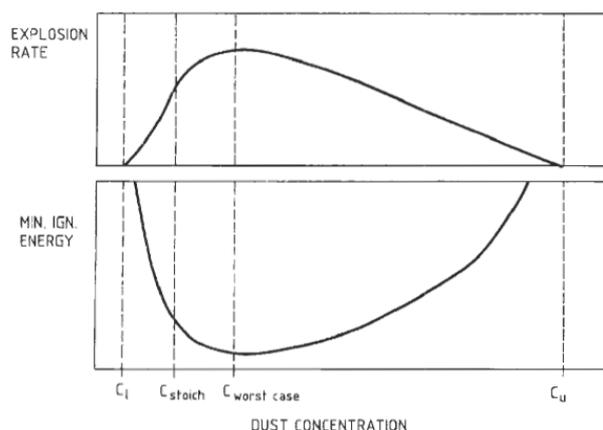
Poiché la turbolenza è fortemente legata agli effetti di miscelazione e può variare sia nello spazio che nel tempo, all'interno di una nuvola di polvere possono verificarsi anche variazioni locali di concentrazione. In una nuvola di polvere turbolenta le concentrazioni di polvere locale variano in modo irregolare nel tempo, a causa del movimento irregolare delle particelle (4).

L'andamento del  $K_{ST}$ , quindi della massima velocità di aumento di pressione, in funzione della concentrazione e del tempo di ritardo, come quello mostrato in figura 15, dipende sia dalla variazione della turbolenza sia dal modo in cui la polvere sedimenta e quindi dalla variazione della concentrazione.

La turbolenza iniziale ha anche un effetto significativo sulla PSD, infatti accresce le sollecitazioni esercitate dal flusso del fluido sulla superficie degli aggregati che causano frammentazione e agglomerazione attraverso le collisioni, in base anche alle proprietà chimico-fisiche della polvere (es. coesione e distribuzione granulometrica). Pertanto, la distribuzione granulometrica dovrebbe essere determinata non solo sulla polvere raccolta dopo un test di dispersione, ma anche in situ. In questo modo è possibile stabilire la relazione diretta tra il ritardo di accensione (turbolenza) e le proprietà fisiche della polvere, nonché la loro influenza sulla valutazione del pericolo di esplosione. Inoltre, gli "eddies" che si generano all'interno della camera di misura comportano un'elevata segregazione della polvere nelle diverse regioni del contenitore. Il che, nuovamente, mette in discussione l'ipotesi di omogeneità fatta per la valutazione standardizzata dei parametri di esplosività.

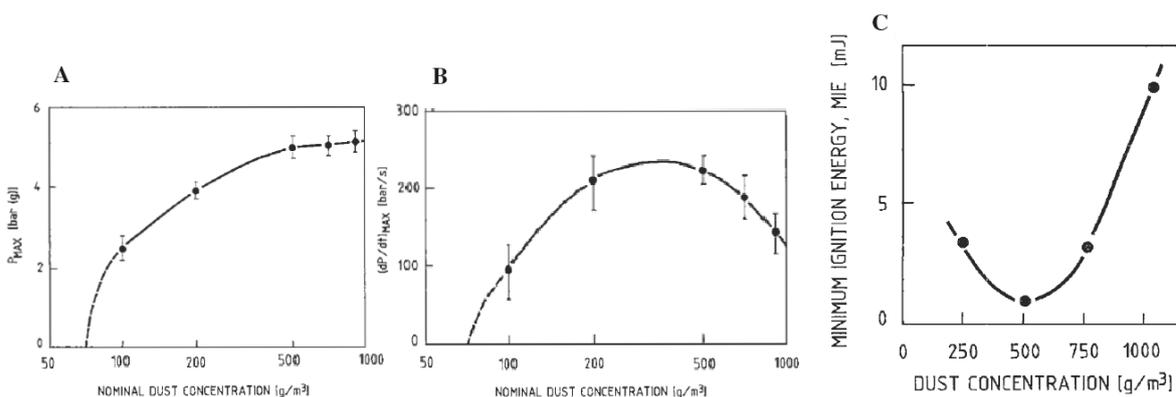
### 1.3.5 Concentrazione della polvere

All'interno del range di concentrazione esplosibile né la sensibilità all'innesco né la velocità di esplosione sono costanti. Andamenti tipici di queste caratteristiche, rappresentate mediante due parametri, cioè  $\left(\frac{dP}{dt}\right)_{MAX}$  e MIE in funzione della concentrazione di polvere sono mostrati in figura 16.



**Figura 16:** Tipiche variazioni di  $(dP/dt)_{max}$  e MIE in funzione della concentrazione di polvere all'interno dell'intervallo di esplosività (Da Eckhoff (4))

Nella figura 16,  $C_l$  indica il valore della minima concentrazione esplosibile (MEC);  $C_{stoich}$  indica la concentrazione stechiometrica,  $C_{worst\ case}$  è la concentrazione oltre la quale si verifica un effetto di raffreddamento dovuto all'eccesso di combustibile, fin quando non si raggiunge la concentrazione corrispondente al limite superiore, ovvero l'UEL (Upper Explosion Limit).



**Figura 17:** Influenza della concentrazione sui parametri di infiammabilità (Da Eckhoff (4))

- A) Influenza della concentrazione sulla massima pressione di esplosione ( $P_{MAX}$ ) in bomba di Hartmann per amido di mais (11% di umidità)
- B) Influenza della concentrazione sulla massima velocità di aumento di pressione ( $dP/dt_{MAX}$ ) in bomba di Hartmann per amido di mais (11% di umidità)
- C) Influenza della concentrazione media di polvere in un recipiente standard da  $1\ m^3$  sull'energia minima di innesco MIE

In figura 17A, si può osservare che la massima pressione raggiunge valori costanti per concentrazioni intorno ai  $500\ g/m^3$ , mentre l'andamento della massima velocità di aumento di pressione (figura 17B) raggiunge un picco intorno ai  $400-500\ g/m^3$  e diminuisce per valori maggiori. Per amido di mais, a basso contenuto di umidità, a pressione e temperatura ambiente, la MEC è pari a circa  $70\ g/m^3$ , mentre la concentrazione stechiometrica è circa  $235\ g/m^3$ . La concentrazione relativa al caso peggiore è di circa  $500\ g/m^3$  e il limite superiore di esplosività, probabilmente, si aggira intorno ai  $1500-2500\ g/m^3$ .

Come già accennato, la concentrazione di polvere è uno dei fattori maggiormente influenti nelle esplosioni che sono tanto più probabili quanto più è bassa la concentrazione minima esplosibile (MEC).

#### **1.4 Polverosità (Dustiness)**

Come detto nei paragrafi precedenti le caratteristiche, connesse alla sicurezza delle polveri, devono essere studiate sperimentalmente in accordo alle norme. Tuttavia, si è osservato che queste caratteristiche non sempre sono sufficienti a descrivere i rischi legati all'utilizzo di alcune polveri. Ad esempio, la tendenza di una polvere a formare nubi è indubbiamente una caratteristica importante in quanto polveri più difficili da sollevare possono ritenersi considerevolmente meno rischiose di quelle che invece vengono sospese con facilità e permangono in aria a lungo, dando luogo a nubi infiammabili.

La tendenza a permanere sospesa di una certa polvere non è semplice da “tradurre in caratteristica di sicurezza” in quanto dipende da numerosi fattori che sono stati identificati da Klippel e altri (30): 1) dimensione delle particelle; 2) superficie specifica delle particelle; 3) contenuto di umidità della polvere; 4) densità della polvere; 5) forma delle particelle; 6) processi di agglomerazione.

Questa tendenza di una polvere a formare nuvole è stata recentemente definita “polverosità” o dispersibilità (30). Questo concetto si basa sulla VDI 2263-Parte 9 (31) dell'Associazione degli Ingegneri Tedeschi (VDI), e stabilisce sei gruppi di polverosità; dove il gruppo 1 include le polveri che hanno una tendenza minima a rimanere sospese in aria mentre del gruppo 6 fanno parte quelle polveri con elevata tendenza a restare sospese e quindi a formare nubi.

## 2. Scopo della tesi

Da quanto accennato nei paragrafi precedenti, si evidenzia come l'analisi dei risultati sperimentali utilizzati per la determinazione dei parametri di esplosività sia completamente basata sul presupposto che la nuvola di polvere, formata entro la camera di prova, sia omogenea trascurando in qualche modo l'effetto della sedimentazione e in generale delle variazioni della concentrazione di polvere nel tempo che si hanno localmente nel volume della camera.

Come concentrazione rappresentativa per un determinato test si assume quella nominale, cioè quella determinata come rapporto fra massa di polvere totale e volume della camera. Tuttavia, realizzare una nuvola di polvere perfettamente omogenea in una qualsiasi apparecchiatura di prova è estremamente difficile, se non impossibile. In tutte le nuvole di polvere reali, la concentrazione è solo in una certa misura uniforme e la dispersione interessa sia particelle primarie che agglomerati. Pertanto, quella della misura della concentrazione di polvere reale in ambienti confinati, da distinguere dalla concentrazione nominale, è un'area su cui la ricerca si concentra da anni.

In quest'ottica, prendendo spunto dalla più recente letteratura, la parte sperimentale di questa tesi, mira ad ottimizzare un metodo, basato sull'utilizzo di sensori ottici, per valutare l'andamento nel tempo della concentrazione di polvere aerodispersa in punti caratteristici di un ambiente confinato in funzione del tempo. Nei diversi esperimenti, l'amido di mais sarà disperso nel sistema sperimentale in quantità e con pressioni di iniezione diverse poiché, è noto che la distribuzione della concentrazione di polvere in un ambiente confinato è strettamente connessa al sistema di dispersione e alle proprietà del materiale.

Sulla base di quanto sopra, in questo lavoro di tesi, dopo aver consultato alcuni lavori attinenti, saranno effettuate una serie di prove ed esperimenti mirati all'acquisizione di informazioni quantitative circa la variazione della concentrazione di polvere all'interno di una delle apparecchiature più utilizzate per condurre i test standard e cioè il tubo di Hartmann modificato.

I dati sperimentali acquisiti saranno elaborati utilizzando diversi sistemi di calcolo al fine di individuare quello più adatto a stabilire la durata del transitorio, inteso come periodo di tempo che intercorre dalla prima variazione significativa del segnale di intensità luminosa fino al momento in cui questo torna ad essere costante, e che quindi identifica il tempo in cui la nuvola di polvere permane entro la zona dell'apparecchiatura monitorata dai sensori.

Ciò è particolarmente utile in quanto il ritardo di accensione, da utilizzare nei test per la determinazione dei parametri standard, va selezionato attentamente in modo da riferirsi alle condizioni più conservative.

Si tenterà infine di stabilire eventuali correlazioni della durata del transitorio con i parametri sperimentali.



## 3. Letteratura

### 3.1 Metodi ottici per la misura della concentrazione

#### 3.1.1 Legge di Lambert-Beer

Sviluppata sulla base delle ricerche di Johann Heinrich Lambert e perfezionata in seguito da August Beer, la legge di Lambert-Beer è sicuramente una delle relazioni empiriche più utilizzate nella chimica analitica. Si tratta di una legge che correla la quantità di luce assorbita da una sostanza con la sua concentrazione, con la sua natura chimica e con lo spessore del mezzo attraversato. (32)

Quando una luce (poli - o monocromatica) colpisce una soluzione contenente una certa quantità di sostanza, perde parte della sua energia in modo direttamente proporzionale alla concentrazione della sostanza nella soluzione e allo spessore della soluzione da attraversare, il tutto corretto per un parametro, costante per ogni sostanza, detto coefficiente di estinzione molare.

$$A = \varepsilon_{\lambda} \cdot C \cdot \ell \quad (1)$$

Dove:

$A$  è l'assorbanza ed esprime la quantità di luce assorbita;

$C$  è la concentrazione della specie in esame (espressa generalmente in mol/l);

$\ell$  è il cammino ottico attraverso la soluzione (espresso in cm);

$\varepsilon_{\lambda}$  è un coefficiente caratteristico detto di estinzione molare, o assorbività molare (espresso in  $\text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ).

L'equazione (1) esprime la relazione lineare fra l'assorbanza e la concentrazione della specie da valutare, purché sia noto il coefficiente di estinzione molare.

Il valore di  $\varepsilon_{\lambda}$  viene assunto costante per una data sostanza a una data lunghezza d'onda, anche se può subire piccole variazioni con la temperatura.

In spettroscopia l'assorbanza è definita come l'opposto del logaritmo della trasmittanza e può essere calcolata:

$$\text{Trasmittanza} = T = \frac{I}{I_0} \quad (2)$$

$$\text{Assorbanza} = A = -\text{Log } T = -\text{Log } \frac{I}{I_0} \quad (3)$$

La correlazione lineare tra l'assorbanza e la concentrazione è verificata solo all'interno di un dato intervallo di concentrazioni, al di sopra del quale la linearità tra assorbanza e concentrazione può essere inficiata da fenomeni chimico-fisici. (32)

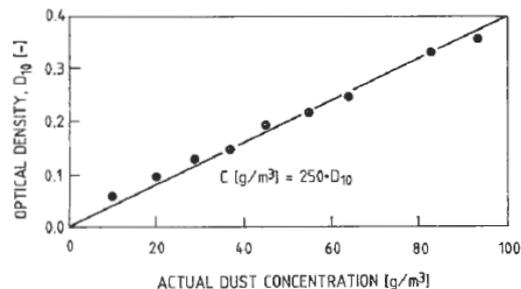
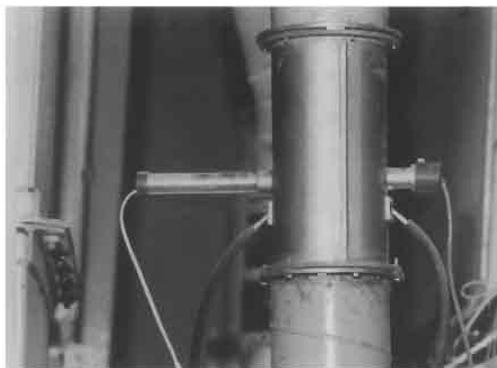
Tutti i dispositivi esposti nel paragrafo seguente (3.1.2) effettuano la misura della concentrazione basandosi su questa legge.

### 3.1.2 Dispositivi utilizzati per le misure di concentrazione

Così come nelle apparecchiature di laboratorio utilizzate per le prove standardizzate, anche all'interno delle attrezzature di processo la concentrazione di polvere può variare in modo difficilmente prevedibile. Riuscire a monitorare questo parametro è sicuramente di fondamentale importanza.

Ad esempio, infatti, una delle tecniche che si possono adottare per prevenire la formazione di nuvole di polvere potenzialmente esplosive è quella fondata sul mantenimento della concentrazione di polvere al di fuori dell'intervallo di esplosività.

Pertanto, perché si possa aspirare ad avere un certo grado di controllo della concentrazione entro un'apparecchiatura un requisito essenziale è che questa possa essere adeguatamente misurata (4). A tal fine tra i vari metodi, proposti e utilizzati, per la misura della concentrazione di polveri quelli risultati più adatti sono i cosiddetti metodi in-situ basati sull'attenuazione e diffusione di una radiazione (UV-VIS, IR).



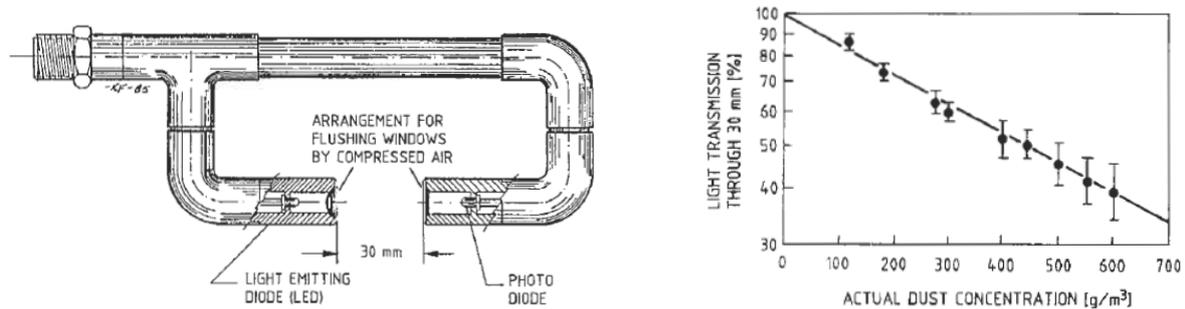
**Figura 18:** (A sinistra) Apparecchiatura per la misurazione della concentrazione di polvere basata attenuazione della luce montata in un condotto di un elevatore a tazze  
(A destra) Retta di taratura (Da Eckhoff (4))

In Figura 18 (sinistra) è rappresentata l'apparecchiatura, basata sull'attenuazione della luce, utilizzata per la misurazione della concentrazione di polvere sviluppata da Eckhoff e Fuhre nel 1975. Si tratta di una stazione di misura installata in un condotto di estrazione della polvere di un elevatore a tazze.

La sorgente luminosa è una lampada convenzionale da 12 V funzionante però a 4 V. Per misurare l'intensità della luce, trasmessa all'estremità opposta del diametro del condotto, sono stati utilizzati un fotoresistore e un circuito a ponte. Sia la lampada che la fotoresistenza erano protette dalla polvere tramite due finestre di vetro, montate a filo con la parete del condotto. Le finestre venivano mantenute pulite attraverso continui getti d'aria provenienti dai due tubi inclinati appena sotto la lampada e la fotoresistenza come mostrato in figura 18, a sinistra.

Il grafico (figura 18, a destra) mostra i dati di calibrazione per nuvole di polvere di grano (10% di umidità) in aria. La linearità degli stessi indica che la legge di Lambert-Beer, che mette in relazione l'intensità della radiazione assorbita con la concentrazione, è applicabile al sistema utilizzato.

Tra i primi ad utilizzare le sonde ottiche per misurare la concentrazione di nuvole di polvere sono stati Liebman, Cashdollar, e Conti (4).

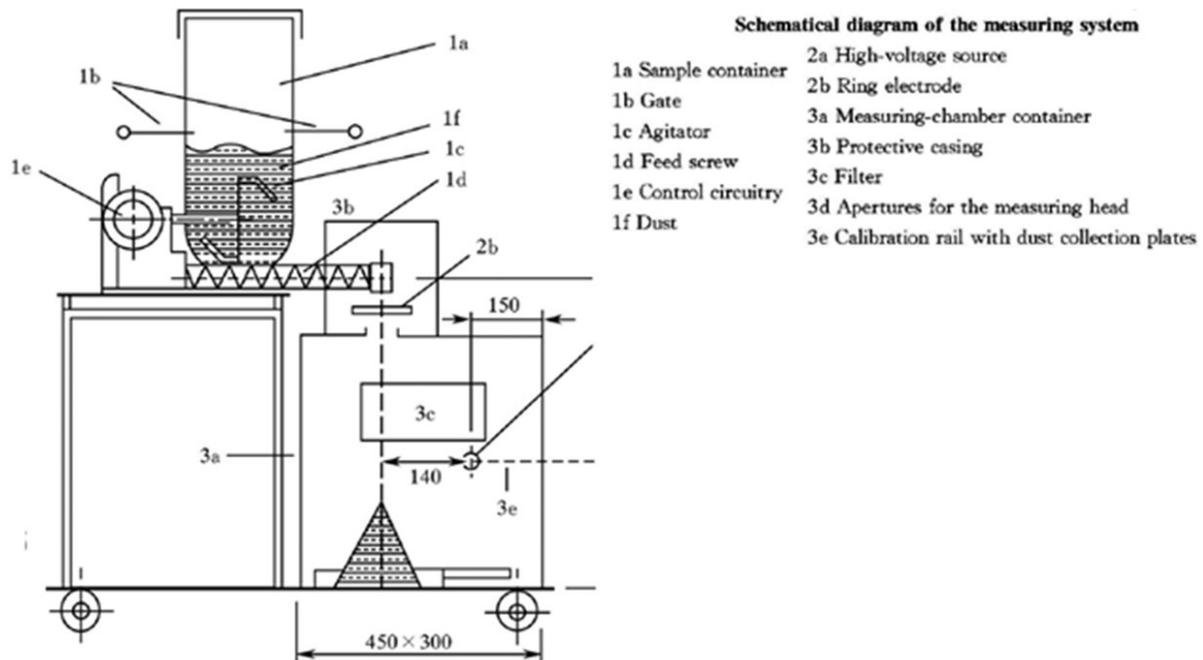


**Figura 19:** (A sinistra) Sonda per la misura della concentrazione di polvere basata sull'attenuazione della luce, che utilizza un diodo a emissione di luce (LED) come sorgente luminosa e un fotodiode per rilevare la luce trasmessa (Da Eckhoff (4))  
(A destra) Dati di calibrazione per l'apparecchiatura a sinistra per amido di mais (Da Eckhoff (4))

Il particolare design della sonda mostrato in Figura 19 (a sinistra) è stato utilizzato da Eckhoff, Fuhre e Pedersen per misurare le distribuzioni di concentrazione dell'amido di mais in un silo di grandi dimensioni. Anche in questo caso, per mantenere pulite le finestre di vetro gli autori utilizzavano aria compressa, introdotta attraverso il tubo metallico che costituisce la struttura principale della sonda. I dati di calibrazione relativi a quest'apparecchiatura sono mostrati in figura 19 (a destra). Il cammino ottico utilizzato dagli autori è di 30 mm così da coprire l'intero range di esplosività dell'amido di mais in aria. Se invece si desidera utilizzare lo stesso tipo di sonda per il monitoraggio continuo di concentrazioni di polvere al di sotto del limite minimo di esplosività (MEC), ad esempio minori di  $10 \text{ g/m}^3$ , per rendere lo strumento sufficientemente sensibile sono richiesti cammini ottici considerevolmente più lunghi di 30 mm. Il cammino ottico deve essere adattato anche alla tipologia di polvere, alle dimensioni e forme delle particelle.

Negli ultimi anni sono stati pubblicati diversi lavori con l'obiettivo di determinare polverosità. La maggior parte di questi, non è stata sviluppata per valutare l'esplosività delle polveri ma per stabilire la frazione respirabile e quindi sempre allo scopo di garantire la sicurezza industriale, ma da un pericolo di tipo diverso da quello considerato in questa tesi.

In un lavoro del 2009 gli autori Hauert e Radandt (33) si propongono di mettere a punto uno strumento di misura e una procedura adatta a valutare questa nuova caratteristica, nell'ottica di poterla utilizzare nel campo della sicurezza industriale legato alla valutazione del rischio da esplosioni di polveri.



**Figura 20:** Apparecchiatura utilizzata per la misura della “dustiness” (Da Hauert e Radandt (33))

La strumentazione utilizzata da Hauert e Radandt mostrata in figura 20 è costituita da un sistema di alimentazione della polvere, una camera di misura, un misuratore di concentrazione di polvere e un computer con software per le analisi. Il sistema di alimentazione consiste semplicemente in una coclea con scarico verticale che attinge da un serbatoio da 10 litri la polvere e la alimenta dall’alto nella camera di misura con una portata pari a  $1 \pm 0,1 \text{ dm}^3/\text{min}$ . La polvere nel serbatoio di alimentazione è movimentata da un agitatore per evitare la formazione di grumi. Un’importante componente di questa apparecchiatura è lo ionizzatore ad anello che permette di neutralizzare la carica elettrica che potrebbe accumularsi nel passaggio del campione di polvere attraverso il sistema di alimentazione.

Questo step è fondamentale in quanto la carica elettrostatica del campione e conseguentemente i legami fra le particelle influenzano notevolmente la polverosità.

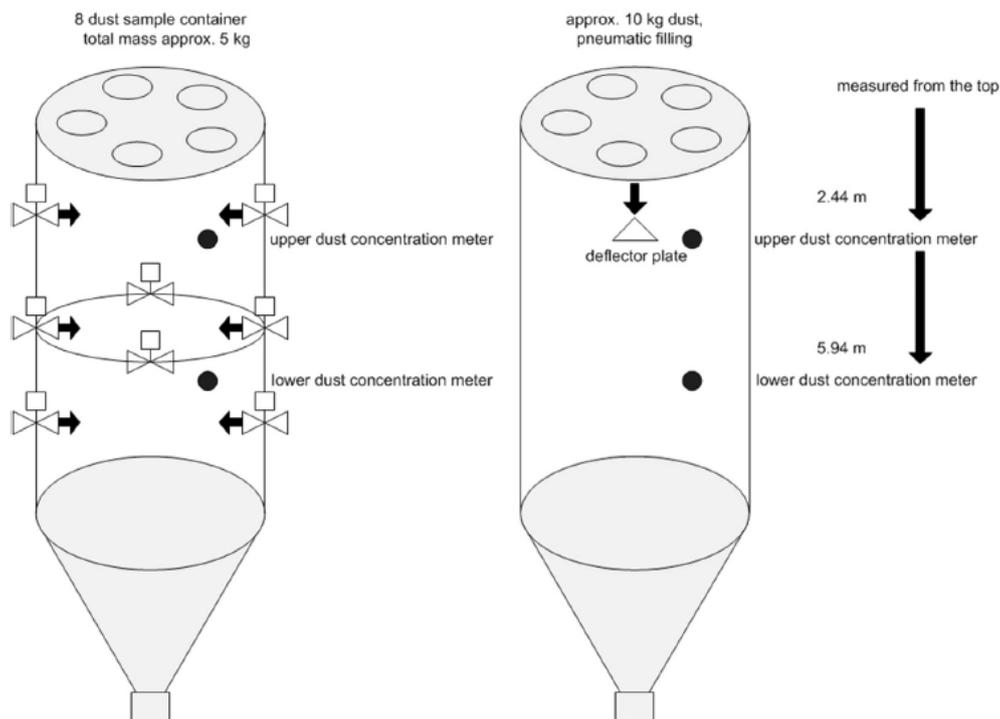
La camera di misura è di acciaio inossidabile per evitare l’interferenza di campi elettrici esterni e garantire che le pareti della camera di misura siano a potenziale nullo. Su un lato della camera di misura vi è un filtro che consente l’uscita dell’aria dalla camera in condizioni di sicurezza, cioè evitando il trascinarsi di polvere fuori dall’apparecchiatura. Inoltre, la camera contiene due alloggiamenti per emettitore e ricevitore dello strumento utilizzato per la misura della concentrazione di polvere. Questo consente di effettuare il monitoraggio continuo della concentrazione nel range tra  $10 \text{ g/m}^3$  e  $1000 \text{ g/m}^3$ .

Il principio su cui si basa il misuratore è sempre quello della misura dell’attenuazione della luce nel passaggio attraverso una nuvola di polvere. La relazione fra trasmittanza e concentrazione è fornita dalla legge di Lambert-Beer. Lo strumento di misura della concentrazione consiste essenzialmente in due parti: una testa di misura per l’acquisizione dei dati e un’unità di controllo per visualizzarli e processarli. La testa di misura può variare in funzione degli obiettivi ma in generale è costituita da un emettitore, LED infrarosso a  $\lambda = 950 \text{ nm}$ , ed un fotodiode ricevitore. Ciascun diodo ha una lente per la collimazione e messa a fuoco del fascio luminoso. Le lenti sono alloggiare entro tubi di metallo che evitano l’ingresso della luce dall’esterno e, in una certa misura, limitano la contaminazione (o sporcamento) delle lenti. Il sistema per la calibrazione, in questa apparecchiatura, è costituito da un sistema scorrevole che permette di

introdurre lungo il cammino ottico quantità note di polvere alloggiata su lastrine di vetro borosilicato.

Molti autori hanno utilizzato metodi basati sul principio di attenuazione della luce per valutare la concentrazione di polveri in apparecchiature di grandi dimensioni, come ad esempio silos.

In un lavoro del 2014 Klippel, Schmidt, Muecke e Krause (34) basandosi sull'attenuazione di una radiazione, in questo caso infrarossa, hanno determinato la concentrazione di polvere all'interno di un silos cilindrico da 50 m<sup>3</sup>. Gli autori per i loro esperimenti hanno utilizzato amido di mais e lignite. La concentrazione di polvere è stata misurata in due differenti posizioni interne al serbatoio. Inoltre, gli autori hanno confrontato due differenti metodi di riempimento e quindi due differenti tipologie di dispersione:

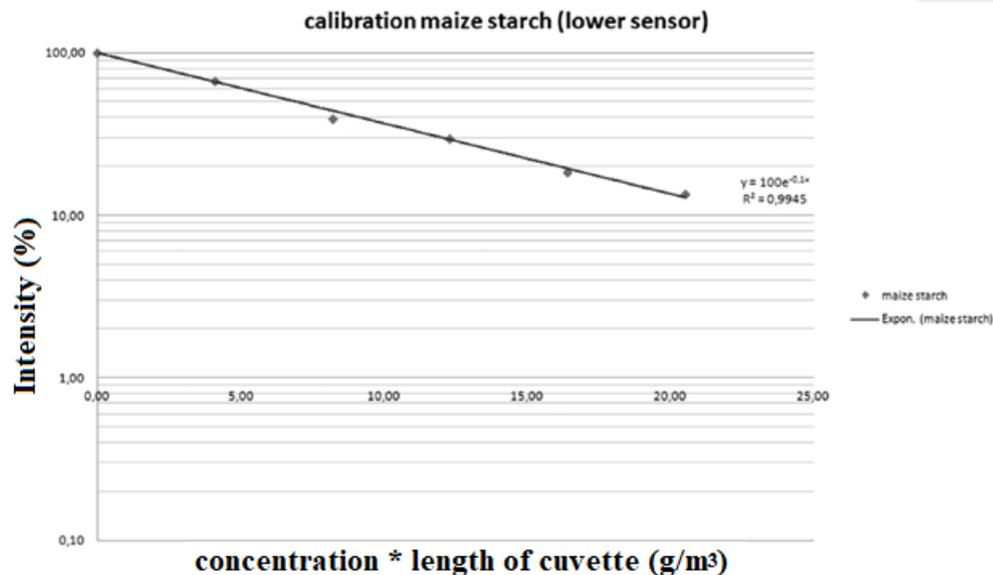


**Figura 21:** Silos da 50 m<sup>3</sup> con iniezione omogenea (a sinistra) e riempimento pneumatico dall'alto (a destra) (Da Klippel, Schmidt, Muecke e Krause (34))

- Un'iniezione effettuata mediante otto ugelli, distribuiti a 3 diverse altezze (figura 21, a sinistra), che dovrebbe comportare una distribuzione discretamente omogenea e quindi ottenere una miscela polvere/aria più o meno riproducibile, soprattutto se paragonata a quella ottenibile con l'altro sistema di riempimento (pneumatico dall'alto). Per questa serie di esperimenti hanno utilizzato circa 5 kg di polvere, equivalente ad una concentrazione teorica<sup>2</sup> pari a 100 g/m<sup>3</sup>.
- La seconda metodica di riempimento, spesso utilizzata in ambito industriale, consiste in una dispersione pneumatica dall'alto (figura 21, a destra). La miscela polvere/aria prodotta in questo modo è molto più disomogenea e meno riproducibile rispetto a quella generata dal primo metodo. Per questi esperimenti sono stati utilizzati circa 10 kg di polvere, pari ad una concentrazione teorica di circa 200 g/m<sup>3</sup> nel silo.

<sup>2</sup> Per concentrazione teorica (o nominale) si intende quella concentrazione che si avrebbe considerando una distribuzione omogenea dell'intero quantitativo di polvere nel recipiente considerato.

L'apparecchiatura per la misura di concentrazione, SKG 15, è stata sviluppata e prodotta dall'istituto tedesco FSA (Istituto di Ricerca per la Sicurezza e la Salute). I sensori (emettitore e ricevitore) sono equipaggiati da camere a filo d'aria che tramite flussi d'aria consentono di mantenere le polveri lontane dalle lenti senza alterare la misurazione. I segnali sono amplificati e registrati.



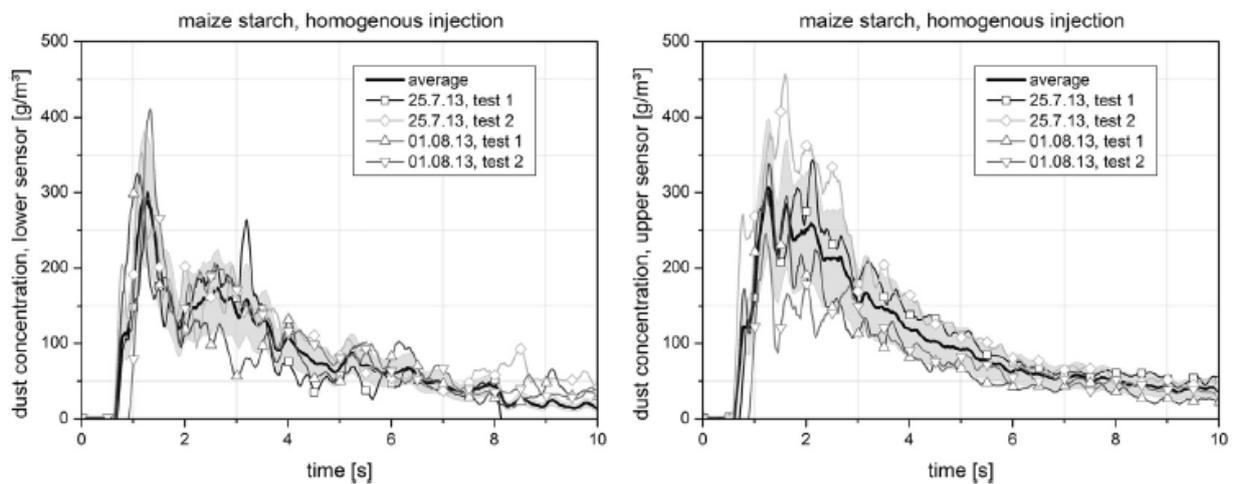
**Figura 22:** Curva di calibrazione per la misura della concentrazione di amido di mais (Da Klippel, Schmidt, Muecke e Krause (34))

Il grafico (figura 22) mostra la curva di calibrazione per l'amido di mais. L'intensità in percentuale è indicata in funzione della concentrazione di polvere per la lunghezza della cuvetta.

La calibrazione è stata eseguita aggiungendo quantitativi crescenti di polvere in etanolo e utilizzando un agitatore magnetico per cercare di mantenere il materiale oggetto del test in sospensione e quindi il sistema omogeneo durante le misurazioni. L'attenuazione del segnale elettrico, per le sospensioni a concentrazioni diverse, era misurata mediante l'unità di controllo della SKG5 il cui segnale elettrico in uscita era costituito da una differenza di potenziale che veniva messa in correlazione alle concentrazioni permettendo di costruire la curva di taratura.

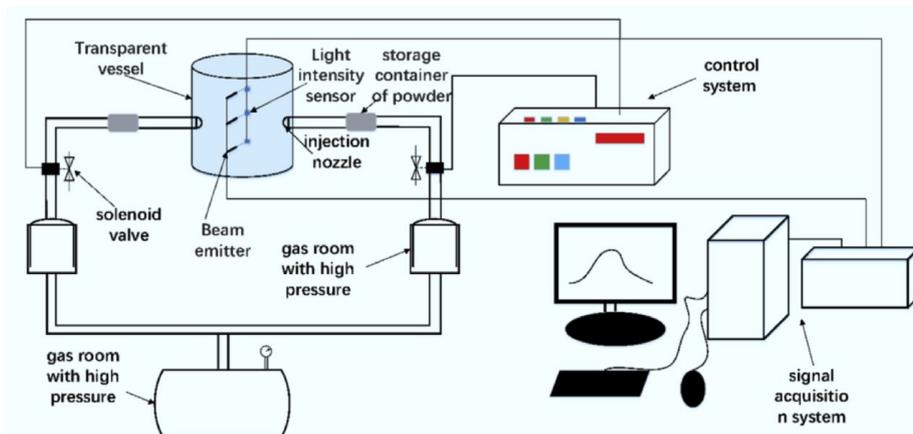
Tuttavia, Madlen (35) evidenzia che la calibrazione effettuata in questo modo non è una buona soluzione in quanto l'etanolo modificherebbe alcune proprietà delle polveri ad esempio l'indice di rifrazione. Alla luce di ciò l'autore espone un metodo differente per la calibrazione basato sull'idea che l'assorbimento da parte delle particelle di polvere è indipendente dal fatto che esse siano disperse in aria o su uno strato sottile. Pertanto, quello che l'autore propone è di effettuare una dispersione, quanto più possibile omogenea, e far sedimentare la polvere dispersa su un vetrino. Quindi questo può essere posto fra i sensori infrarossi dello strumento per la misura. La quantità di polvere sul vetrino, determinata attraverso pesata dello stesso, è quindi associata al valore di tensione letto dallo strumento SKG5. Con i dati acquisiti, anche in questo caso, si può costruire la curva di calibrazione.

I grafici in figura 23 riportano l'andamento della concentrazione nel tempo rilevato da parte del sensore posto ad altezza inferiore (a sinistra) e superiore (a destra):



**Figura 23:** Concentrazione di polvere misurata nel silos con iniezione omogenea per amido di mais in diversi test (Da Klippel, Schmidt, Muecke e Krause (34))

A differenza di molti studi che si concentrano sulla variazione complessiva della concentrazione di polvere in ambienti chiusi, lo scopo del lavoro di Wu, Liu e Zhang (1) è quello di studiare la variazione di concentrazione di polvere in determinati punti all'interno di un recipiente trasparente da 20 litri, per diverse durate di dispersione della polvere, utilizzando anche in questo caso l'attenuazione della luce come metodo di misura.



**Figura 24:** Schema dell'apparecchiatura sperimentale utilizzata da Wu, Liu e Zhang per misurare le concentrazioni di polvere locale all'interno di un recipiente (Da Wu, Liu e Zhang (1))

La geometria del serbatoio e la posizione dell'ugello giocano un ruolo importante nell'indagine sulla distribuzione della concentrazione di polvere pertanto, gli autori con la configurazione da loro utilizzata mirano a ridurre l'impatto dell'intensità della turbolenza sulla distribuzione della concentrazione di polvere. Il sistema di dispersione che utilizzano è di tipo pneumatico e l'iniezione è effettuata mediante due ugelli disposti in posizione diametralmente opposta nel serbatoio come mostrato in figura 24.

Essi utilizzano un laser rosso ( $\lambda = 685 \text{ nm}$ ), un laser blu ( $\lambda = 450 \text{ nm}$ ) e un laser verde ( $\lambda = 532 \text{ nm}$ ) come emettitori e sensori di intensità luminosa (RS485) come ricevitori.

Negli esperimenti gli autori utilizzano un polimero fluorescente come tracciante, avente proprietà fisiche simili a quelle delle comuni polveri combustibili. Essi sostengono che l'utilizzo del tracciante per la descrizione della distribuzione della concentrazione di polvere è lecito in quanto i risultati ottenuti sono coerenti con quelli di Liu e Zhang (36) di uno studio del 2015 in cui usano particelle di alluminio con proprietà simili a quelle delle particelle del tracciante.

## 3.2 Video ad alta velocità

Al fine di descrivere il comportamento della nuvola di polvere in un ambiente confinato, in un lavoro del 2016 Murillo (8) ha eseguito un'analisi qualitativa registrando il processo di dispersione mediante video ad alta velocità. A tal fine l'autore ha posto una telecamera di fronte la camera di dispersione.

### 3.2.1 Camera di dispersione

La camera di dispersione consisteva in un tubo verticale trasparente dotato di un sistema per l'iniezione della polvere, analoga al tubo di Hartmann modificato ma con alcune differenze utili alle analisi, ad esempio la sezione non è circolare ma quadrata, il che permetteva di ridurre gli effetti associati alla diffrazione laser da parte delle pareti del tubo durante le analisi granulometriche (necessarie alla caratterizzazione della polvere) che invece sono non trascurabili quando si utilizza il tubo di Hartmann modificato in quanto a sezione circolare.

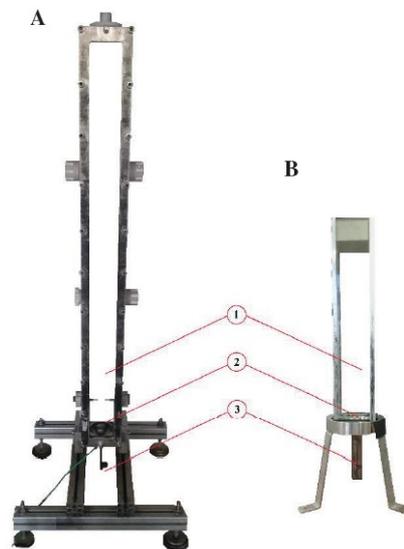
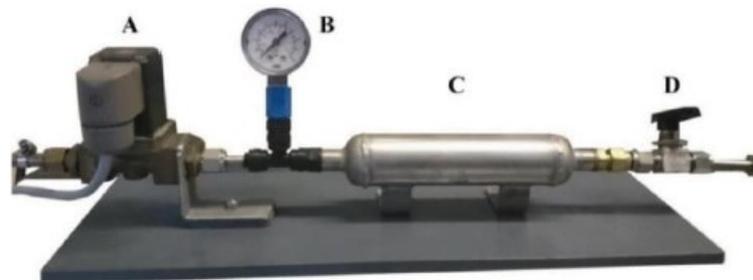


Figura 25: Tubi utilizzati per la dispersione (da Murillo (8))

In realtà per gli esperimenti sono stati utilizzati due tubi verticali di vetro (figura 25): uno avente la stessa altezza di quello di Hartmann, cioè 0,3 m, ed il secondo di altezza pari a 1 m al fine di osservare l'evoluzione del flusso bifasico, conseguente la dispersione della polvere, evitando le interferenze causate dal coperchio in apparecchiature meno alte. La sezione è invece 0,07 x 0,07 m in accordo a quella delle apparecchiature standard. Anche il sistema di dispersione

utilizzato per la produzione della nube, posto alla base del tubo, rispecchia quello dell'apparecchiatura standard.

### 3.2.2 Sistema di iniezione



A. Solenoid valve B. Manometer C. Vessel D. Valve

**Figura 26:** Sistema di iniezione utilizzato per la dispersione di polvere nel tubo da 1 m (Da Murillo (8))

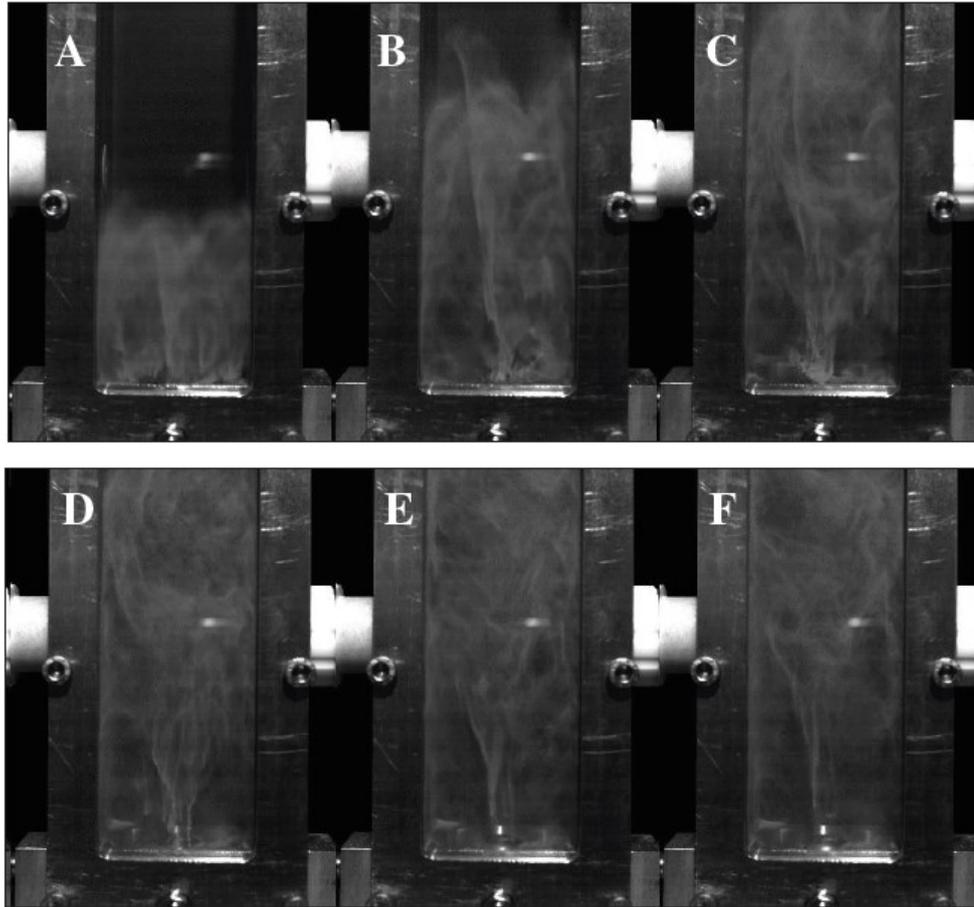
Il sistema di iniezione utilizzato (figura 26) è stato progettato anche alla luce di un'ulteriore ricerca effettuata dall'autore (descritta al paragrafo 3.2.3.3) che mira a determinare l'influenza della pressione di iniezione sullo sviluppo della nuvola di polvere. Il sistema di iniezione è costituito da un barilotto di 50 mL, un manometro e due valvole. La valvola D è collegata alla linea pressurizzata e deve essere aperta per riempire il serbatoio C fino alla pressione specificata. Successivamente questa viene chiusa e l'elettrovalvola A è aperta per mezzo di dispositivo elettronico che rappresenta il controllo software del tubo Hartmann.

### 3.2.3. Esperimenti

L'autore utilizza due differenti materiali: una polvere di alluminio e amido di grano.

#### 3.2.3.1 Dispersione di una polvere di alluminio

Il campione di polvere di alluminio, posto al fondo dell'apparecchiatura descritta in 3.2.1-2, è stato disperso mediante iniezione d'aria a 7 bar (g), cioè in condizioni standard. La dispersione è stata registrata con una videocamera Phantom V91, focalizzata sui 10 cm inferiori del tubo di dispersione, alla velocità di 1016 fotogrammi al secondo. L'evoluzione della nuvola di polvere, nella parte bassa del tubo, è stata monitorata nei primi 120 ms, per valutare l'influenza di alcune caratteristiche del tubo di Hartmann modificato sui risultati dei test standardizzati e le immagini registrate per tempi diversi sono mostrate in figura 27.



**Figura 27:** Dispersione di polvere di alluminio all'interno della camera di dispersione (Da Murillo (8))  
 A) 20 ms B) 40 ms C) 60 ms D) 80 ms E) 100 ms F) 120 ms.

Questo ha permesso di ottenere una prova visiva dell'evoluzione della nuvola di polvere nella regione inferiore del tubo di dispersione e suddividere il processo di formazione e risalita della nuvola di polvere in tre fasi:

- nella prima la distribuzione è omogenea; gli aggregati dispersi nella nube di polvere risalgono con profilo caratteristico a fronte piatto, osservabile nei primi fotogrammi di figura 27
- nella seconda fase, è possibile notare la formazione di vortici ed una diminuzione della concentrazione nella parte più bassa del tubo;
- nella terza fase la dimensione degli “eddies” risulta ridotta ed ha inizio la sedimentazione delle particelle di alluminio più adiacenti alle pareti del tubo.

Quest'analisi qualitativa ha permesso di confutare la validità di alcune ipotesi comunemente considerate nella caratterizzazione sperimentale di una polvere combustibile.

Come già discusso, le caratteristiche di esplosività delle polveri variano in funzione delle dimensioni delle particelle pertanto l'autore ha valutato anche la variazione della PSD nel processo mediante analisi effettuate con un granulometro. La distribuzione granulometrica è determinata dal rapporto fra le forze esercitate dal flusso sulle particelle disperse e le forze attrattive interparticellari. Le prime sono preponderanti nelle prime fasi del processo e si riducono gradualmente, a causa dall'espansione del gas e dell'attrito, a favore di quelle che inducono agglomerazione e sedimentazione delle particelle disperse (37). Il processo di

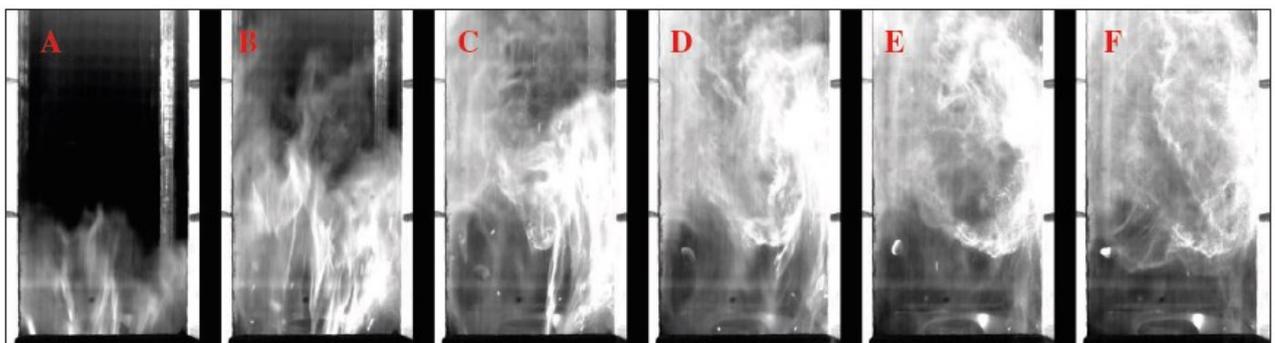
dispersione della polvere, in base alle variazioni della distribuzione dimensionale, può essere suddiviso in tre stadi:

- **Stadio di instabilità (0 ms - 40 ms):** un'analisi dettagliata dei primi fotogrammi di figura 27 ha evidenziato che nei primi 40 ms del processo di dispersione, la velocità media del fronte della nuvola di polvere è approssimativamente costante. Questo fatto può essere attribuito al processo di frammentazione, confermato anche dalla variazione significativa di PSD causata dalle sollecitazioni esercitate dal flusso del gas sulla superficie degli aggregati. Queste condizioni sono dovute all'elevata velocità relativa tra le fasi, che causa il sollevamento degli aggregati e la loro frammentazione.
- **Fase di transizione (40 ms - 80 ms):** in questa fase il flusso bifasico è ridistribuito nella zona di innesco, circa 10 cm sopra l'ugello, a causa della vorticità indotta dalle pareti e dall'elevata turbolenza del fluido. In questa fase “eddies” di grandi dimensioni risalgono lungo il tubo mentre nelle regioni più basse si evidenzia una bassa concentrazione di solidi. Nonostante la dissipazione di energia, si hanno ancora piccole variazioni della PSD perché la turbolenza del flusso è ancora elevata.
- **Fase di stabilità (80 ms - 120 ms):** il periodo finale è sancito dalla somiglianza dei fotogrammi E e F di figura 27. In questa fase le correnti del solido disperso in risalita sono quasi scomparse ed iniziano ad essere favoriti il processo di sedimentazione e quello di agglomerazione ( (38), (39)). In questa fase vi è assenza di grandi strutture di vorticità e la turbolenza del flusso bifase è ridotta. Questo rappresenta un vantaggio nello sviluppo dei test per la valutazione dei parametri di esplosività perché un'elevata turbolenza potrebbe interferire con lo sviluppo del fronte di fiamma e favorire la dissipazione di energia. Questa fase potrebbe essere consigliata per l'accensione. Tuttavia, la riduzione della turbolenza ha effetto sui fenomeni di aggregazione e sedimentazione; quindi potrebbe essere preferibile utilizzare un ritardo inferiore a 120 ms.

Alla luce di quanto esposto, è evidente che il ritardo di accensione deve essere stabilito in modo tale da far sì che siano rispettate le condizioni più conservative. I risultati appena descritti sono validi solo per la specifica polvere utilizzata e nel paragrafo seguente saranno confrontati con quelli di una polvere organica, sancendo l'importanza della scelta di un ritardo di accensione adeguato al fine di una determinazione assennata dei parametri di esplosività.

### 3.2.3.2 Dispersione di una polvere di amido di grano

Sempre in condizioni standard, è stata effettuata la dispersione di un campione di amido di grano. In figura 28 sono mostrate le immagini registrate per tempi diversi.



**Figura 28:** Dispersione dell'amido di grano con iniezione a 7 bar (g)  
A) 20 ms B) 40 ms C) 60 ms D) 80 ms E) 100 ms F) 120 ms. (Da Murillo (8))

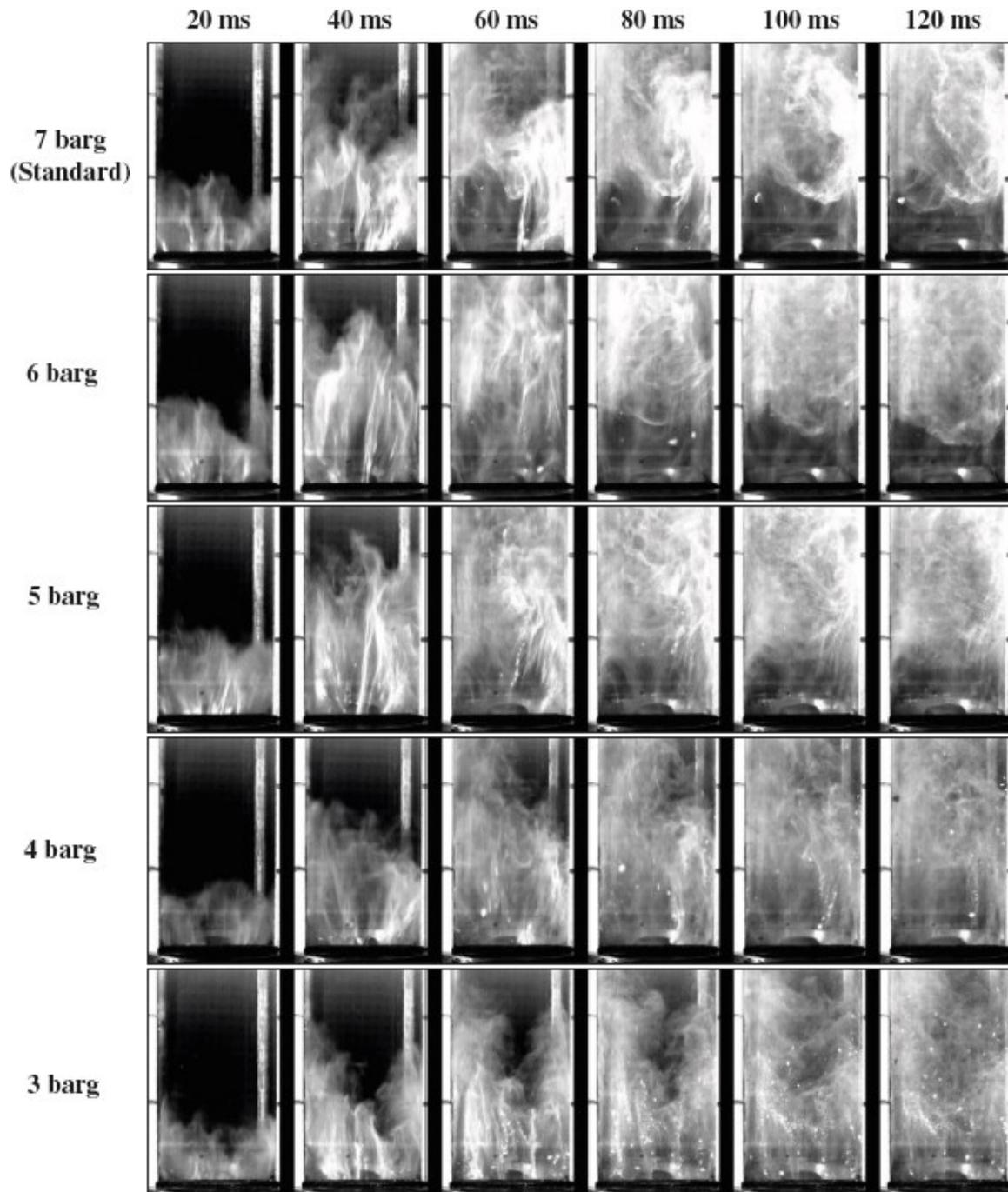
I risultati (qualitativi) relativi a questa dispersione sono stati confrontati con quelli del campione di polvere metallica ed è stato possibile osservare che l'amido di grano in 20 millisecondi raggiunge un'altezza di 5 cm mentre l'alluminio, nello stesso tempo, ne raggiungeva una di 7 cm quindi nonostante la maggior densità della polvere metallica si osserva che la velocità di risalita della nuvola di polvere organica è più lenta di quella della polvere metallica. Ciò probabilmente è legato al fatto che mentre le dimensioni delle particelle di amido di grano non variano molto con la dispersione (informazione ottenuta tramite SEM) al contrario per l'alluminio si verificava un'elevata frammentazione degli aggregati e quindi un'importante variazione della distribuzione granulometrica. Questo comporta una maggiore forza di trascinamento esercitata dal gas sul solido e quindi una velocità superiore di avanzamento del fronte della nube.

### **3.2.3.3 Influenza della pressione di iniezione**

I video ad alta velocità della dispersione di amido di mais registrati da Murillo in una camera di dispersione con caratteristiche analoghe a quelle di un tubo di Hartmann modificato (3.2.1), sono stati utilizzati anche per stabilire l'influenza della pressione di iniezione dell'aria sui parametri di esplosività determinati in un tubo di Hartmann.

L'autore (8) ha fatto variare la pressione del gas iniettato tra 3 e 6 bar (g) al fine di confrontare le caratteristiche delle nuvole di polvere sviluppate in queste condizioni con quelle delle nubi ottenute a valore di pressione standard (7 bar (g)).

L'autore ha basato la descrizione degli effetti della pressione di iniezione sul livello di segregazione della fase solida sull'analisi dei fotogrammi mostrati in figura 29.



**Figura 29:** Analisi qualitativa di una dispersione di amido di mais in camera analogica ad un tubo di Hartmann in funzione della pressione di iniezione del gas (Da Murillo (8))

Dai fotogrammi si può osservare che la velocità di risalita della nube è simile per pressioni tra 4 e 6 bar (g). Come atteso, il livello di frammentazione aumenta all'aumentare della pressione e si osserva che le iniezioni eseguite a 3 e 4 bar (g) hanno una capacità molto bassa di rottura degli agglomerati. Mentre le condizioni realizzate con le iniezioni a 5 e 6 bar (g) sono molto simili a quelle che si ottengono con l'iniezione standard, per cui il flusso ha maggiore capacità di rottura degli agglomerati, che infatti non sono molto grandi.

### 3.3 Dinamica delle particelle sospese in un gas

#### 3.3.1 Velocità terminale di caduta

Le velocità terminali di caduta delle particelle in aria sono state determinate sperimentalmente in numerose indagini. Un primo esempio è nel lavoro di Zeleny e McKeehan del 1910 che hanno condotto misurazioni accurate delle velocità terminali per particelle e gocce sferiche in aria a pressione atmosferica e temperatura ambiente. Le misure da essi ottenute erano in eccellente accordo con la teoria di Stokes per il regime di flusso laminare. Per altre tipologie di particelle come pollini e spore, tra cui il lycopodio che è una sostanza utilizzatissima nel campo di ricerca sulle esplosioni di polveri, sono state invece ottenute velocità terminali inferiori a quella ottenibile utilizzando la legge di Stokes:

$$v_t = \frac{d^2 \cdot g \cdot (\rho_p - \rho_a)}{18 \mu} \quad (4)$$

Dove:

- $d$  – diametro della particella (m)
- $g$  – accelerazione di gravità ( $m/s^2$ )
- $\rho_p$  – densità della polvere ( $kg/m^3$ )
- $\rho_a$  – densità dell'aria ( $kg/m^3$ )
- $\mu$  – viscosità dinamica dell'aria ( $Pa \cdot s$ )

Ad esempio, la polvere di lycopodio, che ha una distribuzione granulometrica stretta, centrata su un diametro medio aritmetico di circa  $30 \mu m$  e densità delle particelle di circa  $1,18 g/cm^3$ , dovrebbe avere una velocità terminale di caduta di  $0,032 m/s$  secondo la legge di Stokes, mentre il valore sperimentale è pari a  $0,017 m/s$ . Questa differenza è stata attribuita a fattori legati alla forma asimmetrica e alla superficie molto ruvida delle particelle.

In generale comunque la legge di Stokes (equazione 4) si può applicare alle particelle in una nuvola di polvere, purché la concentrazione non sia troppo elevata e si possa trascurare la presenza di agglomerati. L'ipotesi di sedimentazione libera, valida quando le particelle sono sufficientemente distanti tra loro e dalle pareti del contenitore, cosicché la caduta non ne sia influenzata, è applicabile nel campo dell'esplosività delle polveri in quanto per frazioni in volumi di solidi inferiori a  $0,001$  lo scostamento tra le velocità per la sedimentazione ostacolata e quello calcolato in questo modo è inferiore all'1%.

Una frazione in volume di solidi inferiori a  $0,001$ , per una polvere costituita da particelle aventi densità di  $1 g/cm^3$ , corrisponde ad una concentrazione di polvere pari a  $1 kg/m^3$ , quindi praticamente oltre il limite superiore dell'intervallo esplosivo (UEL). L'effetto della sedimentazione ostacolata, che porterebbe a coefficienti di trascinamento superiori, può dunque essere trascurato nel range di concentrazioni considerato.

## 4. Parte sperimentale

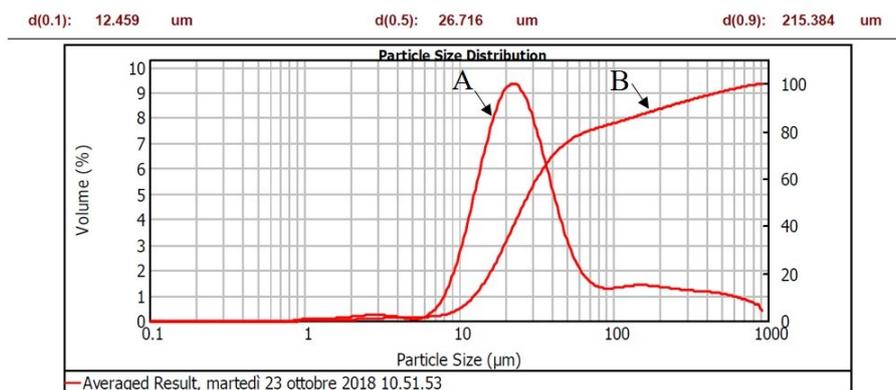
Come già illustrato al paragrafo 1.2.2.5, l'energia minima di innesco (MIE) di una polvere combustibile in miscela con aria indica un range di energia compreso tra il valore più basso a cui si è verificata l'accensione ( $E_2$ ) e il valore per cui, in un certo numero di esperimenti, non si osserva alcuna accensione ( $E_1$ ):  $E_1 < MIE < E_2$ .

Una delle apparecchiature che può essere utilizzata nella determinazione di questo parametro è il tubo di Hartmann modificato. Nel mio lavoro di tesi questa apparecchiatura è stata ulteriormente modificata sostituendo la coppia di elettrodi, normalmente utilizzata per la valutazione della MIE, con un sistema ottico costituito da un diodo emettitore (di luce a lunghezza d'onda IR) ed fotodiodo ricevitore collegati ad un microcontrollore, al fine di valutare la variazione della concentrazione di polvere in una zona limitata dell'apparecchiatura, cioè quella in cui normalmente si realizza l'innesco, al fine di correlare la MIE non alla concentrazione teorica, come attualmente in uso, ma alla concentrazione locale che si viene a creare nella zona di innesco in seguito alla dispersione effettuata mediante iniezione di aria ad una certa pressione.

### 4.1 Materiali

#### 4.1.1 Amido di mais

Per tutte le prove di questa tesi ho utilizzato amido di mais le cui caratteristiche granulometriche erano state precedentemente determinate utilizzando il granulometro "Malvern Mastersizer 2000E" accoppiato ad un'unità di dispersione delle polveri, modello "Scirocco 2000M", il cui funzionamento si basa sul principio di diffrazione della radiazione di un raggio laser, indotta dal passaggio delle particelle in una camera. Sensori posti su tutta la lunghezza della camera misurano la diffrazione e, mediante un sistema di elaborazione di dati, forniscono la curva granulometrica (PSD) del campione. Il range di misura per questo strumento è 0,01-1000  $\mu\text{m}$ .



**Figura 30:** Curva A - distribuzione granulometrica, B - Curva cumulativa espressa in % in volume

La curva granulometrica presenta tre punti caratteristici chiamati decimo percentile ( $d(0,1)$ ), cinquantesimo percentile ( $d(0,5)$ ) e novantesimo percentile ( $d(0,9)$ ).

A titolo di esempio, la figura 30 mostra la distribuzione granulometrica relativa al campione di amido di mais (secondo la classificazione adottata presso il laboratorio è il n° 388/18) da me utilizzato nel corso dei test. Come si può osservare, il decimo percentile corrisponde a 12,459

$\mu\text{m}$ , il cinquantesimo a  $26,716 \mu\text{m}$ , mentre, il 90% delle particelle di mais ha un diametro inferiore a  $215,384 \mu\text{m}$ .

## 4.2 Apparecchiature

### 4.2.1 Tubo di Hartmann modificato

Le specifiche tecniche del tubo Hartmann modificato e le procedure dei metodi di prova condotti entro questa apparecchiatura sono descritte nelle norme ASTM E789 – 95, EN 13821, UNI CEI EN ISO/IEC 80079-20-2:2016.



**Figura 31:** Tubo di Hartmann con innesco



**Figura 32:** Tubo di Hartmann con sensori ottici

Il tubo di Hartmann è un cilindro verticale cavo realizzato in vetro di volume pari a 1,2 litri, avente diametro di 6,63 cm e altezza pari a 34,5 cm. A circa 1/3 dell'altezza sono presenti due bocchelli per l'alloggiamento degli inneschi (figura 31). Questi ultimi non essendo utili nell'ambito della mia tesi sono stati sostituiti da un sistema ottico per la misurazione dell'attenuazione del segnale luminoso emesso da un diodo infrarosso a  $\lambda = 860 \text{ nm}$  (figura 32).

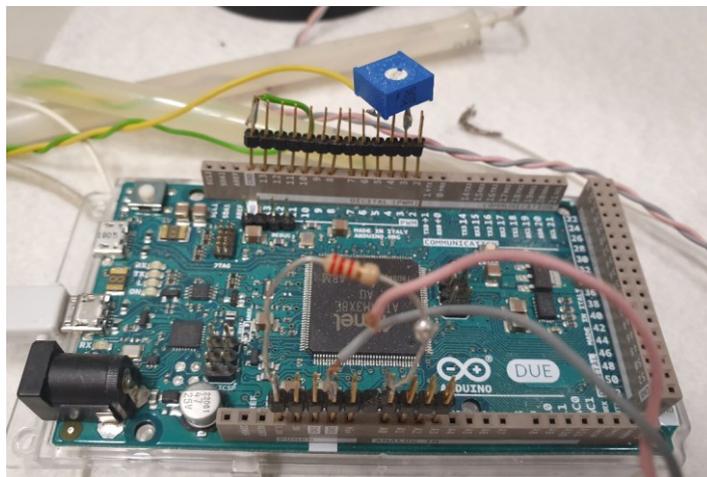
Il tubo è posto all'interno di una cassa rettangolare d'acciaio, aperta su uno dei lati e che nella parte superiore termina con una struttura tronco-conica utile a favorire l'aspirazione dei fumi da parte della cappa. Inferiormente il tubo è supportato da una parte metallica a forma di coppa in cui viene distribuita la polvere oggetto dei test e comprende il sistema di dispersione del campione, costituito da un ugello forato a forma di fungo collegato al sistema di distribuzione dell'aria compressa. L'onda di pressione necessaria a disperdere il campione è generata da un insieme di apparecchiature che comprendono: una valvola riduttrice di pressione, una leva di carico, un barilotto di accumulo e un'elettrovalvola.

Il flusso d'aria utilizzato per la dispersione è introdotto in maniera assiale, dal basso, e deviato dall'ugello dispersore attraverso il cumulo di polvere così da fluidizzare il solido.

Le caratteristiche geometriche dell'ugello stabiliscono la distribuzione del gas e della polvere all'interno del tubo e, sebbene un certo livello di segregazione sia evidente all'interno di questo, in genere si assume una condizione di omogeneità della miscela fino all'attivazione dell'innesco. Tuttavia, come già visto nella parte di letteratura, questa condizione potrebbe essere ancor meno valida per alcune tipologie di polveri in funzione delle diverse proprietà di dispersione.

Nell'ambito dei test standard, l'innesco viene attivato con un certo ritardo, stabilito rispetto al momento dell'immissione dell'aria compressa. In questo lavoro di tesi invece, poco prima dell'immissione dell'aria per la dispersione è stato attivato il sistema di registrazione dell'intensità della radiazione.

#### 4.2.2 Microcontrollore Arduino e sensori ottici



**Figura 33:** Microcontrollore Arduino e sensori ottici in fondo

Il sistema di registrazione dell'intensità della radiazione ricevuta da un fotodiodo (Osram SFH 213 FA ( $750\text{ nm} < \lambda < 1100\text{ nm}$ )), a seguito dell'emissione di una radiazione infrarossa da parte di un diodo emettitore Osram SFH 45554 ( $\lambda = 860\text{ nm}$ ), in parte assorbita dalla polvere presente fra emettitore e ricevitore è costituito da un microcontrollore, ospitato da una scheda Arduino, e da un personal computer, sul quale opera un programma scritto in linguaggio Labview. I due dispositivi sono connessi mediante interfaccia USB e sfruttano una porta di comunicazione seriale virtuale, utilizzata per caricare il programma sulla scheda Arduino e per la successiva trasmissione dei dati dalla scheda al PC.

Le funzionalità necessarie sono state suddivise tra i due componenti. L'interfaccia con la parte analogica è implementata nel microcontrollore, dotato di appositi convertitori A/D. Lo stesso adempie anche alle operazioni ad alta velocità e con tempistiche determinate, quali le elaborazioni interne di correzione e le prime medie. Mentre le operazioni di memorizzazione, correlazione temporale, visualizzazione ed il successivo salvataggio dei dati già corretti, sono effettuate dal personal computer.

### 4.3 Procedura sperimentale

I test sono stati condotti presso il laboratorio di Sicurezza industriale delle atmosfere esplosive del Politecnico di Torino.

L'apparecchiatura descritta in precedenza permette di effettuare le misure variando la distanza tra i sensori ottici. Poiché, inizialmente, lo scopo era quello di valutare la concentrazione nella zona che nei test standardizzati è compresa fra gli inneschi, posti a 6 mm l'uno dall'altro, anche i sensori ottici sono stati posizionati alla stessa distanza.



Figura 34: Bilancia tecnica



Figura 35: Tubo di Hartmann modificato con sensori ottici

Prendendo spunto dal metodo di prova utilizzato per la misura dell'energia minima di accensione, descritto nella normativa UNI CEI EN ISO/IEC 80079-20-2:2016, che prevede che il campione venga testato a temperatura ambiente (20-25°C) ed energia nota, verificando l'innesco in prove ripetute, e rispettando degli step precisi, è stata utilizzata una metodica quanto più simile possibile, riassumibile nei seguenti step:

- 1) la polvere di amido di mais, accuratamente pesata (sensibilità 0,01g), è stata alloggiata all'interno del portacampione, quindi il tubo di Hartmann è stato posizionato sul supporto e l'estremità superiore chiusa per mezzo di un dischetto di carta, tenuto in posizione da un coperchio metallico forato;
- 2) successivamente, si procedeva con il caricamento del barilotto di accumulo alla pressione desiderata;
- 3) tramite computer, connesso al microcontrollore Arduino, si avviava il programma per la rilevazione e registrazione dei dati;
- 4) si apriva l'elettrovalvola che permetteva la dispersione pneumatica e la formazione della nuvola di polvere all'interno della camera di prova;

5) si aspettava il tempo necessario allo svolgimento del fenomeno, quindi sostanzialmente che la curva registrata raggiungesse un valore asintotico, corrispondente all'assenza di polvere fra i sensori e si provvedeva ad interrompere la registrazione;

6) infine, si procedeva alla pulizia della strumentazione per mezzo di un aspiratore antideflagrante ATEX.

La normativa prevede che il campione sia disperso all'interno della camera di prova (tubo di Hartmann modificato) mediante iniezione di aria compressa a 7 bar (g); tuttavia nell'ambito di questa tesi sono state utilizzate anche pressioni di 3,5 e 2,3 bar (g), al fine di studiare la dispersione della polvere in funzione anche di questo parametro. Oltre a condurre gli esperimenti a pressioni diverse, anche le quantità di polvere sono state variate. Nello specifico, sono state utilizzate quantità comprese fra 0,20 e 1,0 gr di amido di mais corrispondenti a concentrazioni teoriche comprese fra circa 166,7 e 833,3 g/m<sup>3</sup>.

A parità di condizioni di massa e pressione, sono state eseguite da 6 a 15 prove per testare la riproducibilità dello strumento e successivamente variando le condizioni. Si distinguono i risultati relativi alla prima dispersione, cioè quella eseguita con l'apparecchiatura pulita, e quelle successive realizzate, nell'ambito della stessa prova, in seguito alla sedimentazione della polvere entro l'apparecchiatura.

Uno dei principali problemi riscontrati nell'eseguire le misure riguarda l'attenuazione del segnale dovuta al deposito di polvere sui sensori; per cui fra un set di misurazioni e il successivo è stato necessario ripulire l'apparecchiatura. Il processo di pulizia, eseguito tramite aspiratore ATEX, rende l'operazione di raccolta dei dati discontinua e onerosa in termini di tempo.

Nel tentativo di limitare il deposito di polvere sui sensori e cercare di eseguire una serie di misure successive, senza intervallare l'operazione di pulizia fra le stesse, si è scelto di aumentare la distanza fra diodo emettitore e fotodiode ricevitore a circa 65 mm così da far sì che gli stessi fossero alloggiati più internamente nei bocchelli del tubo di Hartmann e quindi in posizione più protetta rispetto alla deposizione della polvere sulle lenti. Pertanto, ci riferiremo ai risultati degli esperimenti ottenuti con i sensori posti ad una distanza pari a 6 mm con "Serie 1" e a quelli ottenuti con una distanza di 65 mm con "Serie 2".

Con questa nuova disposizione dei sensori è possibile osservare al capitolo 5 (Risultati) che prove successive, non intervallate da operazioni di pulizia, permettono di ottenere curve dall'andamento simile. A differenza di quanto invece si otteneva con i sensori posti a 6 mm per cui l'andamento fra la curva relativa alla prima dispersione aveva andamento completamente differente da quello delle curve delle successive dispersioni. Queste ultime infatti, piuttosto che l'attenuazione attesa, mostrano un rafforzamento nel segnale luminoso e questo è facilmente spiegabile: le dispersioni successive alla prima infatti ripuliscono parzialmente i sensori dalla polvere depositatasi durante la prova precedente, registrando così inizialmente valori più elevati per l'intensità luminosa per poi attenuarsi nel tempo a causa della successiva sedimentazione della polvere.

Nella "Serie 2" essendo i sensori posti in posizione più protetta rispetto a quella delle prove precedenti non si osserva questo effetto di pulizia legato allo sbuffo d'aria e le curve relative a dispersioni successive hanno andamento simile a quello della curva relativa alla prima dispersione.

Un'altra variazione fatta col procedere degli esperimenti è stata quella di limitare la pulizia del dispositivo esclusivamente alla zona dei sensori, nel tentativo di velocizzare le prove. Ci si riferirà ai risultati ottenuti in queste condizioni con "Serie 3". Questo sistema potrebbe avere il vantaggio non solo di permettere di operare più rapidamente ma anche di limitare le incertezze sulla distanza tra i sensori, permettendo di ridurre gli errori sul cammino ottico.

L'ultimo set di esperimenti, indicato come "Serie 4", è quello in cui la polvere utilizzata è stata precedentemente condizionata in stufa a 105°C al fine di eliminare l'umidità. Tuttavia, si è osservato che a causa dell'elevata igroscopicità del materiale, il condizionamento non ha apportato sostanziali differenze al comportamento delle polveri in fase di dispersione. Il che è stato osservato anche da Murillo che, infatti, nel proprio lavoro (8) sceglie di non condizionare la polvere di amido di grano in quanto il tempo a cui essa è in grado di riassorbire l'umidità è spesso inferiore ai tempi impiegati per i test. Tuttavia, consiglia un'accurata determinazione della densità prima dell'esecuzione dei test poiché il tenore in acqua di questa polvere organica influisce significativamente sulla densità delle particelle. Per questo motivo sarebbe stato opportuno determinare la densità dei campioni utilizzati prima dello sviluppo dei test.

Nella tabella 3 sono riassunte tutte le condizioni sperimentali utilizzate nel corso degli esperimenti.

**Tabella 3.** Nomenclatura adottata per le prove e relative condizioni sperimentali.

Nome prova	Quantità (g)	Pressione (bar (g))	Distanza tra i sensori (mm)
1A	0,65	7	~ 6
1B	0,65	7	~ 6
1C	0,65	7	~ 6
1D	0,65	7	~ 6
1E	0,65	7	~ 6
1F	0,50	7	~ 6
1G	0,50	7	~ 6
1H	0,51	7	~ 6
1I	0,50	7	~ 6
1L	0,99	7	~ 6
1M	1,00	7	~ 6
1N	0,25	7	~ 6
1O	0,25	7	~ 6
1P	0,25	3,5	~ 10
1Q	0,25	3,5	~ 6
1R	1,01	3,5	~ 6
1S	1,00	3,5	~ 6
1T	1,00	3,5	~ 6
1U	1,00	7	~ 6
1V → 2Y	1,00	7	~ 65
1Z → 2W	1,00	7	~ 65
2A	0,40	7	~ 65
2B	0,30	7	~ 65
2C	0,30	7	~ 65
2D	0,30	3,5	~ 65
2E	0,30	2,3	~ 65
2F	0,40	2,3	~ 65

2G	0,20	2,3	~ 65
2H	0,30	7	~ 65
2I	0,30	7	~ 65
2L	0,30	3,5	~ 65
2M	0,30	3,5	~ 65
2N	0,40	7	~ 65
2O	0,40	7	~ 65
2P	0,40	3,5	~ 65
2Q	0,40	3,5	~ 65
2R	0,40	3,5	~ 65
2S	0,20	7	~ 65
2T	0,20	7	~ 65
2U	0,20	7	~ 65
2V	0,20	2,3	~ 65
2Z	0,20	2,3	~ 65
3A	0,50	7	~ 65
3B	0,50	7	~ 65
3C	0,50	7	~ 65
3D	0,50	3,5	~ 65
3E	0,50	3,5	~ 65
3F	0,50	3,5	~ 65
3G	0,25	7	~ 65
3H	0,25	7	~ 65
3L	0,25	3,5	~ 65
3M	0,25	3,5	~ 65
3N	0,25	3,5	~ 65
3O	0,25	2,3	~ 65
3P	0,25	2,3	~ 65
3Q	0,25	2,3	~ 65
3R	0,75	7	~ 65
3S	0,75	7	~ 65
3T	0,75	7	~ 65
3U	0,75	3,5	~ 65
3V	0,75	3,5	~ 65
3Z	0,75	3,5	~ 65
4A	0,25	7	~ 65
4B	0,25	7	~ 65
4C	0,25	7	~ 65
4D	0,25	3,5	~ 65
4E	0,25	3,5	~ 65

4F	0,25	3,5	~ 65
4G	0,25	2,3	~ 65
4H	0,25	2,3	~ 65
4I	0,25	2,3	~ 65
4L	0,50	7	~ 65
4M	0,50	7	~ 65
4N	0,50	7	~ 65
4O	0,50	3,5	~ 65
4P	0,50	3,5	~ 65
4Q	0,50	3,5	~ 65
4R	0,50	2,3	~ 65
4S	0,50	2,3	~ 65
4T	0,50	2,3	~ 65
4U	0,75	7	~ 65
4V	0,75	7	~ 65
4Z	0,75	7	~ 65
4J	0,75	3,5	~ 65
4K	0,75	3,5	~ 65
4W	0,75	3,5	~ 65
4X	0,75	2,3	~ 65
4Y	0,75	2,3	~ 65
4XZ	0,75	2,3	~ 65

## 5. Risultati

Utilizzando la metodica descritta in 4.3, nell'ambito di questa tesi ho registrato circa 360 serie di dati dei quali quelli utilizzati sono circa 270 le cui condizioni sperimentali sono indicate in tabella 3. In ogni esperimento, l'intensità del segnale è stata registrata con una frequenza di circa 300 acquisizioni al secondo per un arco temporale utile allo svolgimento del fenomeno (inferiore a 20 secondi).

### 5.1 Concentrazione

Nella discussione di tutti i dati sperimentali, i valori dei segnali elettrici prodotti dal sistema di rivelazione costituito dai due fotodiodi sono stati trattati come se fossero valori di intensità della radiazione ( $I$ ) che raggiunge il rivelatore. In pratica, il massimo valore del suddetto parametro si considera pari a  $I_0$ , corrispondente cioè alla situazione in cui non si ha attenuazione della radiazione. Considerato ciò, ad ogni istante è possibile calcolare mediante l'equazione 5 i valori della trasmittanza ( $T$ ) e da questi quelli dell'assorbanza ( $A$ ) (equazione 6), che sono quelli che maggiormente interessano per le correlazioni con i parametri sperimentali:

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (5)$$

$$A = -\log T = -\log \frac{I}{I_0} \quad (6)$$

#### 5.1.1 Serie 1

Ai dati ottenuti con la metodica descritta in 4.3 e registrati sul computer relativi alla Serie 1, cioè quella registrata con i sensori posti ad una distanza di 6 mm, è stata applicata la legge di Lambert-Beer utilizzando come valore di  $I_0$  la media delle misure antecedenti la dispersione e come valore di  $I$  quello relativo al minimo misurato. I valori di assorbanza ottenuti da 5 successive misurazioni effettuate con 0,65 g di polvere, corrispondente ad una concentrazione teorica pari  $542 \text{ g/m}^3$ , e pressione del getto d'aria pari a 7 bar sono riportati in tabella 4.

**Tabella 4.** Misure della massima assorbanza per 5 campioni a parità di condizioni di prova (quantità 0,65g e pressione 7 bar (g))

Nome prova	Quantità (g)	Pressione (bar (g))	Assorbanza massima
1A	0,65	7	0,855
1B	0,65	7	0,567
1C	0,65	7	0,798
1D	0,65	7	0,402
1E	0,65	7	0,962
Media delle assorbanze massime $\bar{A}$			0,717
$\sigma_A$			0,204
$\sigma_A\%$			28,4

I valori di assorbanza riportati in tabella 4 fanno riferimento ai dati ottenuti dalla prima dispersione di ciascuna prova cioè quella ottenuta con la strumentazione pulita. È già evidente come i valori di assorbanza ottenuti non siano molto riproducibili, nonostante i parametri sperimentali utilizzati fossero gli stessi. Tuttavia, questo potrebbe dipendere dal fatto che la concentrazione della nube di polvere fra i sensori non sia la stessa nelle varie prove in quanto la dispersione pneumatica, come noto, genera una distribuzione non omogenea e riproducibile.

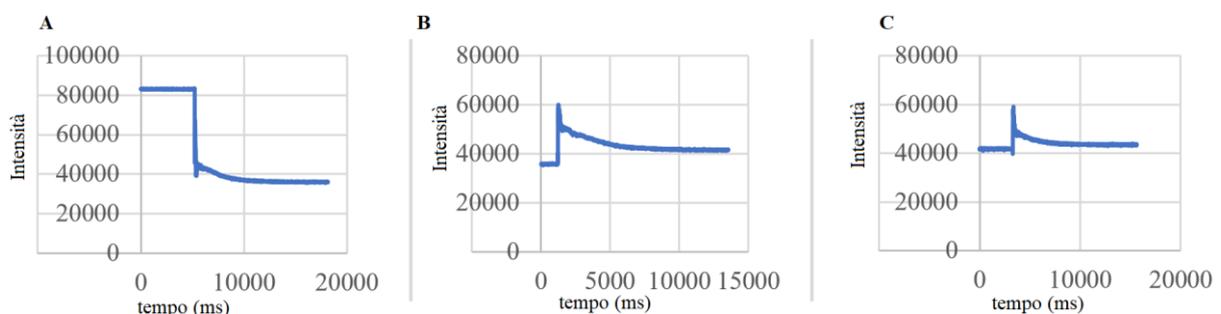
Un altro set di misure è stato effettuato riducendo la quantità di polvere a 0,5 g, corrispondente ad una concentrazione teorica pari  $417 \text{ g/m}^3$ , e mantenendo costanti gli altri parametri (distanza fra i sensori a 6 mm e pressione dello sbuffo d'aria a 7 bar). Sono stati ottenuti i seguenti valori di assorbanza (Tabella 5):

**Tabella 5.** Misure di assorbanza massima per 4 campioni a parità di condizioni di prova (quantità 0,5g e pressione 7 bar (g))

Nome prova	Quantità (g)	Pressione (bar (g))	Assorbanza massima
<b>1F</b>	0,5	7	0,517
<b>1G</b>	0,5	7	0,237
<b>1H</b>	0,5	7	0,225
<b>1I</b>	0,5	7	0,207
<b>Media delle assorbanze massime <math>\bar{A}</math></b>			<b>0,297</b>
<b><math>\sigma_A</math></b>			<b>0,128</b>
<b><math>\sigma_A\%</math></b>			<b>43,087</b>

Anche relativamente a questo secondo set di misure non si può affermare che i valori ottenuti siano riproducibili, ciononostante si evidenzia un valor medio di assorbanza ( $\bar{A}_{0,5g,7bar} = 0,297$ ) inferiore a quello del primo set di misure ( $\bar{A}_{0,65g,7bar} = 0,717$ ) il che è positivo in quanto il valore di assorbanza, secondo la Legge di Lambert Beer è funzione lineare della concentrazione ( $A = \epsilon_\lambda \cdot C \cdot \ell$ ), quindi in questo caso, decresce al diminuire della quantità di polvere utilizzata.

Come già anticipato, relativamente alle prove della Serie 1, la forma delle curve cambia completamente tra la prima dispersione e le successive.



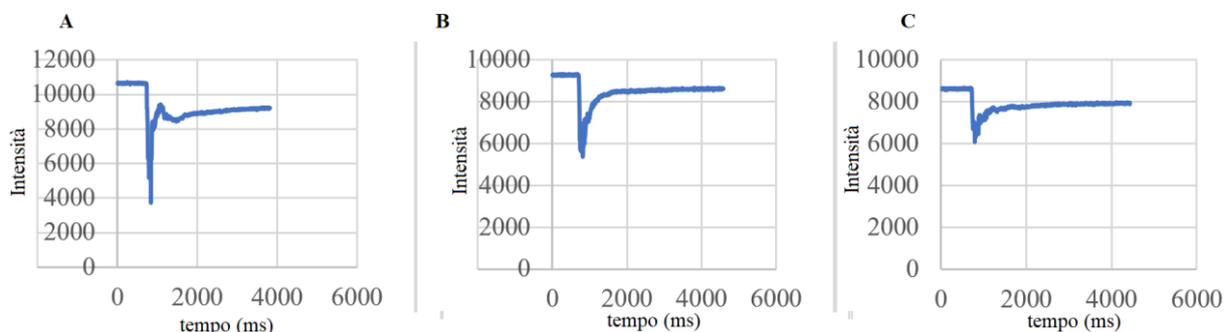
**Figura 36:** A) Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo effettuata nel tubo di Hartmann pulito con sensori a 6 mm relativo alla prima dispersione  
 B) Andamento relativo alla seconda dispersione  
 C) Andamento relativo alla terza dispersione

Nella prima curva (figura 36 A) si evidenzia un'attenuazione marcata del segnale corrispondente ad una quasi verticale, passando, nel momento in cui si esegue la dispersione da un segnale di circa 83000 ad uno di circa 39000, per poi diminuire lentamente nel tempo e raggiungere un valore circa asintotico a 36000. Ed è proprio da quest'ultimo valore che inizia la seconda curva (figura 36 B), il che mette in luce come i sensori inizialmente puliti (figura 36 A) che registravano valori intorno a 83000 si siano sporcati nel corso della prova per cui nella seconda curva si parte da un valore notevolmente più basso (36000). Inoltre, in questa seconda curva il segnale anziché attenuarsi si rafforza, in quanto ci si sposta a valori maggiori (circa 60000), nel momento in cui viene effettuata la dispersione. Ciò è causato dal fatto che lo sbuffo utilizzato per la dispersione ripulisce parzialmente i sensori che quindi registrano valori più elevati che successivamente si attenuano nel tempo a causa della sedimentazione della polvere. Andamento simile a quello della seconda curva ha anche la terza (figura 36 C) e la ragione è esattamente la stessa.

### 5.1.2 Serie 2, 3 e 4

Poiché la differenza sostanziale apportata alla strumentazione è quella relativa alla distanza tra i sensori che è diversa fra la serie 1 (6 mm) e le successive (65 mm) si è scelto di raggruppare i dati ottenuti dagli esperimenti delle serie 2, 3 e 4 e trattarli insieme. Questo è stato possibile in quanto le altre modifiche apportate al sistema, che caratterizzano la diversa nomenclatura delle serie (2-3-4) si è osservato non avevano influenza significativa sui dati registrati.

Con questa nuova disposizione dei sensori è possibile osservare che prove successive, non intervallate da operazioni di pulizia, permettono di ottenere curve dall'andamento simile (Figure 37 A, B, C).



**Figura 37:** A) Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo relativo alla prima dispersione effettuata nel tubo di Hartmann pulito con sensori a 65 mm  
 B) Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo relativo alla seconda dispersione  
 C) Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo relativo alla terza dispersione

Essendo infatti in questo caso i sensori posti in posizione più protetta rispetto a quella delle prove precedenti (Serie 1) non si osserva l'effetto di pulizia legato allo sbuffo d'aria.

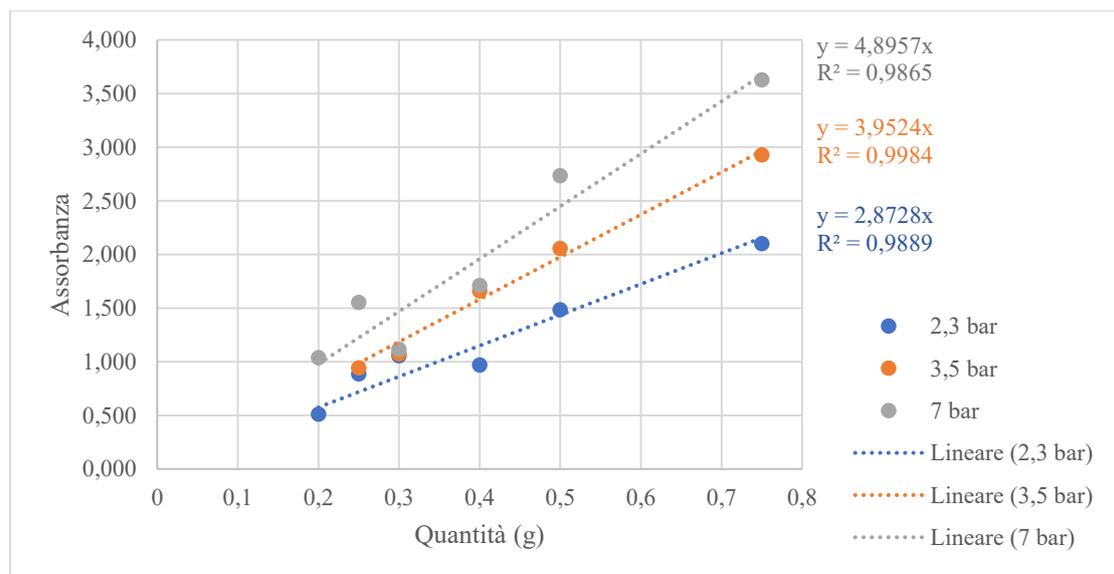
Per tutte le serie di misure è stato calcolato il valore di assorbanza, applicando la legge di Lambert-Beer e utilizzando come valore di  $I_0$  la media delle misure antecedenti la dispersione e come valore di  $I$  quello relativo al minimo misurato. Poiché in questo caso, il numero di prove era elevato, piuttosto che riportare il dato di assorbanza relativo al singolo esperimento, in

tabella 6 si è preferito inserire il valor medio di assorbanza ottenuto da prove effettuate nelle stesse condizioni sperimentali (quantità di polvere e pressione di iniezione).

**Tabella 6.** Valori medi dei massimi valori di assorbanza di più prove a parità di condizioni sperimentali

Quantità (g)	Pressione (bar (g))		
	2,3	3,5	7
	<b>Media delle assorbanze massime <math>\bar{A}</math></b>		
<b>0,2</b>	0,513	ND	1,039
<b>0,25</b>	0,888	0,942	1,554
<b>0,3</b>	1,056	1,074	1,115
<b>0,4</b>	0,969	1,661	1,711
<b>0,5</b>	1,486	2,057	2,733
<b>0,75</b>	2,100	2,928	3,629

I valori medi delle assorbanze massime riportati in tabella 6 sono stati diagrammati (figura 38) in funzione delle quantità di polvere.



**Figura 38:** Assorbanza in funzione della quantità di polvere e della pressione di iniezione

Come si può osservare, esiste una buona correlazione ( $R^2 > 0,986$ ) tra le quantità di polvere e l'assorbanza coerentemente con il fenomeno descritto dalla legge di Lambert-Beer. Inoltre, si osserva anche che a parità di quantità, l'assorbanza aumenta all'aumentare della pressione di iniezione. In questo caso la linearità (assorbanza Vs pressione) a parità di quantità non è rispettata. Tuttavia, andrebbero ripetute le prove utilizzando un maggior numero di esperimenti e misurando in maniera più accurata la pressione, infatti le principali incertezze delle suddette misure sono dovute all'imprecisione della misura di pressione, alla pulizia dei sensori e all'eventuale perdita di polvere.

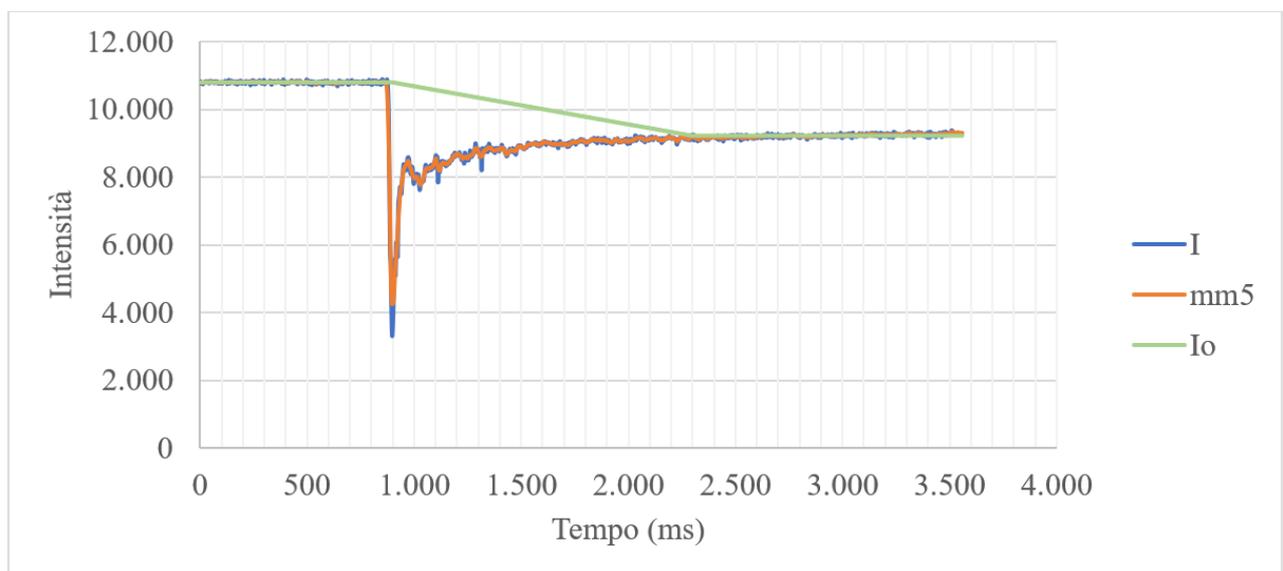
Volendo valutare l'andamento della concentrazione nel tempo si è scelto di suddividere il passaggio della nube tra i sensori in due fasi:

- La prima fase è quella di risalita della nube. Quando la polvere viene dispersa mediante iniezione d'aria si ha la formazione della nube e la risalita lungo il tubo, caratterizzata da un'elevata turbolenza ed un brusco aumento nel valore di assorbanza (figura 40). In questa fase assumiamo lo sporcamento dei sensori trascurabile, in quanto si immagina che il getto d'aria in pressione sia abbastanza efficace nel limitare l'adesione delle particelle ai sensori.
- La seconda fase è quella in cui la polvere inizia a sedimentare entro l'apparecchiatura andando quindi a sporcare la stessa e quindi anche i sensori.

Pertanto, si è scelto di considerare come intensità  $I_0$  non un unico valore, come nei casi precedenti, ma diverso a seconda della fase e nello specifico:

- per la prima fase è stato considerato costante e pari al valore della media effettuata sui valori delle intensità misurate dal tempo zero al tempo corrispondente al minimo;
- per la seconda fase cioè quella in cui i sensori iniziano a sporcarsi è stato considerato un valore linearmente decrescente a partire da quello della prima fase fino all'inizio della terza;
- infine, l'ultimo valore per  $I_0$  è stato ottenuto come media degli ultimi valori di intensità registrati e cioè a partire da quando il segnale torna ad essere costante.

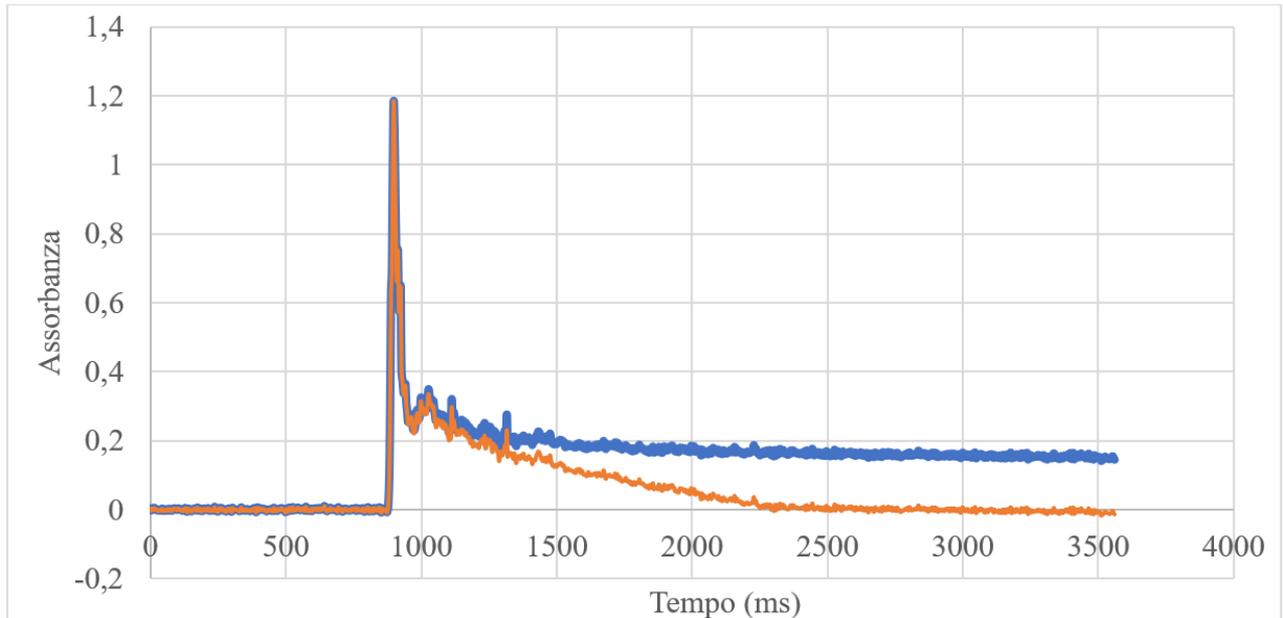
In figura 39 la spezzata verde rappresenta il valore di  $I_0$  ottenuto come appena descritto per la curva 2T1 cioè quella ottenuta con 0,2 g di polvere ed una pressione di 7 bar (g).



**Figura 39:** Curva blu: Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo relativo alla prima dispersione effettuata nel tubo di Hartmann pulito con sensori a 65 mm per 0,2 g di polvere e pressione di iniezione di 7 bar (g). Curva arancione: Andamento della media mobile di ordine 5 centrata dell'intensità della radiazione Curva verde: Valori di  $I_0$  utilizzati nel calcolo dell'assorbanza

Utilizzando come valori per  $I_0$  quelli mostrati in figura 39 (linea verde) si ricava l'andamento dell'assorbanza in funzione del tempo osservabile in figura 40 (curva arancione).

Come si vede l'utilizzo di questo artificio sul valore di  $I_0$  permette di correggere l'effetto provocato dal deposito di polvere sui sensori. La curva blu in figura 40 rappresenta l'andamento dell'assorbanza considerando per  $I_0$  un valore costante e uguale alla media dei valori di  $I$  prima della dispersione.



**Figura 40:** Curva blu: Assorbanza in funzione del tempo, utilizzando un valore costante di  $I_0$   
 Curva arancione: Assorbanza in funzione del tempo corretta utilizzando valori differenti di  $I_0$

## 5.2 Durata transitorio

I dati raccolti sono stati utilizzati anche per valutare l'arco di tempo che intercorre fra il passaggio della nube di polvere tra i sensori in risalita e la fine della sedimentazione.

Per questa trattazione sono stati esclusi i dati relativi alla Serie 1 in quanto la disposizione dei sensori, come già detto, rendeva problematica l'interpretazione dei risultati.

### 5.2.1 Metodo 1 – Individuazione transitorio

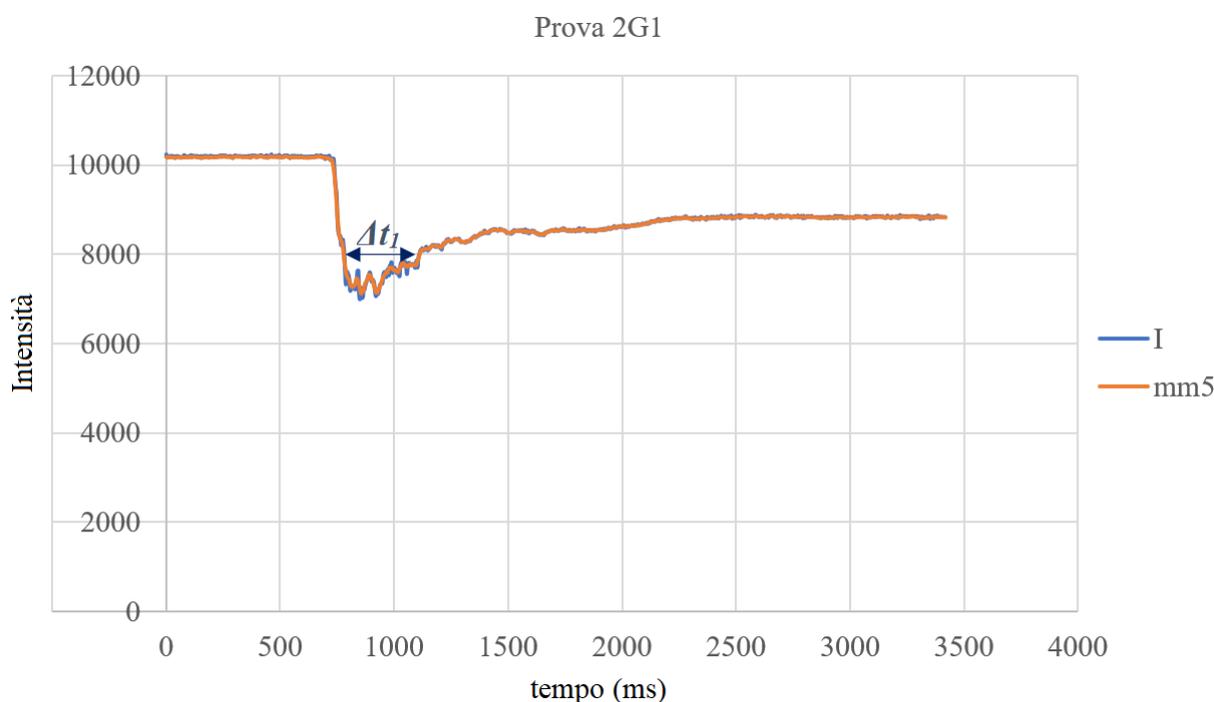
Per valutare la durata del transitorio sopra definito è stato individuato un criterio basato sulla variazione della derivata dell'intensità luminosa misurata. Innanzitutto, si è ritenuto opportuno considerare una media mobile a 5 elementi, centrata, dei dati relativi all'intensità luminosa registrata al fine di limitare le oscillazioni dovute al rumore.

Sono state effettuate delle prove con medie mobili con un numero di elementi inferiore e superiore a quello prima accennato, tuttavia quella a 5 elementi si è rivelata la più utile allo scopo in quanto rappresentativa del miglior compromesso fra le esigenze di avere una curva poco suscettibile ai rumori ma sensibile alle variazioni significative.

Successivamente è stata calcolata la derivata della media mobile rispetto al tempo e sulla stessa è stato applicato un criterio utile ad individuare l'inizio e la fine del transitorio. Mentre l'individuazione del tempo a cui ha inizio il transitorio è abbastanza semplice, la determinazione del tempo finale, cioè quello a cui la nube può considerarsi esaurita, è complessa in quanto il segnale è parecchio oscillante.

Le cause di segnali così oscillanti potrebbero essere diverse: turbolenza, sporcamento e segnali spuri. Per evitare di determinare in maniera soggettiva la fine del transitorio, in una prima fase, si è deciso di considerare le derivate positive, in quanto indice dell'esaurirsi del fenomeno, e fra queste selezionare quella maggiore di un certo valore come soglia, così da poter affermare che le variazioni successive potessero essere di entità trascurabile e quindi ritenere il fenomeno stazionario a partire dalla soglia. Il suddetto valore soglia è stato definito, per ciascuna curva, in funzione delle oscillazioni del segnale a partire dal tempo corrispondente al punto di minimo dell'intensità della radiazione. Dalle molteplici prove effettuate, l'indice che si è dimostrato più efficace allo scopo è risultato la radice quadrata della deviazione standard.

Ad esempio, con questa metodica per la curva relativa alla prova 2G1 riportata in figura 41 si individua l'inizio del transitorio a 730 ms e la fine a 1108 ms per cui la durata del transitorio per la curva in questione sarà pari a 378 ms.



**Figura 41:** Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo relativo alla prima dispersione effettuata nel tubo di Hartmann pulito con sensori a 65 mm per 0,2 g di polvere e pressione di iniezione di 2,3 bar (g).  $\Delta t_1$  indica il transitorio individuato

Applicando lo stesso criterio a tutte le curve si è cercato di valutare l'influenza della quantità di polvere e della pressione di iniezione dell'aria sulla durata del transitorio.

I valori dei transitori individuati con la metodica suddetta ed espressi in millisecondi sono riportati nelle tabelle 7,8,9,10 e 11.

In tabella 7 sono raccolti i valori dei transitori ottenuti dalle prove condotte con 0,25 g di polvere e pressione di iniezione dell'aria di 2,3 bar. Dove  $\Delta t_1$ ,  $\Delta t_2$  e  $\Delta t_3$  si riferiscono ai transitori calcolati rispettivamente per le tre dispersioni successive condotte nell'ambito dello stesso esperimento.

**Tabella 7.** Quantità:0,25g Pressione:2,3bar

Nome prova	$\Delta t_1$ (ms)	$\Delta t_2$ (ms)	$\Delta t_3$ (ms)
<b>3O</b>	262	274	327
<b>3P</b>	245	229	295
<b>3Q</b>	335	199	419
<b>4G</b>	248	192	321
<b>4H</b>	317	332	213
<b>4I</b>	303	257	284
<b><math>\overline{\Delta t}</math></b>	<b>285</b>	<b>247</b>	<b>310</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}</math></b>	<b>32</b>	<b>44</b>	<b>57</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}\%</math></b>	<b>11</b>	<b>18</b>	<b>18</b>
<b><math>\overline{\Delta t}_{tot}</math></b>	<b>281</b>		
<b><math>\sigma_{tot}</math></b>	<b>26</b>		
<b><math>\sigma_{tot}^*\%</math></b>	<b>9</b>		

Analogamente, in tabella 8 sono raccolti i valori dei transitori ottenuti dalle prove condotte con 0,75 g di polvere e pressione di iniezione dell'aria di 2,3 bar.

**Tabella 8.** Quantità:0,75g Pressione:2,3bar

Nome prova	$\Delta t_1$ (ms)	$\Delta t_2$ (ms)	$\Delta t_3$ (ms)
<b>4X</b>	344	273	376
<b>4Y</b>	352	270	316
<b>4XZ</b>	202	230	408
<b><math>\overline{\Delta t}</math></b>	<b>300</b>	<b>257</b>	<b>367</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}</math></b>	<b>69</b>	<b>20</b>	<b>38</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}\%</math></b>	<b>23</b>	<b>8</b>	<b>10</b>
<b><math>\overline{\Delta t}_{tot}</math></b>	<b>308</b>		
<b><math>\sigma_{tot}</math></b>	<b>45</b>		
<b><math>\sigma_{tot}^*\%</math></b>	<b>15</b>		

Tutte le tabelle a seguire (9,10 e 11) sono costruite analogamente alle precedenti per cui si omette qualsiasi spiegazione e si riportano le condizioni relative a ciascun gruppo di prove direttamente nell'intestazione della corrispondente tabella.

**Tabella 9.** Quantità:0,75g Pressione:7 bar

<b>Nome prova</b>	<b><math>\Delta t_1</math> (ms)</b>	<b><math>\Delta t_2</math> (ms)</b>	<b><math>\Delta t_3</math> (ms)</b>
<b>3R</b>	240	331	295
<b>3S</b>	430	241	268
<b>3T</b>	216	368	135
<b>4U</b>	248	355	239
<b>4V</b>	647	357	328
<b>4Z</b>	166	508	209
<b><math>\overline{\Delta t}</math></b>	<b>325</b>	<b>360</b>	<b>246</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}</math></b>	<b>166</b>	<b>79</b>	<b>62</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}\%</math></b>	<b>51</b>	<b>22</b>	<b>25</b>
<b><math>\overline{\Delta t}_{tot}</math></b>	<b>310</b>		
<b><math>\sigma_{tot}</math></b>	<b>48</b>		
<b><math>\sigma_{tot}^*\%</math></b>	<b>15</b>		

**Tabella 10.** Quantità:0,4g Pressione:7 bar

<b>Nome prova</b>	<b><math>\Delta t_1</math> (ms)</b>	<b><math>\Delta t_2</math> (ms)</b>	<b><math>\Delta t_3</math> (ms)</b>
<b>2A</b>	169	163	403
<b>2N</b>	444	351	237
<b>2O</b>	352	443	248
<b><math>\overline{\Delta t}</math></b>	<b>322</b>	<b>319</b>	<b>296</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}</math></b>	<b>114</b>	<b>117</b>	<b>76</b>
<b><math>\sigma_{\Delta t}\%</math></b>	<b>35</b>	<b>37</b>	<b>26</b>
<b><math>\overline{\Delta t}_{tot}</math></b>	<b>312</b>		
<b><math>\sigma_{tot}</math></b>	<b>12</b>		
<b><math>\sigma_{tot}^*\%</math></b>	<b>4</b>		

**Tabella 11.** Quantità:0,5g Pressione:7 bar

Nome prova	$\Delta t_1$ (ms)	$\Delta t_2$ (ms)	$\Delta t_3$ (ms)
<b>3A</b>	401	277	181
<b>3B</b>	350	227	166
<b>3C</b>	226	306	359
<b>4L</b>	377	374	364
<b>4M</b>	378	441	364
<b>4N</b>	309	351	237
$\overline{\Delta t}$	340	329	279
$\sigma_{\Delta t}$	59	69	86
$\sigma_{\Delta t}\%$	17	21	31
$\overline{\Delta t}_{tot}$	<b>316</b>		
$\sigma_{tot}$	<b>27</b>		
$\sigma_{tot}^*\%$	<b>8</b>		

Per brevità non state riportate le tabelle relative alle prove effettuate con altre combinazioni dei parametri sperimentali poiché forniscono risultati simili a quelli mostrati nelle tabelle di cui sopra. Considerato ciò, si può concludere che il valore del transitorio calcolato con la metodica descritta precedentemente non varia né con la quantità di polvere utilizzata nella prova né con le pressioni di iniezione e si attesta su un valor medio di circa 300 ms.

Questo valore non è tuttavia in accordo con il risultato derivante dal calcolo teorico della velocità terminale di caduta determinata mediante la legge di Stokes (come al paragrafo 3.5) per particelle considerate sferiche. La stessa ha dato come risultato una velocità di caduta pari a 0,0118 m/s per particelle con diametro pari a 26,716  $\mu m$ , corrispondente cioè alla mediana della distribuzione granulometrica, e quindi un tempo di sedimentazione di circa 9700 ms, considerando come densità dell'amido di mais 550 kg/m<sup>3</sup>.

Come spazio di caduta delle particelle sono stati considerati 11,5 cm cioè la metà di 23 cm che è la distanza fra il coperchio dell'apparecchiatura e l'altezza a cui sono posti i sensori, in quanto si considera la polvere distribuita nel volume considerato.

### 5.2.2 Metodo 2 – Individuazione transitorio

In una fase successiva, al fine di ridurre le incertezze dovute al rumore di fondo si è utilizzato un criterio per allineare le curve, basato sull'individuazione del minimo delle stesse. Quindi le curve sono state sovrapposte e mediate punto a punto. In quest'ottica sono stati esclusi dalla trattazione i dati relativi alla prima dispersione in quanto più sporcante, e i restanti sovrapposti a partire dal punto di minimo. Sui dati così trattati si è eseguito un nuovo calcolo di durata del transitorio. Questa volta piuttosto che utilizzare un unico valore soglia dettato da punti caratteristici della curva, si è selezionato manualmente il parametro soglia più adatto al fine di limitare gli errori dovuti all'automatizzazione dei calcoli. Di seguito sono riportati i risultati ottenuti con questa metodica sotto forma di tabelle. In particolare, in tabella 12 sono riportati i

valori medi del transitorio per diverse quantità di polvere. In tabella 13 invece i valori medi fanno riferimento a transitori calcolati a parità di condizioni di pressione.

**Tabella 12.** Durata media del transitorio calcolato col metodo 2

<b>Quantità (g)</b>	<b><math>\overline{\Delta t}</math> (ms)</b>
<b>0,2</b>	642
<b>0,25</b>	582
<b>0,3</b>	647
<b>0,4</b>	538
<b>0,5</b>	858
<b>0,75</b>	797
<b><math>\overline{\Delta t}_{tot}</math></b>	<b>699</b>

**Tabella 13.** Durata media del transitorio calcolato col metodo 2

<b>Pressione (bar (g))</b>	<b><math>\overline{\Delta t}</math> (ms)</b>
<b>2,3</b>	615
<b>3,5</b>	831
<b>7</b>	634
<b><math>\overline{\Delta t}_{tot}</math></b>	<b>699</b>

Questo secondo metodo utilizzato per valutare la durata dei transitori ha evidenziato le carenze del primo, ed ha portato ad una valutazione del tempo medio di durata del fenomeno pari a circa 700 ms.

Anche in questo caso il risultato non era in accordo con il tempo ottenuto dal calcolo della velocità di sedimentazione. Inoltre, questo secondo metodo ha evidenziato come la scelta di soglie opportune fosse difficile da “automatizzare”.

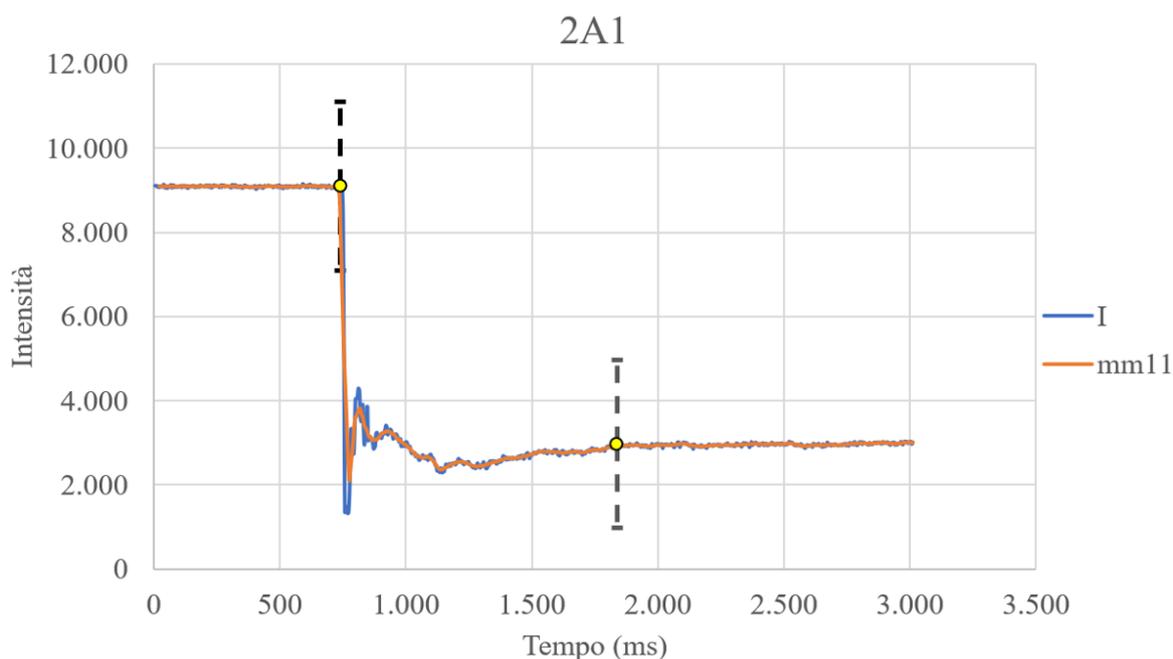
### **5.2.3 Metodo 3 – Individuazione transitorio**

Avendo constatato le criticità dei due metodi precedenti si è provveduto a ricercare un metodo differente, che permettesse di identificare il tempo a cui ha inizio il processo e quello a cui termina. Questo terzo metodo è basato sull’identificazione dei punti a cui si ha uno scostamento significativo fra il valore della media centrata di ordine 11 e la media dei valori antecedenti alla dispersione (sono stati considerati i primi 300 ms) per identificare il punto iniziale e sugli ultimi 500 ms a partire dall’ultimo valore registrato per identificare il punto finale. Originariamente anche la media attraverso cui identificare il tempo iniziale era stata fatta su 500 ms ma poi si è osservato che per alcuni set di esperimenti la dispersione della polvere, che praticamente coincide col brusco crollo dei valori di intensità registrati, iniziava già a valori inferiori rispetto ai 500 ms considerati per cui non poteva essere significativa.

In questo caso, rispetto al primo criterio adottato per l'identificazione del transitorio che prevedeva una media mobile di ordine 5, si è preferito un ordine più elevato (11) in modo da attenuare maggiormente il rumore di fondo.

Anche la variazione percentuale considerata per l'identificazione dei tempi è stata diversificata fra tempo iniziale e finale in quanto il tempo iniziale è facilmente identificabile mediante una soglia di intensità superiore (10%) il che assicura di ridurre i falsi positivi nell'identificazione del tempo iniziale mentre per l'identificazione del tempo a cui il transitorio si considera concluso è stata considerata una soglia bassa (2%).

In figura 42 a titolo di esempio, si riporta la curva relativa alla prova 2A1, cioè quella effettuata utilizzando 0,4 g di polvere e pressione di iniezione pari a 7 bar (g). Le verticali tratteggiate segnalano i punti individuati da quest'ultima metodica per l'inizio e la fine del transitorio. Per questa prova (2A1) il valore di transitorio individuato è pari a 1097 ms.



**Figura 42:** Curva blu) Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo relativo alla prima dispersione effettuata nel tubo di Hartmann pulito con sensori a 65 mm per 0,4 g di polvere e pressione di iniezione di 7 bar (g). Curva arancione) Andamento della media mobile di ordine 11 centrata dell'intensità

Utilizzando quest'ultimo metodo sono stati individuati i valori dei transitori in millisecondi per 204 prove. Nella tabella 14 sono riportati i valori ottenuti per ciascuna prova.

Nell'ambito della stessa prova, i tempi  $\Delta t_1$ ,  $\Delta t_2$  e  $\Delta t_3$  fanno riferimento a dispersioni successive effettuate nelle stesse condizioni sperimentali.

**Tabella 14.** Durata dei transitori individuati per ciascuna prova col metodo 3.

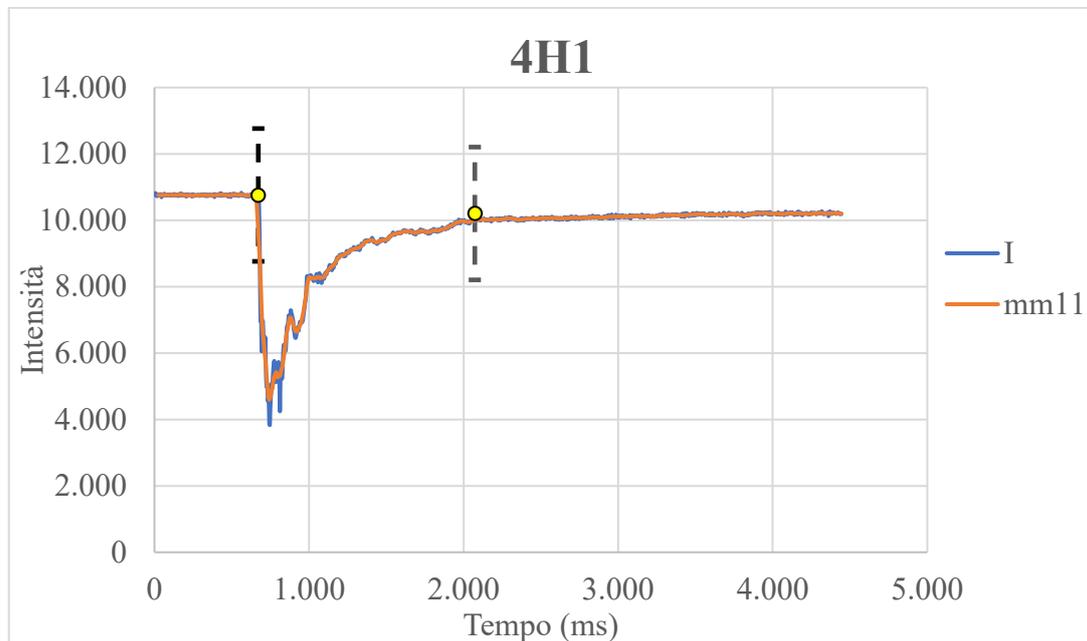
$\Delta t_1$ ,  $\Delta t_2$  e  $\Delta t_3$  fanno riferimento a dispersioni successive effettuate nelle stesse condizioni sperimentali.

Nome prova	Massa (g)	Pressione (bar (g))	$\Delta t_1$ (ms)	$\Delta t_2$ (ms)	$\Delta t_3$ (ms)
2G	0,2	2,3	1322	1033	401
2S	0,2	7	719	585	574
2T	0,2	7	1138	639	388

<b>2U</b>	0,2	7	527	523	590
<b>2V</b>	0,2	2,3	864	414	348
<b>2Z</b>	0,2	2,3	614	445	354
<b>4A</b>	0,25	7	1586	1133	132
<b>4B</b>	0,25	7	861	1034	692
<b>4C</b>	0,25	7	914	1091	881
<b>4D</b>	0,25	3,5	2328	1483	1319
<b>4E</b>	0,25	3,5	2076	1741	1478
<b>4F</b>	0,25	3,5	2091	1267	1083
<b>3G</b>	0,25	7	2876	2267	1899
<b>4G</b>	0,25	2,3	1431	545	1121
<b>3H</b>	0,25	7	2206	1666	1478
<b>4H</b>	0,25	2,3	1401	1141	742
<b>4I</b>	0,25	2,3	1517	1225	725
<b>3L</b>	0,25	3,5	1089	1357	1247
<b>3M</b>	0,25	3,5	1751	1123	1149
<b>3N</b>	0,25	3,5	1343	1189	1208
<b>3O</b>	0,25	2,3	1137	546	1111
<b>3P</b>	0,25	2,3	1086	924	264
<b>3Q</b>	0,25	2,3	1269	1120	690
<b>2B</b>	0,3	7	1892	1618	1035
<b>2C</b>	0,3	7	2189	2967	1951
<b>2D</b>	0,30	3,5	2585	1405	1729
<b>2E</b>	0,3	2,3	1874	860	1350
<b>2H</b>	0,3	7	1994	1503	848
<b>2I</b>	0,3	7	2096	963	1898
<b>2L</b>	0,3	3,5	1880	1036	1152
<b>2M</b>	0,3	3,5	1393	1136	839
<b>2A</b>	0,4	7	1097	2036	1851
<b>2F</b>	0,4	2,3	1109	1564	1042
<b>2N</b>	0,4	7	2084	1358	1302
<b>2O</b>	0,4	7	1709	1913	1324
<b>2P</b>	0,4	3,5	1286	1461	1033
<b>2Q</b>	0,4	3,5	1474	1243	1062
<b>2R</b>	0,4	3,5	1500	1034	746
<b>3A</b>	0,5	7	1206	1749	1759

<b>3B</b>	0,5	7	2314	2039	1710
<b>3C</b>	0,5	7	2952	1544	1834
<b>3D</b>	0,5	3,5	1733	2097	1592
<b>3E</b>	0,5	3,5	2234	1966	1872
<b>3F</b>	0,5	3,5	2696	1905	1885
<b>4L</b>	0,5	7	3138	2520	2395
<b>4M</b>	0,5	7	2888	2239	2424
<b>4N</b>	0,5	7	2097	2045	2157
<b>4O</b>	0,5	3,5	2082	1392	1375
<b>4P</b>	0,5	3,5	2818	1502	1604
<b>4Q</b>	0,5	3,5	2300	1975	1264
<b>4R</b>	0,5	2,3	1643	591	871
<b>4S</b>	0,5	2,3	1951	1155	760
<b>4T</b>	0,5	2,3	1347	1183	1036
<b>4J</b>	0,75	3,5	2241	1891	1175
<b>4K</b>	0,75	3,5	2723	2253	1888
<b>3R</b>	0,75	7	2654	2224	2516
<b>3S</b>	0,75	7	3735	1999	2347
<b>3T</b>	0,75	7	2741	2410	2883
<b>3U</b>	0,75	3,5	2375	1816	1890
<b>4U</b>	0,75	7	3974	3270	2755
<b>3V</b>	0,75	3,5	1508	2076	1610
<b>4V</b>	0,75	7	3661	1968	2724
<b>4W</b>	0,75	3,5	3621	3494	2261
<b>4X</b>	0,75	2,3	1722	1860	1657
<b>4XZ</b>	0,75	2,3	2595	2846	1525
<b>4Y</b>	0,75	2,3	3141	739	1378
<b>3Z</b>	0,75	3,5	1853	1466	1664
<b>4Z</b>	0,75	7	2742	2932	1897

In figura 43 è riportato un ulteriore esempio di transitorio individuato dal metodo 3 pari a 1401 ms e relativo alla prova 4H1, cioè quella effettuata utilizzando 0,25 g di polvere e pressione di 2,3 bar (g).



**Figura 43:** Curva blu) Andamento dell'intensità della radiazione nel tempo relativo alla prima dispersione effettuata nel tubo di Hartmann pulito con sensori a 65 mm per 0,25 g di polvere e pressione di iniezione di 2,3 bar (g). Curva arancione) Andamento della media mobile di ordine 11 centrata dell'intensità

La media dei dati di tabella 14, raggruppati in funzione delle quantità, è riportata in tabella 15. Il numero di prove su cui è stata calcolata ogni media è riportato nell'ultima colonna di tabella 15. Si può notare come mediamente il valore del transitorio aumenti con la quantità di materiale e diminuisca per prove successive.

**Tabella 15.** Durata media dei transitori individuati col metodo 3 al variare delle quantità. L'ultima colonna riporta su quante prove è effettuata ciascuna media.

Quantità (g)	$\overline{\Delta t_1}$ (ms)	$\overline{\Delta t_2}$ (ms)	$\overline{\Delta t_3}$ (ms)	Numero di prove
0,2	864	607	443	6
0,25	1586	1227	1013	17
0,3	1988	1436	1350	8
0,4	1465	1516	1194	7
0,5	2227	1727	1636	15
0,75	2752	2216	2011	15
$\overline{\Delta t_{tot}}$	1956	1555	1379	Prove totali: 68

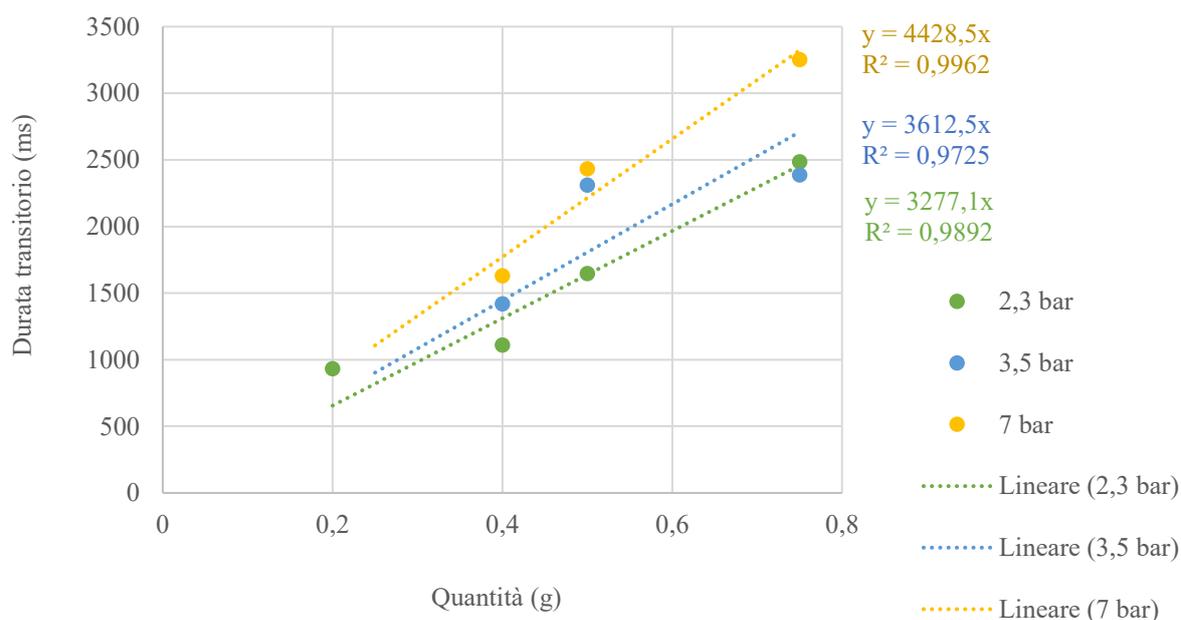
Similmente a quanto appena fatto per la quantità, gli stessi dati di tabella 14, sono stati raggruppati in funzione delle pressioni di iniezione e le medie ottenute sono riportate in tabella

16. Il numero di prove su cui è stata calcolata ogni media è riportato nell'ultima colonna di tabella 16. Anche in questo caso si può notare come mediamente il valore del transitorio aumenti con la pressione e diminuisca per prove successive.

**Tabella 16.** Durata media dei transitori individuati col metodo 3 al variare della pressione. L'ultima colonna riporta su quante prove è effettuata ciascuna media.

Quantità (g)	$\overline{\Delta t_1}$ (ms)	$\overline{\Delta t_2}$ (ms)	$\overline{\Delta t_3}$ (ms)	Numero di prove
2,3	1531	1070	904	17
3,5	2041	1638	1422	24
7	2148	1787	1639	27
$\overline{\Delta t_{tot}}$	1956	1555	1379	Prove totali: 68

I risultati ottenuti con questo metodo e riportati precedentemente sotto forma di tabelle sono stati diagrammati in figura 44 e si evidenzia una correlazione fra la quantità di materiale e la durata del transitorio, anche se per ottenere punti ben allineati è stato necessario non considerare le serie di misure a 0,25 e 0,3 grammi. Considerato ciò si ottengono delle rette con  $R^2$  compreso fra 0,972 e 0,996.



**Figura 44:** Durata media del transitorio in funzione della quantità di polvere e della pressione di iniezione

Sebbene non verificato per ciascuna prova, si nota che, mediamente, la durata del transitorio cresce sia in funzione della quantità di polvere che in funzione della pressione.

Questi risultati sono quasi certamente gli unici capaci di descrivere con un certo grado di affidabilità il fenomeno fisico. Infatti, che una maggior pressione di iniezione dovesse avere una certa influenza sulla durata del transitorio era da immaginare in quanto questa induce una maggior turbolenza della nuvola di polvere che quindi impiegherà più tempo a decadere.

Inoltre, una pressione di iniezione maggiore, come verificato da diversi autori (8), spesso comporta diametri medi delle particelle inferiori e conseguenti tempi impiegati per la sedimentazione più lunghi. La pressione di dispersione dell'aria infatti, insieme al ritardo di accensione, costituiscono i fattori principali nella determinazione del livello di turbolenza pre-ignizione (3).

Come già intuibile dai dati riportati nelle tabelle 15 e 16 si nota che la durata del transitorio diventa sempre più breve via via che si effettuano dispersioni successive nell'ambito della stessa prova. Ciò può essere spiegato col fatto che, al susseguirsi delle prove, parte del campione viene perso. In parte perché fuoriesce dall'apparecchiatura, che sebbene chiusa superiormente limita ma non impedisce la fuoriuscita della polvere, e in parte perché questa aderisce stabilmente alle pareti interne del tubo. Le medie complessive sono riportate in tabella 17.

**Tabella 17.** Durata media dei transitori per dispersioni successive

$\overline{\Delta t_1}(ms)$	$\overline{\Delta t_2}(ms)$	$\overline{\Delta t_3}(ms)$
<b>1956</b>	<b>1555</b>	<b>1379</b>

Oltre a tutti i riscontri positivi già elencati per quest'ultimo metodo, rispetto ai precedenti si nota anche un migliore accordo col tempo di sedimentazione calcolato dalla legge di Stokes (equazione 4). Come già riportato, la stessa fornisce una velocità di caduta pari a 0,0118 m/s per particelle con diametro pari a 26,716  $\mu m$ , corrispondente cioè alla mediana della distribuzione granulometrica, e quindi un tempo di sedimentazione di circa 9700 ms, utilizzando come densità dell'amido di mais un valore di 550 kg/m<sup>3</sup>. Come spazio di caduta delle particelle sono stati considerati 11,5 cm cioè la metà di 23 cm che è la distanza fra il coperchio dell'apparecchiatura e l'altezza a cui sono posti i sensori, in quanto si considera la polvere distribuita nel volume considerato.



## 6. Conclusioni

Nei circa 200 esperimenti effettuati variando le quantità di polveri iniziali da 0,25 a 0,75 g e le pressioni di iniezione da 2,3 a 7,0 bar (g) è stata misurata l'intensità del segnale con una frequenza di circa 300 acquisizioni al secondo per la durata dell'intero fenomeno. Avendo notato che, con i sensori posti alla distanza scelta inizialmente di 6 mm, i dati relativi a misure effettuate nelle stesse condizioni sperimentali non erano riproducibili si è preferito spostare i diodi ad una distanza di 65 mm, così facendo i sensori risultavano in parte protetti dal deposito delle polveri dando luogo a misure più riproducibili. Pertanto, tutte le misure di intensità della radiazione sono state effettuate con questa configurazione del dispositivo.

Volendo valutare l'andamento dell'assorbanza nel tempo, si è scelto di operare una correzione sul valore di  $I_0$  che tenesse conto dell'eventuale deposito di polveri sui sensori. Ciò è stato fatto considerando la dispersione costituita da più fasi. Pertanto, si è scelto di considerare diversi valori di intensità  $I_0$  a seconda della posizione nella curva che rappresenta l'intensità della radiazione che raggiunge il rivelatore. Per la prima fase  $I_0$  è stato considerato costante e pari al valore della media dei valori delle intensità misurate dal tempo zero al tempo corrispondente al minimo. Nella fase successiva, è stato considerato un valore linearmente decrescente a partire da quello della prima fase fino all'inizio della terza. Infine, l'ultimo valore di  $I_0$  è quello ottenuto dalla media degli ultimi valori di intensità registrati e cioè a partire da quando il segnale torna ad essere costante. Questo artificio ha permesso di correggere l'effetto causato dallo sporco dei sensori.

Calcolando l'assorbanza, come descritto precedentemente (paragrafo 5.1), si evince una buona correlazione ( $R^2 > 0,986$ ) con la quantità di polvere utilizzata nell'esperimento, coerentemente alla legge di Lambert-Beer. Inoltre, a parità di quantità di polvere di amido di mais, l'assorbanza aumenta, anche se non linearmente, all'aumentare della pressione di iniezione.

Tuttavia, l'apparecchiatura sperimentale andrebbe completata aggiungendo un sistema per la pulizia dei sensori che consentirebbe non solo di velocizzare le misure ma anche di non dover utilizzare alcun metodo correttivo nella determinazione della concentrazione.

Per quanto riguarda l'individuazione del transitorio sono stati provati tre metodi dei quali l'unico valido a mio avviso risulta quello basato sull'identificazione dei punti a cui si ha uno scostamento significativo fra il valore della media mobile dell'intensità della radiazione e la media dei valori di intensità antecedenti alla dispersione per identificare il punto iniziale e quella sugli ultimi valori per identificare il punto finale. Questo metodo ha portato ad individuare valori del transitorio più lunghi rispetto a quelli ottenuti con gli altri due metodi e che questa volta erano correlati sia alle quantità di polvere utilizzata che alle pressioni. Inoltre, sono anche quelli che più si avvicinano al valore calcolato dalla legge di Stokes per la velocità di sedimentazione. I valori di transitorio individuati ( $\overline{\Delta t_1} = 1956 \text{ ms}$ ,  $\overline{\Delta t_2} = 1555 \text{ ms}$  e  $\overline{\Delta t_3} = 1379 \text{ ms}$ ) corrisponderebbero a particelle di diametro di circa  $60 \mu\text{m}$  per la prima dispersione,  $67 \mu\text{m}$  per la seconda dispersione e  $71 \mu\text{m}$  per la terza dispersione. I risultati di cui sopra sono stati ottenuti considerando una densità dell'amido di mais di  $550 \text{ kg/m}^3$ . Tuttavia, questo dato non è stato ottenuto sperimentalmente sulla polvere utilizzata, ma fa riferimento ad un valore di letteratura. Alcuni autori (34) indicano come valore di densità dell'amido di mais  $1502 \text{ kg/m}^3$ . Utilizzando questo valore di densità, una particella sferica di diametro di  $26,716 \mu\text{m}$  impiegherebbe  $3565 \text{ ms}$  a sedimentare.

Le discrepanze tra i risultati ottenuti e il dato calcolato mediante la legge di Stokes sono da attribuire al fatto che i parametri utilizzati per effettuare i calcoli potrebbero non corrispondere a quelli della polvere effettivamente utilizzata.

È importante notare che i valori dei transitori risultano ben correlati alla quantità di amido di mais ed alle pressioni di iniezione.

In prospettiva futura, per migliorare la raccolta dati sperimentale, sarebbe necessario migliorare il sistema di iniezione, ad esempio sulla falsa riga di quello utilizzato da Murillo nei suoi esperimenti (paragrafo 3.2.1) in maniera tale da poter regolare la pressione di iniezione in maniera più accurata e quindi rendere più riproducibili i dati sperimentali e le conseguenti correlazioni.

Particolare attenzione andrebbe posta anche al contenuto di umidità delle polveri. Infatti, non solo questa gioca un ruolo fondamentale nell'influenzare il comportamento della nube (paragrafo 1.3.1) ma l'acqua è anche in grado di assorbire nel campo della radiazione infrarossa, infatti alcuni strumenti per la misura dell'umidità delle polveri sono basati proprio su questo principio. Quando la radiazione IR viene fatta passare attraverso il materiale, la molecola d'acqua diventa risonante a determinate frequenze e l'energia assorbita risulta una misura del contenuto di umidità. Pertanto, sarebbe opportuno condurre gli esperimenti utilizzando polveri a umidità nota e in condizioni ambientali non troppo dissimili fra i vari esperimenti e che non si discostino troppo dai reali materiali impiegati in ambito industriale.

Inoltre, andrebbero utilizzate polveri con densità e distribuzioni granulometriche diverse, e conseguenti velocità di sedimentazione differenti, per validare il metodo. Le suddette proprietà infatti sono fra quelle che più influiscono sul comportamento delle nubi di polvere. Valutare, infine, la variazione della distribuzione granulometrica in situ, come già effettuato da alcuni autori, potrebbe costituire un altro riferimento utile per la caratterizzazione delle nubi di polvere e per una più corretta individuazione dei parametri di esplosività.

## Bibliografia

1. **Weiwei Wu, Lijuan Liu, Qi Zhang.** A new 20 L experimental vessel for dust explosion and measurement of local concentration. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*. 2017.
2. **Daniele Pugliesi.** [https://it.wikipedia.org/wiki/Esplosione\\_di\\_polveri](https://it.wikipedia.org/wiki/Esplosione_di_polveri). [Online] 20 Ottobre 2012.
3. **Amyotte PR, Eckhoff RK.** Dust explosion causation, prevention and mitigation: an overview. *Journal of Chemical Health & Safety*. 2010.
4. **Eckhoff Rolf K.** *Dust Explosions in the Process Industries*. s.l. : Gulf Professional Publishing/Elsevier Science, 2003. ISBN 0-7506-7602-7.
5. **Alfonso F. Ibarreta, Timothy J. Myers.** Mitigating fire and explosion hazards of powdered metals. *Metal Powder Report* . Vol. 72, 1.
6. **F. Lembo, M. Patrucco, M.L. Debernardi, L. Marmo, R. Tommasini.** *Esplosioni da polveri nei processi di finitura di manufatti in alluminio e leghe nella realtà produttiva ASL 14 VCO: analisi del rischio e misure di prevenzione*. Torino : s.n.
7. **UNI CEI EN ISO/IEC 80079-20-2:2016.** Atmosfere esplosive. *Parte 20-2: Caratteristiche dei materiali – Metodi di prova per polveri combustibili*.
8. **Carlos Murillo.** Experimental and numerical approaches to particles dispersion in a turbulent flow: application to dust explosions. 2016.
9. **ASTM International** . E2019 - 03 (2007). *Standard Test Method for Minimum Ignition Energy of a Dust Cloud in Air*.
10. **FireEx Group.** [http://www.fireex.eu/laboratory\\_i08.htm](http://www.fireex.eu/laboratory_i08.htm). [Online]
11. **Agnès Janes, Jacques Chaineaux, Douglas Carson, Pierre Alexandre Le Lore.** MIKE 3 versus HARTMANN apparatus : comparison of measured minimum ignition energy (MIE). *Journal of Hazardous Materials*. [<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.06.066>], 2008, Vol. 152, 32-39.
12. **IEC 61241-2-3.** Electrical apparatus for use in the presence of combustible dust, Part 2: Tests methods Section 3: Method of determining minimum ignition energy of dust/air mixtures. Geneva : International Electrotechnical Commission, 1994.
13. **Norma UNI EN 13821:2004.** *Determinazione dell'energia minima di accensione delle miscele polvere/aria*.
14. **M. Nifuku, H. Katoh,.** Incendiary characteristics of electrostatic discharge for dust and gas explosion. *J. Loss Prevent*. 2001, Vol. Proc. 14, 547-551.
15. **Masaharu Nifuku, Hiromi Katoh.** A study on the static electrification of powders during pneumatic transportation and the ignition of dust cloud. *Powder Technology*. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(03\)00163-3](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(03)00163-3), 2003, Vol. 135-136, 234-242.
16. **E. Randeberg, R.K. Eckhoff,.** Measurement of minimum ignition energies of dust clouds in the < 1 mJ region. *Journal of Hazardous Materials 140*. 2007. 237-244.
17. **Skjold T.** *Selected Aspects of Turbulence and Combustion in 20-litre Explosion Vessels*. Bergen : University of Bergen, 2003.

18. **Zeeuwen, J. P., and G. F. M. van Laar.** Ignition Sensitivity of Flammable Dust/Air Mixtures. *Proceedings of the International Symposium on the Control of Risks in Handling and Storage of Granular Foods*. 1985.
19. **M.Traoré, O.Dufaud, L.Perrin, S.Chazelet, D.Thomas.** Dust explosions: How should the influence of humidity be taken into account? *Process Safety and Environmental Protection*. 2009, Vol. 87, 14-20.
20. **Eckhoff R. K., K. P. Mathisen.** A Critical Examination of the Effect of Dust Moisture on the Rate of Pressure Rise in Hartmann Bomb Tests. *Fire Research*. 1977/1978. Vol. 1, 273-280.
21. **Cross, J., & Farrer, D.** Dust Explosions. Boston : Springer , 1982.  
<http://link.springer.com/10.1007/978-1-4615-6869-8>.
22. **Abbasi T., Abbasi S. A.** Dust explosions–Cases, causes, consequences, and control. *Journal of Hazardous Materials*. 2007. Vol. 140 (1-2), 7–44.
23. **Lees, F. P.** Lees’ Loss Prevention in the Process Industries. *Partially updated by S. Mannan*. Oxford : Elsevier/Butterworth-Heinemann, 2005. Vol. 1–1–1–3.
24. **J. T. Bryant.** Powdered Fuel Combustion: Mechanism of Particle Size. *Combustion and Flame*. 1973, Vol. 20, 139-139.
25. **Yamamoto H., A. Suganuma.** Dispersion of Airborne Aggregated Dust by an Orifice. *International Chemical Engineering*. 1984, Vol. 24, 338-345.
26. **Roberto Sanchirico, Valeria Di Sarli, Paola Russo, Almerinda Di Benedetto.** Effect of the nozzle type on the integrity of dust particles in standard explosion tests. *Powder Technology*. 2015, Vol. 279, 203-208.
27. **Tamanini F.** The role of turbulence in dust explosions. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*. 1998, Vol. 11.
28. **Amyotte P. R., Eckhoff, R. K.** Dust explosion causation, prevention and mitigation: An overview. *Journal of Chemical Health and Safety*. Vol. 17, 15-28.
29. **Sanchirico R, Di Benedetto A, Garcia-Agreda A, Russo P.** Study of the severity of hybrid mixture explosions and comparison to pure dust/air and vapour/air explosions. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*. 2011. Vol. 24, 648-655.
30. **Alexander Klippel, Marc Scheid, Ulrich Krause.** Investigations into the influence of dustiness on dust explosions. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*. 2012.
31. **Verein Deutscher Ingenieure.** VDI 2263-Part 9. *Determination of dustiness of bulk material*.
32. **Simone Gelosa - Enciclopedia della Scienza e della Tecnica (2008).**  
[http://www.treccani.it/enciclopedia/legge-di-lambert-e-beer\\_%28Enciclopedia-della-Scienza-e-della-Tecnica%29/](http://www.treccani.it/enciclopedia/legge-di-lambert-e-beer_%28Enciclopedia-della-Scienza-e-della-Tecnica%29/). *Treccani*. [Online]
33. **Frank Hauert, S. Radandt.** *Determination of Dustiness of Bulk Materials*. 2009.
34. **Alexander Klippel, Martin Schmidt, Olaf Muecke, Ulrich Krause.** Dust concentration measurements during filling of a silo and CFD modeling of filling processes regarding exceeding the lower explosion limit. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*. 2014. Vol. 29, 122-137.
35. **Nicklisch Madlen.** Verbesserung des Staubkonzentrationsmessgerates SKG5. 2005.

36. **Bing Du, Weixing Huang, Long Liu, Tan Zhang, Hao Li, Yidan Ren, Hanlin Wang.** Visualization and analysis of dispersion process of combustible dust in a transparent Siwek 20-L chamber. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*. s.l. : Elsevier, 2015. Vol. 33 , 213-221.
37. **Masuda H.** Dry dispersion of fine particles in gaseous phase. *Advanced Powder Technology*. 2009. Vol. 20, 113-122.
38. **Li A., Ahmadi G.** Dispersion and Deposition of Spherical Particles from Point Sources in a Turbulent Channel Flow. *Aerosol Science and Technology*. 1992. Vol. 16, 209-226.
39. **Weiler C., Wolkenhauer M., Trunk M., Langguth P.** New model describing the total dispersion of dry powder agglomerates. *Powder Technology*. 2010. Vol. 203, 248-253.

## **Ringraziamenti**

Giunta alla fine di questo percorso universitario vorrei ringraziare tutti coloro che mi hanno supportata fino a questo momento, permettendomi di raggiungere questo risultato.

Un doveroso ringraziamento ai Professori Luca Marmo ed Enrico Danzi che in questo difficile momento per l'attività didattica mi hanno consentito di completare questa tesi a distanza.

Ringrazio inoltre l'Ingegnere Fausto Franchini che oltre ad aver messo a punto l'apparecchiatura da me utilizzata ha contribuito all'elaborazione dei dati.

Un grazie speciale anche a mio cugino Alberto che è stato sempre disponibile e pronto ad aiutarmi.

Infine, non posso esimermi dal ringraziare la mia famiglia e il mio ragazzo, Angelo, che costituiscono un sostegno costante nella mia vita.