

# 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

## **Modello statistico per la determinazione della temperatura di autoaccensione di polveri metalliche disperse in nube**



**Relatore**

Prof. Luca Marmo

**Correlatore**

Dott. Enrico Danzi

Prof. Enrico Bibbona

**Candidato**

Davide Raffaele Giardino

Novembre 2018





A mio padre



# Indice

<b>1. Introduzione</b> .....	1
<b>2. Esplosione</b> .....	3
2.1 <i>Il concetto di esplosione</i> .....	3
2.2 <i>Parametri fondamentali</i> .....	3
2.3 <i>Infiammabilità e sorgenti di innesco</i> .....	4
<b>3. Esplosione di polveri</b> .....	5
3.1 <i>Definizioni e caratteristiche delle esplosioni di polveri</i> .....	5
3.2 <i>Principali parametri che influenzano le esplosioni di polveri</i> .....	7
3.2.1 <i>Area superficiale specifica</i> .....	7
3.3 <i>Esplosione Primaria e secondaria</i> .....	8
3.4 <i>Parametri che caratterizzano un le esplosioni di polveri</i> .....	9
3.4.1 <i>Sensibilità all'innesco</i> .....	9
3.4.2 <i>Violenza di una esplosione</i> .....	11
<b>4. Prevenzione e protezione</b> .....	13
4.1 <i>Pericolosità delle polveri metalliche</i> .....	13
4.2 <i>Alcuni dati e statistiche sugli incidenti industriali con polveri combustibili</i> .....	14
4.3 <i>Metodi di Prevenzione e Protezione</i> .....	17
4.3.1 <i>Normativa in vigore</i> .....	17
<b>5. Parte Sperimentale</b> .....	21
5.1 <i>Campione di polvere metallica utilizzato</i> .....	21
5.2 <i>Operazioni preliminare</i> .....	28
5.2.1 <i>Setacciatura</i> .....	28
5.2.2. <i>Analisi granulometrica</i> .....	28
5.2.3 <i>Condizionamento</i> .....	29
5.3. <i>Misura della Temperatura Minima di Innesco in nube</i> .....	29
5.3.1. <i>Temperatura Minima di Innesco MIT</i> .....	29
5.3.2 <i>Apparecchiatura utilizzata: Forno Godbert-Greenwald o forno G-G</i> .....	36
5.3.3 <i>Determinazione sperimentale della MIT</i> .....	37
5.3.4 <i>MIT del campione 125/14</i> .....	38
5.4 <i>Influenza delle dimensioni e della composizione sulla temperatura minima di innesco</i> .....	39
5.4.1 <i>Divisione e classificazione delle frazioni A, B, C e D del campione 125/14</i> .....	39
5.4.2 <i>Misura della MIT per le frazioni B,C e D del campione 125/14</i> .....	40
5.4.3 <i>Analisi della frazione A del campione 125/14</i> .....	42

5.4.3 Misura della MIT per la frazione A del campione 125/14 .....	45
5.5 Limiti del concetto di MIT e approccio probabilistico .....	46
<b>6. Modellazione statistica della probabilità di innesco</b> .....	<b>49</b>
6.1 Probability Escalation Interval - PEI .....	49
6.2 Introduzione all'approccio Probabilistico.....	49
6.3 Definizione del modello per la determinazione dell'AIT .....	51
6.4 Raccolta dati sperimentali .....	52
6.5 Determinazione dei parametri del modello .....	57
6.6 Stima dell'AIT per il campione reale.....	58
6.7 Stima dell'AIT secondo il modello GLM .....	58
6.8 Sviluppo di nuove metodologie di raccolta dai dati sperimentali.....	59
<b>7. CONCLUSIONI</b> .....	<b>63</b>
<b>Bibliografia</b> .....	<b>67</b>
<b>Ringraziamenti</b> .....	<b>71</b>







# 1. Introduzione

La presenza di polveri combustibili, utilizzate come materie prima o ottenute come prodotti finale o sottoprodotti di lavorazione, rappresenta da sempre un grosso problema per quanto riguarda la tutela della salute e della sicurezza nei principali settori dell'industria mondiale. Negli ultimi decenni sono state molte le esplosioni e gli incendi verificatesi a causa della accensione di polveri combustibili disperse in aria sotto forma di nube. Contrariamente a quando accade per i gas, i vapori e i liquidi infiammabili, per i quali le caratteristiche chimico-fisiche sono note e vi sono molti studi sui rischi d'incendi ed esplosioni, per le polveri tale pericolosità non è ancora del tutto nota e ci vorrebbero degli studi più dettagliati, in particolare per quanto riguarda le polveri metalliche.

Per determinare la pericolosità e i rischi di un determinato tipo di polvere esistono alcuni parametri definiti dalle diverse normative nazionali ed europee. In particolare per quanto riguarda la sensibilità all'innescò, si fa riferimento principalmente a 4 parametri, quali: l'energia minima di innesco (MIE), la minima concentrazione esplosibile (MEC), la concentrazione di ossigeno limitante (LOC) e la temperatura minima di innesco (MIT). Invece per quanto riguarda la misura della violenza di un'esplosione, intesa come magnitudo dell'evento, si utilizzano altri 3 parametri, quali: la massima pressione di esplosione ( $P_{MAX}$ ), l'incremento massimo di pressione nel tempo  $(\frac{dP}{dt})_{MAX}$ , e l'indice di Esplosibilità ( $K_{ST}$ ). La determinazione in maniera precisa di questi parametri risulta quindi indispensabile per mettere in atto in maniera adeguata le misure di prevenzione e protezione contro le esplosioni.

La gestione degli ambienti di lavoro in cui si possono generare atmosfere infiammabile dovute alla presenza di polveri combustibile viene, attualmente, regolamentata dal Decreto Legislativo n°81 del 2008, nello specifico nel titolo XI – Protezione da atmosfere Esplosive, da art. 287 a art. 297 [6]. Negli articoli e negli allegati XLIX e L, vengono specificati gli obblighi che il datore di lavoro deve adempiere in modo da garantire e tutelare la salute e la sicurezza dei lavoratori. Un aspetto di primaria importanza riguarda la prevenzione e la protezione contro le esplosioni, che vengono attuate tramite la valutazione dei rischi di esplosione e la classificazione dei luoghi con presenza di atmosfere esplosive.

Il lavoro svolto in questa tesi si focalizza sulla determinazione della temperatura minima di innesco in nube, abbreviata solitamente con l'acronimo MIT (Minimum Ignition Temperature), di un campione di polvere metallica. La MIT è stata determinata seguendo le indicazioni della norma CEI EN 50281-2-1:1999, la quale definisce la MIT come il valore di temperatura di 20°C inferiore alla temperatura più alta per la quale in 10 prove consecutive non si ha alcun innesco. Il valore della MIT così determinato risulta una misura poco accurata e di tipo conservativo e non adatta per studi scientifici nei quali l'accuratezza della misura risulta fondamentale.

Partendo dalla definizione della MIT, data dalla normativa, si è proposto una nuova definizione della temperatura di autoaccensione delle polveri combustibili disperse in nube basata sul concetto di probabilità di innesco. Per fare ciò sono stati effettuati un numero elevato di test con una sequenza casuale in un intervallo di temperatura che contiene il PEI (Probability Escalation Interval), ossia l'intervallo di temperatura nel quale l'innescò è un

fenomeno probabilistico e non più deterministico, e la probabilità di innesco della polvere sotto forma di nube passa da 0 a 1. I dati sperimentale ricavati sono stati interpretati con un modello statistico di regressione logistica allo scopo di identificare, con un opportuno grado di affidabilità, il valore di temperatura al di sotto del quale la probabilità di innesco è inferiore ad una soglia prestabilita.

La polvere metallica utilizzata nella sperimentazione, ricavata dagli scarti di un processo di granigliatura di pezzi in alluminio, ha una composizione di circa il 90% di ferro e il 3% di alluminio oltre a contenere ossidi e altri composti in quantità inferiore. Il campione utilizzato per il calcolo della MIT e per le prove random è stato setacciato in modo da contenere particelle di dimensioni inferiori a 500  $\mu\text{m}$ .

Successivamente, per verificare la dipendenza della MIT dalle dimensioni delle particelle, dunque dalla area superficiale specifica, e dalla composizione sono stati separati i diversi tagli tramite una setacciatura e sono stati studiati i rispettivi valori della MIT.

Per effettuare le prove è stato utilizzato il forno Godbert-Greenwald, detto G-G, presente nel Laboratorio della Sicurezza Industriale e Atmosfere Esplosive – DISAT – Politecnico di Torino.

## 2. Esplosione

### 2.1 Il concetto di esplosione

Si definisce esplosione un processo chimico esotermico che, quando si verifica a volume costante, comporta un aumento istantaneo e significativo di pressione; invece se tale processo avviene in un ambiente non confinato comporta una rapida espansione del volume. Secondo tale definizione l'esplosione è una combustione rapida e pressoché istantanea nella quale il fronte di fiamma si diffonde a velocità molto elevata [1].

Affinché una reazione di combustione avvenga è necessaria la presenza di condizioni particolari, ossia la presenza simultanea di combustibile, comburente e di un innesco. Per combustibile si intende un qualsiasi materiale in grado di dare una reazione di combustione in presenza di comburente, che solitamente è l'ossigeno contenuto nell'aria.

Le tre condizioni necessarie per far avvenire una reazione di combustione vengono rappresentate nel cosiddetto “Triangolo del fuoco”, mostrato in figura 2.1.



**Figura 2.1:** Triangolo del fuoco [2]

### 2.2 Parametri fondamentali

I combustibili possono presentarsi in diversi stati di aggregazione, solido, liquido o gassoso. L'infiammabilità di gas e vapori dipende dalle proprietà chimico-fisiche della sostanza presenza in considerazione e dalla concentrazione. Infatti una miscela combustibile-comburente è infiammabile soltanto se la composizione è compresa tra un determinato range di concentrazione, che viene delimitato dai limiti inferiore e superiore di infiammabilità

- Limite Inferiore di Infiammabilità LEL: concentrazione al di sotto della quale una miscela non è infiammabile;
- Limite Superiore di infiammabilità UEL: concentrazione al di sopra della quale una miscela non è infiammabile;

Solitamente tali limiti di infiammabilità o esplosibilità sono espressi come percentuale in volume di combustibile nella miscela aria-combustibile.

### 2.3 Infiammabilità e sorgenti di innesco

Per accendere una miscela combustibile-aria, con concentrazione compresa entro i limiti di infiammabilità, è necessaria la presenza di un innesco che deve possedere una temperatura o liberare una quantità di energia sufficiente a portare una porzione di miscela alla sua temperatura di autoaccensione.

L'energia di innesco è minima in prossimità della concentrazione stechiometrica e aumenta drasticamente in prossimità delle concentrazioni corrispondenti ai limiti di infiammabilità. L'energia minima di innesco per i gas e vapori sono estremamente bassi e possono essere anche inferiori al decimo di mJ [1].

La temperatura di autoaccensione viene definita come la temperatura più bassa alla quale una miscela combustibile-comburente si accende spontaneamente [1]. Perciò al di sotto di tale temperatura per far avvenire l'accensione della miscela è necessario utilizzo di un innesco proveniente da una sorgente esterna, come fiamma filamento caldo, scintille, ecc.

Tale parametro è sistema specifico, ossia dipende dalla condizione del sistema nel quale è stato determinato. Per questo motivo, le temperature di autoaccensione non possono essere considerati dei valori fondamentali a cui fare riferimento per progettazione di sistemi di prevenzione e protezione.

Inoltre quando si inserisce una miscela combustibile-comburente in un recipiente in cui la temperatura è pari o superiore di quella di autoaccensione, la miscela non si infiamma immediatamente ma soltanto dopo un periodo di tempo, conosciuto come “*periodo di induzione*” [1] Questo ritardo nell'accensione è diverso per ogni miscela e generalmente diminuisce all'aumentare della temperatura.

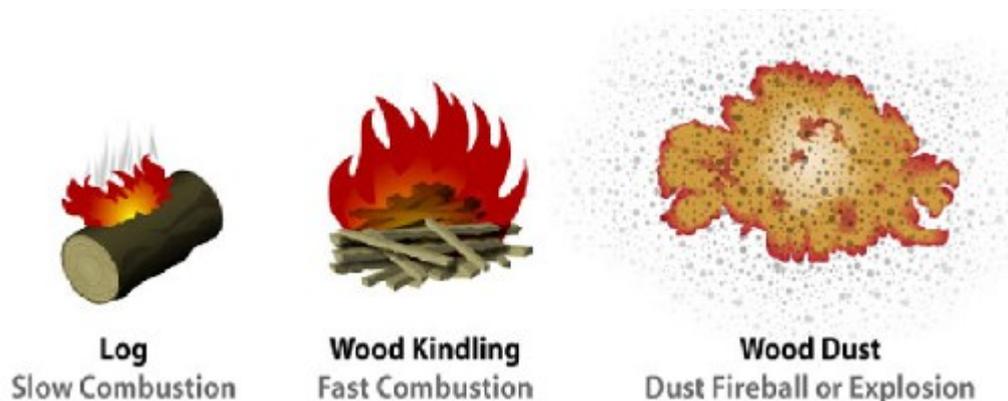
La norma EN 1127-1:2011 [3] definisce e suddivide le possibili fonti di innesco riconosciute:

1. Superfici calde
2. Fiamme e gas caldi (incluse le particelle calde)
3. Scintille di origine meccaniche
4. Materiale elettrico
5. Correnti elettriche vaganti, protezione contro la corrosione catodica
6. Elettricità statica
7. Fulmine
8. Onde elettromagnetiche a radio frequenze (RF) da  $10^4$  a  $3 \cdot 10^{12}$  Hz
9. Onde elettromagnetiche da  $3 \cdot 10^{11}$  a  $3 \cdot 10^{15}$  Hz
10. Radiazioni ionizzanti
11. Ultrasuoni
12. Compressione adiabatica e onde d'urto
13. Reazione esotermiche, inclusa l'autoaccensione delle polveri

### 3. Esplosione di polveri

#### 3.1 Definizioni e caratteristiche delle esplosioni di polveri

L'esplosione di polveri può essere definita come una combustione rapida di un combustibile solido suddiviso in particella sufficientemente piccole [1]. Tutti i materiali solidi combustibili, se finemente suddivisi e dispersi in aria sotto forma di polvere, possono, se innescati, bruciare molto velocemente, dando luogo ad un'esplosione. La velocità della combustione delle polveri e della conseguente esplosione aumenta all'aumentare del grado di suddivisione del materiale, tale comportamento viene mostrato in figura 3.1.

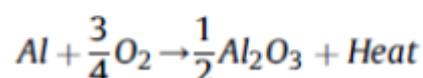
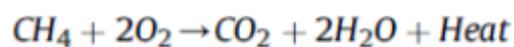


**Figura 3.1:** Comportamento alla combustione di un solido secondo il suo grado di suddivisione [4]

Più del 70% delle polveri lavorate nei processi industriali sono polveri combustibili [5].

Questa caratteristica di potenziale esplosibilità si verifica per molti materiali solidi combustibili come metalli, sostanze organiche semplici, polimeri, carbone, materie alimentari [6].

Le polveri metalliche sono simili alle polveri organiche in quanto, una volta innescate, la reazione di ossidazione e di combustione si può propagare all'interno della nube di polvere. La differenza tra questi due tipi di polveri è la natura dei prodotti che si formano: polveri combustibili organiche formano soprattutto anidride carbonica e acqua, mentre le polveri metalliche hanno come prodotti di reazione un determinato ossido metallico. Nella figura 3.2 vengono mostrate le reazioni di combustione del metano e dell'alluminio.



**Figura 3.2:** Reazioni di combustione del metano e dell'alluminio [7].

Molte esplosioni nelle quali sono coinvolti combustibili organici avvengono mediante un meccanismo eterogeneo; durante il riscaldamento il materiale genera molti idrocarburi volatili che danno luogo alla reazione di combustione in fase gas. Per i composti metallici invece il comportamento del materiale alla combustione è fortemente dipendente dalla natura del metallo. Ad esempio, per alluminio e magnesio la combustione in fase gas è un fattore importante, mentre per altri metalli, come il ferro ad esempio, la reazione in fase solida è nettamente predominante [7].

Affinché si verifichi una esplosione di polvere sono necessaria altre 2 condizioni rispetto al caso di infiammabilità dei combustibili liquidi e gassosi. Oltre alla presenza di combustibile, comburente ed un innesco, è necessario anche che vi sia un confinamento della polvere e un'adeguata dispersione in aria [8]. In tal caso quindi non si fa più riferimento al triangolo delle esplosioni ma al “pentagono dell'esplosione da polveri”, figura 3.3, che è formato dalle 5 condizioni:

1. presenza di polvere combustibile finemente dispersa;
2. disponibilità di comburente;
3. presenza di una fonte di innesco;
4. confinamento della polvere;
5. miscelamento dei reagenti.



**Figura 3.3:** Pentagono dell'esplosione di polveri [9]

L'infiammabilità e la conseguente esplotibilità delle polveri non dipendono soltanto dalle caratteristiche chimico-fisiche, come nel caso di gas e vapori infiammabili, ma anche da altre condizione e caratteristiche della polvere, ad esempio granulometria, grado di dispersione, contenuto di umidità, composizione chimica della polvere, area superficiale e le condizioni iniziali della fase gassosa prima dell'esplosione, come temperatura e pressione.

## 3.2 Principali parametri che influenzano le esplosioni di polveri

Vi sono molti parametri di una polvere che possono influenzare l'esplosibilità di una polvere combustibile, tra cui:

- natura e composizione chimica della polvere
- condizioni fisiche della polvere e della fase gassosa prima dell'esplosione (T e P);
- contenuto di umidità;
- distribuzione delle dimensioni delle particelle;
- area superficiale specifica;
- grado di dispersione o agglomerazione delle particelle

### 3.2.1 Area superficiale specifica

Il grado di suddivisione di un solido può essere espresso in termini di dimensione caratteristica delle particelle oppure come area superficiale totale per unità di volume o di massa di solido [1]. Quest'ultima caratteristica è nota come Area Superficiale Specifica, ed è definita come il rapporto tra la superficie e il volume di una singola particella di polvere.

La figura 3.4, indica la relazione la dimensione della particella e l'area superficiale specifica. Si osserva che, suddividendo un cubo dimensioni L in otto cubetti di dimensione L/2, l'area superficiale totale aumenta di un fattore 2. Ciò indica che l'area superficiale specifica è proporzionale al reciproco della dimensione lineare del cubo.

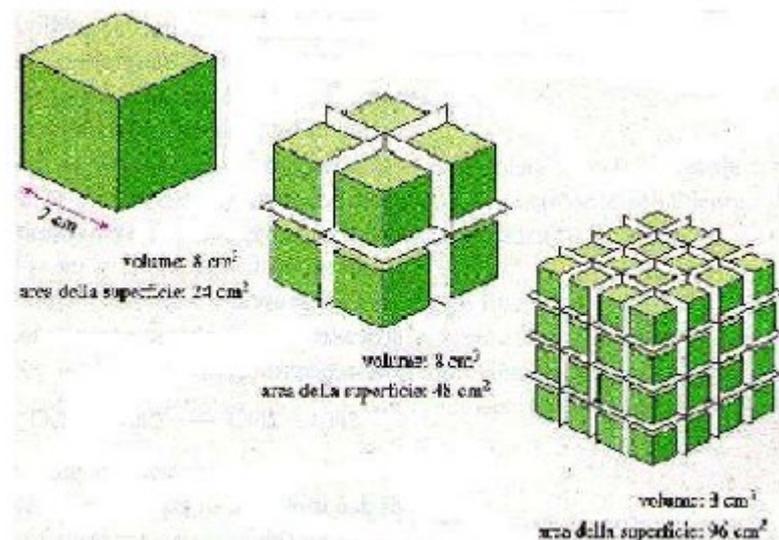


Figura 3.4: Area Superficiale Specifica [10]

Per molte polveri si può assumere che le particelle abbiano forma sferica. Tale assunzione viene validata e verificata dalle osservazioni di campioni di polveri. Per particelle sferiche si ha che l'Area Superficiale Specifica è data dalla formula 3.1.

$$S = \frac{\pi x^2}{\frac{\pi}{6} x^3} \quad (3.1)$$

dove x è il diametro della sfera

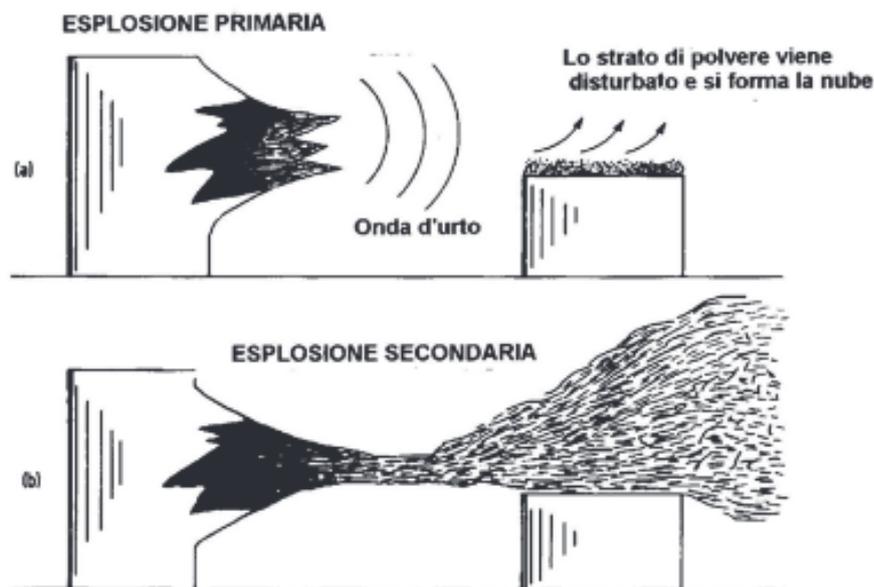
Come dimostrato da Man et al. (2014), l'aumentare dell'area superficiale specifica e di conseguenza al diminuire delle dimensioni delle particelle aumenta la velocità di combustione e quindi e la violenza dell'esplosione [11]. Tuttavia, esiste un valore limiti oltre il quale qualsiasi ulteriore aumento dell'area superficiale non influenza in maniera rilevante la reazione [1].

### 3.3 Esplosione Primaria e secondaria

Una caratteristica particolare delle polveri è la capacità di dare luogo a due tipologie differenti di esplosioni:

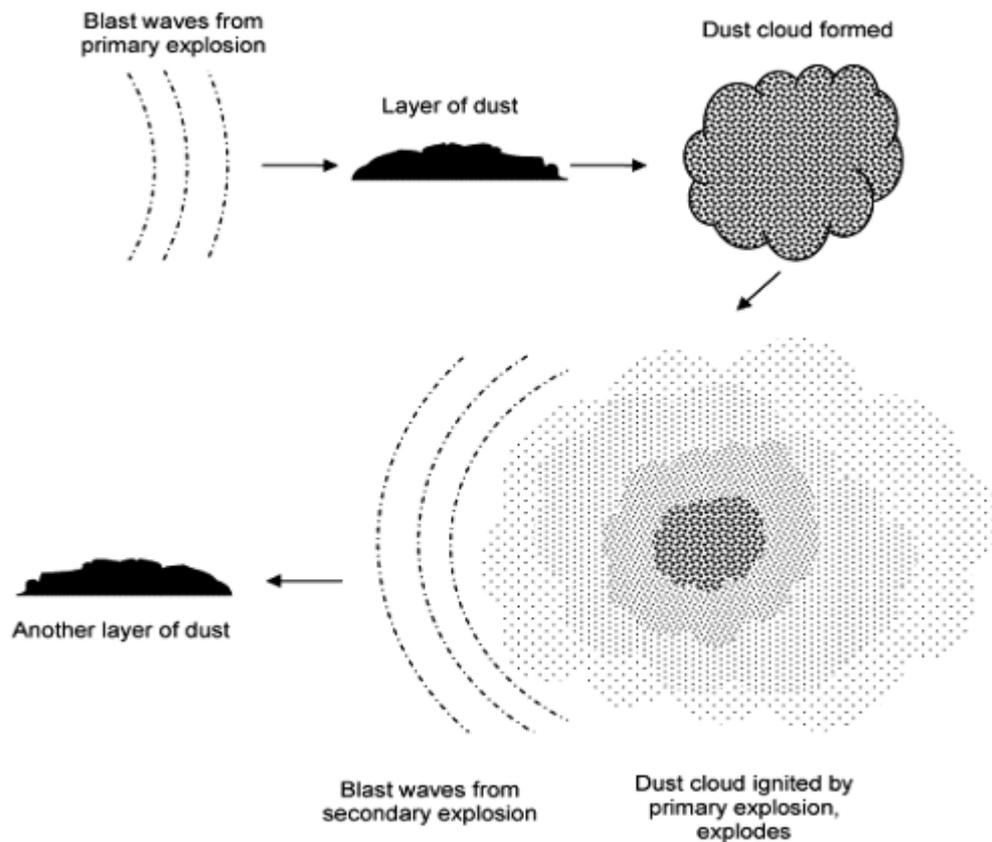
1. Esplosione primaria: esplosione della polvere aerodispersa sotto forma di nube che provoca, a seguito di turbolenza, il sollevamento delle polveri eventualmente depositate negli ambienti coinvolti. Tale esplosione avviene solitamente all'interno delle apparecchiature di processo [12]
2. Esplosione secondaria: esplosione in cui le polveri sollevate dall'esplosione primaria partecipano alla reazione esplosiva amplificandone gli effetti distruttivi.

Nella figura 3.5 vengono mostrati i due meccanismi sopra elencati.



**Figura 3.5:** Scenario tipico di una esplosione secondaria [13]

Inoltre, una esplosione primaria può dare luogo non solo a una esplosione secondaria, ma anche ad ulteriori esplosioni; in tal caso si parla di "effetto domino" [15], tale meccanismo viene mostrato in figura 3.6.



**Figura 3.6:** Effetto domino delle esplosioni di polveri [5]

Tale particolarità delle polveri evidenzia come una corretta pulizia degli ambienti di lavoro sia indispensabile per garantire, oltre che la tutela della salute e della sicurezza dei lavoratori, anche per limitare o quanto meno minimizzare i danni che si possono verificare a seguito di un incidente di tipo esplosivo.

### 3.4 Parametri che caratterizzano un le esplosioni di polveri

#### 3.4.1 Sensibilità all'innesco

Per quanto riguarda sensibilità all'innesco di una nube di polvere si fa riferimento ai seguenti parametri:

- la minima energia di ignizione (MIE)
- la minima temperatura di accensione in nube (MIT) o in strato (LIT)
- il limite inferiore di infiammabilità (LEL) e la concentrazione minima esplodibile (MEC)
- Concentrazione limite di ossigeno (LOC)

Nei punti successivi vengono definiti e descritti i singoli parametri.

- Energia minima di ignizione (MIE)

L'innesco di una miscela combustibile avviene quando un volume critico di miscela viene riscaldato a temperatura tale da iniziare la reazione di combustione che provoca la propagazione della fiamma. Affinché ciò si verifichi, la sorgente di innesco deve liberare una quantità di energia, definita come Energia Minima di Ignizione o Innesco (MIE).

Il valore di MIE per una polvere aerodispersa è funzione di molte variabili, tra cui una delle più importanti è la concentrazione della polvere. In corrispondenza della concentrazione stechiometrica la MIE è minima, mentre aumenta notevolmente in corrispondenza delle concentrazioni limiti, LEL e UEL.

#### b) Temperatura minima di accensione

La MIT (Minimum Ignition Temperature) è la temperatura più bassa alla quale una miscela esplosiva di polvere in nube, con concentrazione entro i limiti di infiammabilità, si accende spontaneamente senza utilizzo di una sorgente di innesco esterna.

La temperatura minima di innesco in strato, detta LIT (Layer Minimum Ignition Temperature), è la temperatura alla quale una polvere disposta in strato su una piastra riscaldata si accende spontaneamente. Le modalità di esecuzione delle prove, nonché la descrizione dell'apparecchiatura da utilizzare e l'interpretazione dei risultati viene definita dalla norma CEI EN 50281-2-1 [15].

#### c) Limite inferiore di infiammabilità – LEL o Concentrazione minima di Esplosibilità - MEC

Quanto esposto per l'infiammabilità di miscele di gas e vapori, nel capitolo 2.2, vale anche per le polveri aerodisperse sotto forma di nube. Affinché si verifichi un'esplosione la concentrazione della polvere in aria, espresse in mg/L, deve essere all'interno di un determinato range, delimitato dai valori di LEL e UEL. Per definizione tali limiti rappresentano la minima e la massima concentrazione di combustibile che può sostenere la propagazione della fiamma.

Il LEL rappresenta la soglia di maggiore interesse quando si studiano le esplosioni in quanto il raggiungimento di tale concentrazione è assai frequente all'interno degli impianti industriali. In particolare per le polveri tale soglia viene solitamente chiamata MEC, minima concentrazione esplosibile.

Confrontando alcuni dati sperimentali [16], si osserva che le polveri presentano una zona di infiammabilità più estesa rispetto gas e ai vapori. Ad esempio il LEL dei gas e vapori risulta essere tra i 35 e 50 mg/l, mentre per le polveri il MEC risulta compreso tra 30 e 100/200 mg/l.

Per quanto riguarda il limite superiore di infiammabilità, nel caso di polveri la determinazione sperimentale risulta molto complicata da eseguire 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 basse concentrazioni. Inoltre risulta molto raro che negli impianti industriali le polveri possano presentare delle nubi con concentrazioni maggiori rispetto al UEL. Perciò l'interesse nel conoscere tale valore è alquanto basso. [16]

#### d) Concentrazione Minima di ossigeno – LOC

Il LOC (Limiting Oxygen Concentration) è la minima percentuale in volume di ossigeno contenuto nell'atmosfera che può ancora provocare una esplosione. Al di sotto di tale soglia, la quantità di comburente, ossia di ossigeno, non è più sufficiente a sostenere la combustione e sviluppare una esplosione.

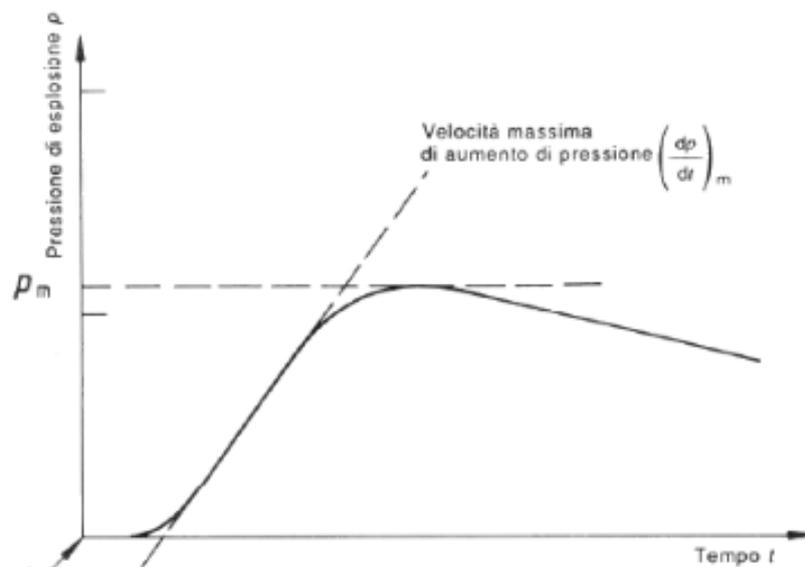
L'individuazione del LOC rappresenta un fattore di massima importanza per quanto riguarda la possibilità di prevenire un'esplosione con la tecnica di inertizzazione.

### 3.4.2 Violenza di una esplosione

Per quanto riguarda la valutazione della violenza di una esplosione i parametri utilizzati sono:

- la massima pressione di esplosione ( $P_{MAX}$ ) [bar]
- l'incremento massimo di pressione nel tempo  $\left(\frac{dP}{dt}\right)_{MAX}$  [bar/s]
- Indice di Esplosibilità ( $K_{ST}$ )

I valori della pressione massima raggiunta nel corso dell'esplosione  $P_{MAX}$  e la massima velocità di aumento della pressione  $\left(\frac{dP}{dt}\right)_{MAX}$  vengono ottenuti secondo la Norma Europea UNI EN 14034 del 2011, la quale definisce come metodo standard per effettuare i test di esplosività nella sfera da 20 l. Dai valori misurati durante il test viene ottenuta una curva pressione in funzione del tempo, come mostrato in figura 3.7.



**Figura 3.7:** Grafico della pressione di esplosione vs tempo durante una prova nella sfera da 20 l [1]

Le polveri vengono classificate in base alla loro pericolosità secondo l'indice di esplosibilità  $K_{ST}$  secondo 4 classi i di pericolo, con valori crescenti da St0 a St3, come riportato in tabella 3.1.

Il valore di  $K_{ST}$  corrisponde alla massima velocità di aumento della pressione in un contenitore di  $1 \text{ m}^3$  e viene espresso mediante una legge cubica [8] come mostrato nella formula 3.2.

$$K_{ST} = \left(\frac{dp}{dt}\right)_{MAX} \times V^{\frac{1}{3}} \quad (3.2)$$

**Tabella 3.1:** Classificazione dell'indice d'esplosibilità delle polveri con 2 inneschi differenti uno da 10 kJ e uno da 10 J [17]

Classe di esplosibilità	$K_{st}$ [bar·m/s] con un innesco da 10 kJ	$K_{st}$ [bar·m/s] con un innesco da 10 J	Tipo di esplosione
St0	0	0	Nessuna
St1	0-200	0-100	Debole
St2	200-300	100-200	Forte
St3	300	200	Molto forte

Nella tabella 3.2 vengono riportati alcuni valori dei parametri di cui si è discusso nei sottocapitoli precedente (3.4) per alcune tipologie di polvere combustibili organiche, inorganiche e metalliche. I valori sono da considerarsi indicativi data la grande influenza di molte variabili, prima tra tutte la distribuzione granulometrica.

**Tabella 3.2:** Proprietà indicative di alcune polveri [17]

POLVERE	MIE [mJ]	MIT [°C]	LEL [g/l]	$P_{max}$ [bar]	$(dP/dT)_{max}$ [bar/s]	$(dP/dT)_{medio}$ [bar/s]
Alluminio	50	650	0.045	5.8	> 1300	240
Aspirina	16	550	0.015	6	531	-
Carbone	-	660	0.1	6	117	-
Farina di grano	50	380	0.05	7.5	255	-
Linters di cotone	1920	520	0.5	5	27	-
Zucchero	30	370	0.045	7.5	345	110

## 4. Prevenzione e protezione

### 4.1 Pericolosità delle polveri metalliche

Molti settori dell'industria mondiale sono a elevato rischio esplosione di polveri. In particolare l'industria di lavorazione dei metalli è una delle più interessate da questo tipo di incidenti [18].

Molti degli incidenti accaduti in passato e riportati in letteratura riguardano prodotti organici, ciò è dovuto soprattutto al fatto che la predominanza delle polveri combustibili in commercio sono di natura organica. Tuttavia questo trend sta cambiando negli ultimi anni grazie all'aumento nell'utilizzo del metallo nell'industria automobilistica ed elettronica. Inoltre i metalli sono presenti in materiali come detergenti, fibre, gomma, inchiostri, plastica, pesticidi e vernici. Molti metalli sono anche utilizzati come catalizzatore nelle principali reazioni chimiche come Claus, Fisher-Tropsch, Grignard, Haber [19].

L'esplosibilità delle polveri metalliche è stata studiata nel dettaglio da Ibarreta e Myers (2016) [4], i quali hanno indicato alcune caratteristiche peculiari delle esplosioni di polveri, tra cui:

- La temperatura adiabatica di fiamma nell'ordine di 3000-4000 K;
- Valori molto elevati di  $K_{st}$ ;
- alcune polveri metalliche combustibili non sono compatibili con i tradizionali sistemi antincendio a base di acqua o anidride carbonica;
- le fiamme che coinvolgono una grande quantità di polveri metalliche combustibili sono molto difficili da estinguere;
- le polveri metalliche combustibili sono conduttori elettrici, infatti basta una piccola quantità presente all'interno di una apparecchiatura elettrica per dar luogo ad un corto circuito.
- La progettazione dei sistemi di soppressione e isolamento è molto complicata a causa delle alte temperature di combustione e degli alti valori di  $K_{st}$  delle polveri metalliche.

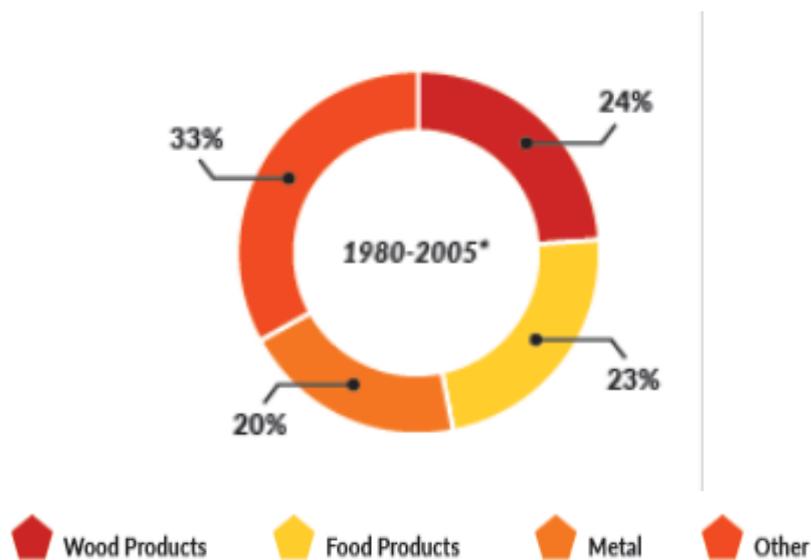
I valori di temperatura di fiamma ( $T_f$ ), di pressione massima raggiunta ( $P_{MAX}$ ), indice di deflagrazione ( $K_{st}$ ) e di calore di combustione ( $\Delta H_c$ ) per alcune polveri metalliche e di natura carboniosa, mostrati nella tabella 4.1, sono stati presentati da Taveau nel 2018 [19], e evidenziano i maggiori rischi nell'utilizzo di polveri metalliche, in particolare dell'alluminio, rispetto ad una tipica polvere carboniosa.

**Tabella 4.1:** Tipiche proprietà fisiche delle polveri metalliche e carboniose [20].

Element	$T_f$ (°C)	$P_{max}$ (bar)	$K_{St}$ (bar m/s)	Oxidation products	$\Delta H_c$ (kJ/mole $O_2$ )
Al	3790	11.2	515	$Al_2O_3$	1100
Mg	3340	17.5	508	MgO	1240
Si	2970	10.2	126	$SiO_2$	830
Fe	2220	5.2	50	$Fe_2O_3$	530
Zn	1800	7.3	176	ZnO	700
C	~1500	~8	~200	$CO_2, H_2O$	400

#### 4.2 Alcuni dati e statistiche sugli incidenti industriali con polveri combustibili

Secondi il rapporto del CBS del 2010, le esplosioni di polveri metalliche rappresentano circa il 20% delle esplosioni di polveri verificatesi negli U.S tra il 1980 e il 2005, per un totale 281 esplosioni importanza rilevabile. Ciò definisce le polveri metalliche come terza causa di esplosioni dopo l'industria di lavorazione del legno (24%) e l'industria alimentare (23%) [21]. Tali risultati vengo mostrati in figura 4.1.



**Figura 4.1:** Principali cause di esplosioni nel periodo 1980-2005 [22]

In letteratura sono presenti diversi dati e studi che hanno preso in considerazione le esplosioni di polveri, e dunque comprese metalliche, avvenute nel mondo nel corso degli ultimi decenni. Ad esempio, l'articolo redatto da Nifuku et al. nel 2000, indica che si sono verificate 269 esplosione di polveri in Giappone un periodo di tempo di circa 50 anni precedente alla pubblicazione dell'articolo, in particolare i dati si riferiscono agli incidenti verificatesi tra il 1952 e il 1995. Le polveri metalliche sono responsabili del 24% del totale di queste esplosioni e hanno causato 39% delle vittime e il 27% degli infortuni totali. [23]

Un aspetto di particolare interesse riguarda le esplosioni di polveri che si verificano nei filtri e nei sistemi di abbattimento delle polveri. In base ai dati esposti da Abbasi e Abbasi (2007)

[5], le unità di raccolta delle polveri sono responsabili di circa il 15% degli incidenti che si verificano con polveri. [24].

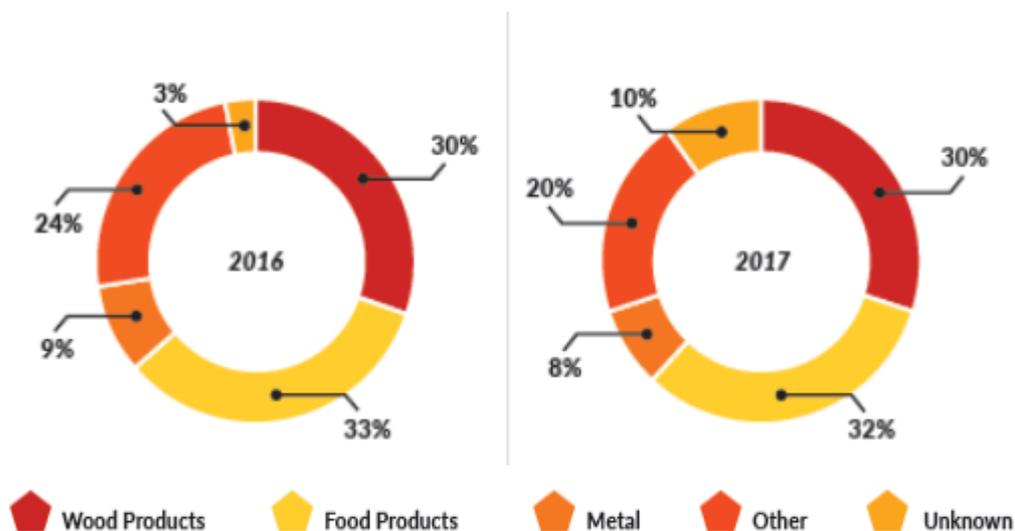
Le polveri di alluminio, largamente diffuse sia come materia prima che come sottoprodotti di lavorazione, rappresentano un serio rischio di esplosione all'interno degli impianti produttivi ed in particolar modo nei sistemi di abbattimento delle polveri. Nonostante il fatto che le esplosioni che si verificano nei sistemi di abbattimento hanno solitamente, salvo in caso di esplosioni secondarie, una magnitudo limitata, esse provocano ingenti danni economici, data la frequenza elevata con la quale si verificano [25].

Prendendo in considerazione dati più recenti riguardanti gli incidenti che coinvolgono polvere combustibili verificatesi nel mondo nel corso degli ultimi anni si ha una maggiore panoramica sulla situazione attuale.

Secondo quanto riportato dal sito *DustSafetyScience.com* nel rapporto di metà anno 2018 [22], prendendo in considerazione i dati riguardanti le esplosioni verificatesi negli USA dal 2016 a giugno del 2018, si ha una media di 31 esplosioni, 34 feriti e 4 morti per anno. Se si considerano i dati pubblicati dal CBS nel 2010 [21] e facendo una media dei risultati si ottiene che tra il 1980-2005 vi sono stati in media 11 esplosioni, 28 feriti e 9 morti per anno. Mentre considerando i dati dal 2001 al 2005, si ha in media 19 esplosioni, 43 feriti e 9 morti per anno.

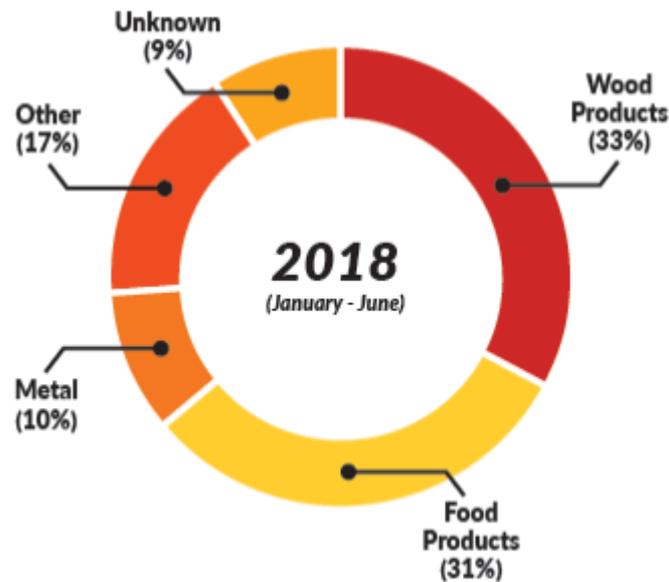
Comparando i dati di questi 3 periodi di tempo, si evince che il numero di esplosioni per anno aumenta nel tempo. Tuttavia si osserva che le esplosioni sono meno severe e il numero delle vittime diminuisce col passare degli anni. Secondo gli ultimi dati mondiali del 2018, l'89% dei decessi si sono verificati a causa delle esplosioni. Mentre per quanto riguarda gli infortuni, il 70% dovuti alle esplosioni e il 30% dovuti a incendi [22].

Gli incidenti con polveri metalliche sono rispettivamente il 9 % e l'8% del totale degli incidenti con polveri combustibili verificatesi nel corso del 2016 e del 2017 a livello mondiale. Le polveri derivanti dal legno insieme a quelle di natura alimentare rimangono ancora le principali tipologie di polveri responsabile di incidenti a livello industriale, quali incendi e esplosioni. Quanto detto viene mostrato in figura 4.2. [22]



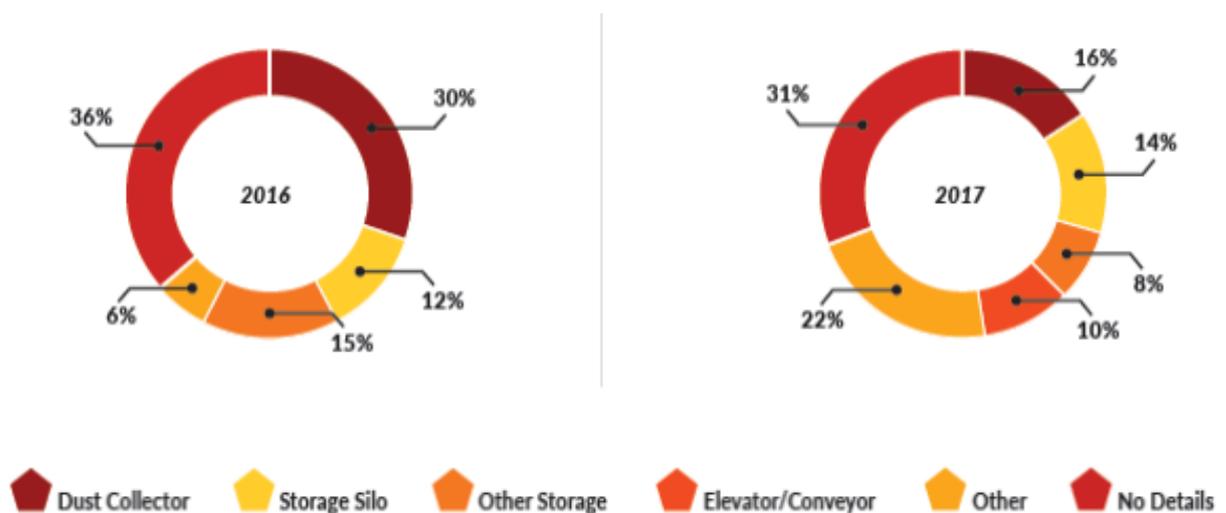
**Figura 4.2:** Principali settori nei quali si sono verificate esplosioni di polvere nel 2016 (a sinistra) e nel 2017 (a destra). [22]

I dati dei primi 6 mesi del 2018 non differiscono di molto da quelli dei 2 anni precedenti, come mostrato in figura 4.3. Gli incidenti riguardanti polveri metalliche rappresentano il 10% del totale degli incidenti verificatisi nel periodo compreso tra gennaio e giugno del 2018.



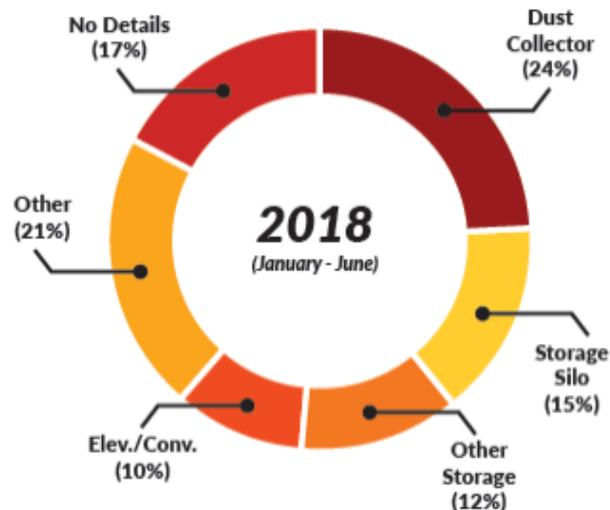
**Figura 4.3:** Principali settori nei quali si sono verificate esplosioni di polveri nei primi 6 mesi del 2018 [22]

Il rapporto di metà anno [22], presenta inoltre i dati relativi agli incidenti dovuti alle polveri nelle principali apparecchiature di processo tipicamente presenti in un ambiente industriale. Nel 2016 e nel 2017 la principale apparecchiature interessate a incidenti con le polveri, dei quali si hanno informazioni dettagliate, sono i sistemi di raccolta delle polveri (ad esempio, filtri e abbattitori) e i sistemi di stoccaggio dei materiali polverulenti, come mostrato in figura 4.4.



**Figura 4.4:** Principali apparecchiature interessate dagli incidenti con polveri combustibili [22]

In particolare analizzando i dati dei primi 6 mesi del 2018, si osserva che le principali apparecchiature nelle quali si sono verificati incidenti con polveri sono state quelle di stoccaggio e immagazzinamento che totalizzano il 27% dei casi totali di incidenti, seguiti dalle apparecchiature di abbattimento e raccolta delle polveri con il 24%; tale dati sono presentati in figura 4.5.



**Figura 4.5:** Apparecchiature maggiormente interessate dagli incidenti di polveri combustibile nei primi 6 mesi del 2018 [22].

### 4.3 Metodi di Prevenzione e Protezione

Nei capitoli precedenti si è visto come le polveri combustibili rappresentano un grosso rischio per la sicurezza nei luoghi di lavoro, in quanto in caso di incendi e/o esplosioni i danni alle persone e a gli impianti produttivi possono essere elevati. Tuttavia ancora oggi le polveri combustibili vengono spesso sottovalutate in termini di pericolo rispetto ai liquidi e ai gas infiammabili, nonostante i danni causati possono essere anche superiori.

Per capire meglio come affrontare la tematica della sicurezza quando si lavora con polveri o con materiali che possono formare delle polveri come sottoprodotti di lavorazione, si riportano nei sottocapitoli successivi le principali leggi e norme che regolamentano la valutazione del rischio e nelle misure di protezione e prevenzione che devono essere intraprese per lavorare in condizioni di sicurezza adeguate.

#### 4.3.1 Normativa in vigore

Attualmente in Italia la gestione dei materiali che possono generare atmosfera esplosiva viene regolamentata dal Decreto Legislativo n°81 del 2008, titolo XI – Protezione da atmosfere Esplosive, da art. 287 a art. 297. [6]

Nel seguito vengono citati alcuni degli articoli e alcune definizioni di maggiore interesse pratico per quanto riguarda la gestione delle atmosfere esplosive, in particolare si fa riferimento alle polveri infiammabili.

L'articolo 288 definisce come atmosfera esplosiva “... una miscela con l'aria, a condizioni atmosferiche, di sostanze infiammabili allo stato gas, vapori, nebbie o polveri in cui, solo dopo l'accensione, la combustione si propaga nell'insieme della miscela incombusta”, per

condizioni atmosferiche si intendono le condizioni di pressione pari a 101325 Pa, temperatura di 293 K e concentrazione di ossigeno di circa 21%.

L'articolo 289, intitolato Prevenzione e protezione contro le esplosioni, impone come obbligo del datore di lavoro di prevenire la formazione di atmosfere esplosive. Nel caso ciò non sia possibile, il datore di lavoro deve mettere in atto tutte le misure possibili ai fini di evitare l'accensione di atmosfere esplosive ed attenuare gli effetti di un eventuale esplosione. Ad ogni modo, il datore di lavoro è tenuto a tutelare la salute e la sicurezza dei lavoratori. Per assolvere a questi compiti, il datore di lavoro deve fare riferimento alla valutazione dei rischi e ai principi generali di tutela (art.15).

Ai sensi dell'articolo 290, Valutazione dei rischi di esplosioni, vengono stabiliti i gli elementi minimi di cui si deve tenere conto nel corso della valutazione dei rischi di esplosioni, tra cui:

- la determinazione della probabilità che si che si venga a formare un'atmosfera esplosiva e la sua durata;
- la determinazione della probabilità che le fonti di innesco siano presenti e che siano capaci di innescare un'atmosfera esplosiva;
- la conoscenza delle caratteristiche dell'impianto, delle sostanze utilizzate, dei processi e delle possibili interazioni;
- l'individuazione degli effetti prevedibili di una esplosione.

Inoltre tale articolo mette in evidenza il fatto che devono essere considerati anche i luoghi che sono o possono essere in collegamento con quelli in cui si possono formare delle atmosfere esplosive.

Un altro aspetto importante nella valutazione dei rischi è l'individuazione e la ripartizione in zone delle aree in cui si possono formare atmosfere esplosive previsto nell'articolo 293 del D.lgs. 81/08 e presenti nell'allegato XLIX dello stesso decreto. La classificazione dei luoghi di pericolo di esplosione ha come obiettivo delimitare le diverse zone di un impianto produttivo entro le quali sono richieste delle misure di prevenzione e protezione particolari, a seconda della tipologia di zona. Le zone vengono ripartite in base alla frequenza e alla durata dell'atmosfera esplosiva; in particolare per le polveri le zone vengono suddivise nel seguente modo:

- Zona 20: area in cui è presente in maniera permanente, frequente o per lunghi periodi di tempo un'atmosfera esplosiva sotto forma di nube di polvere esplosiva nell'aria. In generale, tale condizione si verificano all'interno delle apparecchiature di processo, come serbatoi di stoccaggio, tubazioni di trasferimento, ecc.
- Zona 21: Area in cui la formazione di un'atmosfera esplosiva sotto forma di nube di polvere combustibile in area può avvenire in maniera occasionale durante le normali attività lavorative. Quindi le aree immediatamente nelle vicinanze delle zone 20, come sistemi di apertura per carico e scarico delle apparecchiature, ecc
- Zona 22: Area in cui la formazione di un'atmosfera esplosiva sotto forma di nube di polveri combustibili non è probabile, o nel caso si verifichi sia di breve durata, durante le normali attività lavorative.

Sempre nell'articolo 293, viene richiesto al datore di lavoro, oltre che individuare e classificare i luoghi in cui si possono formare atmosfere esplosive, anche di mettere in atto le prescrizioni minime per il miglioramento della protezione contro le esplosioni.

Allegato L del decreto legislativo n.81 del 2008 si divide in due parti:

*A- Prescrizioni minime per il miglioramento della protezione della sicurezza e della salute dei lavoratori che possono esser esposti al rischio di atmosfere esplosive:* in questa prima parte del documento sono presenti i provvedimenti organizzati e le misure di protezione contro le esplosioni.

1- Provvedimenti organizzativi prevedono:

- una adeguata e soddisfacente formazione per quanto riguarda la protezione contro le esplosioni dei lavoratori che operano in luoghi dove si possano verificare atmosfere esplosive;
- la consegna di istruzioni scritte per i lavoratori che svolgono attività nelle aree di rischio e il rilascio di autorizzazioni per le attività pericolose o potenzialmente tali.

2 – Misure di protezione contro le esplosioni prevedono, tra le altre cose, i seguenti elementi:

- la rimozione o eventuale contenimento delle fughe di gas, vapori, nebbie o polveri che possano dar luogo a rischi di esplosione;
- la prevenzione dei rischi di accensione di una atmosfera esplosiva, in particolare tenendo conto delle cariche elettrostatiche e dunque dotando i lavoratori di indumenti appropriati;
- la verifica del documento sulla protezione contro le esplosioni prima mettere in servizio impianti, attrezzature, sistemi di protezione e tutti i loro dispositivi di collegamento che devono lavorare in presenza di atmosfere esplosive;
- l'avvertimento dei lavoratori con dispositivi ottici e acustici, in caso di necessità, prima che le condizioni per una esplosione siano raggiunte e che siano forniti e mantenuti in servizio sistemi di evacuazione per permettano ai lavoratori di allontanarsi in modo rapido e sicuro dai luoghi pericolosi;
- la verifica della sicurezza dell'impianto, per quanto concerne le esplosioni, precedentemente alla prima utilizzazione di luoghi di lavoro che comprendono zone nella quali possono formarsi atmosfere esplosive. In particolare che la verifica e il mantenimento delle condizioni sia effettuata da persone competenti nel campo della protezione contro le esplosioni;
- Nel caso in cui sia necessaria la valutazione del rischio:
  - si deve assicurare la continuità di funzionamento in sicurezza degli apparecchi e sistemi di protezione anche in caso di interruzione dell'energia elettrica;
  - deve esser possibile disinserire manualmente gli apparecchi e i sistemi di protezione a funzionamento automatico nel caso in cui si discostino dalle condizioni di funzionamento previsto;

*B – Criteri per la scelta degli apparecchi e dei sistemi di protezione*

In questa seconda parte dell'allegato si stabilisce in tutte le aree nelle quali si possono formare atmosfere esplosive devono essere, salvo se diversamente specificato dal documento sulla protezione contro le esplosioni, impiegati apparecchi e sistemi di protezione conformi alle categorie definite nel decreto del Presidente della Repubblica 23 marzo 1998, n. 126. Nel caso delle polveri il suddetto decreto Presidenziale stabilisce che nelle diverse aree devono essere impiegati le seguenti categorie di apparecchiature:

- nella zona 20 apparecchi di categorie 1;

- nella zona 21 apparecchi di categoria 1 o 2;
- nella zona 22 apparecchi di categoria 1, 2 o 3.

Nel comma 3 del D.lgs. 81/08 viene stabilito che se necessario, le aree in cui possono formarsi atmosfere esplosive tali da costituire un pericolo per la sicurezza e la salute dei lavoratori devono essere segnalate nei punti di accesso, secondo l'allegato LI e mostrato in figura 4.6, e provvisti di allarmi acustici e ottici che segnalino l'avvio e la fermata dell'impianto, sia in condizioni normali di esercizio che nell'eventuale situazione di emergenza.



**Figura 4.6:** Segnale di avvertimento per indicare le aree in cui possono formarsi atmosfere esplosive [6].

Nell'adempire gli obblighi stabiliti dall'articolo 290, il datore di lavoro deve elaborare il "Documento sulla protezione contro le esplosioni" oggetto dell'articolo 294. Tale documento deve specificare che le disposizioni dati negli articoli precedenti siano state recepite e messe in atto, dunque che i rischi di esplosione siano stati adeguatamente individuati e valutati in modo da garantire la sicurezza e la tutela dei lavoratori.

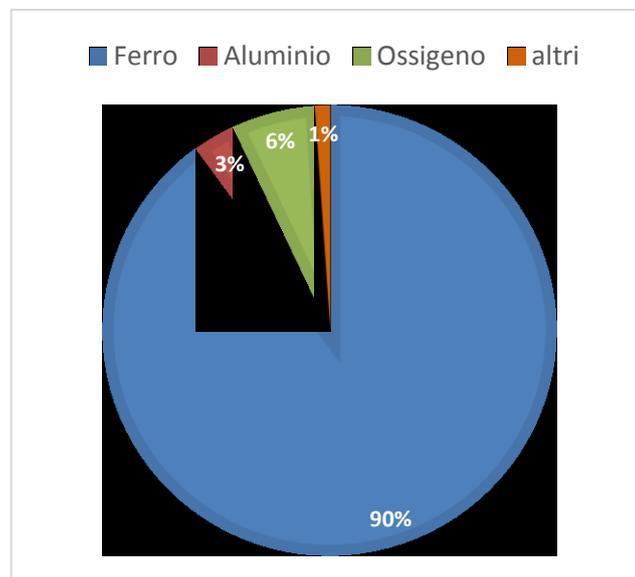
## 5. Parte Sperimentale

### 5.1 Campione di polvere metallica utilizzato

Il campione utilizzato per gli studi fatti in questa tesi è una polvere metallica proveniente da scarti di lavorazione, nello specifico derivante dal processo di granigliatura di pezzi metallici.

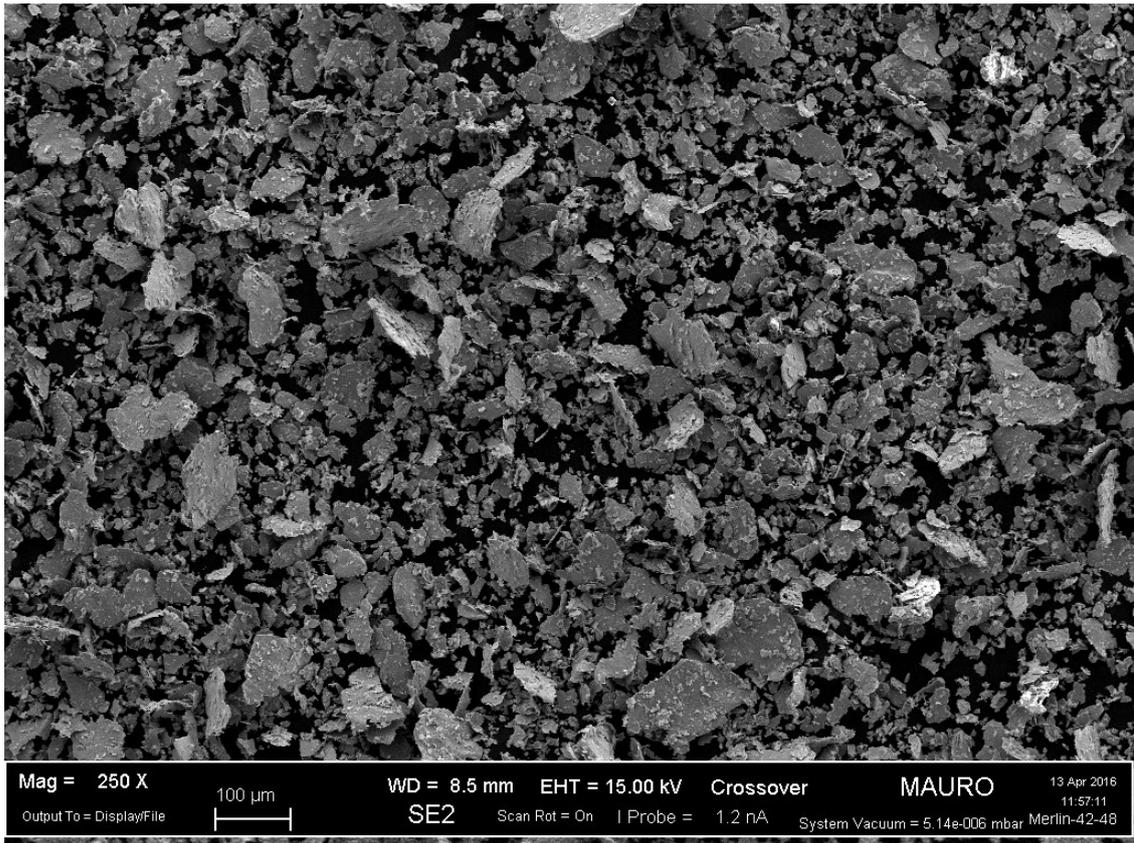
La composizione del campione in esame è stata ricavata tramite la spettroscopia di massa a plasma ad accoppiamento induttivo, indicata con l'acronimo ICP-MS (*Inductively Couple Plasma Mass Spectrometry*) e risulta essere per il 90% Fe, il 6% O, il 3% Al e circa il 1% di impurità di diverse tipologie.

Il contenuto di umidità relativa misurata per differenza di peso in stufa statica è del 0,08%

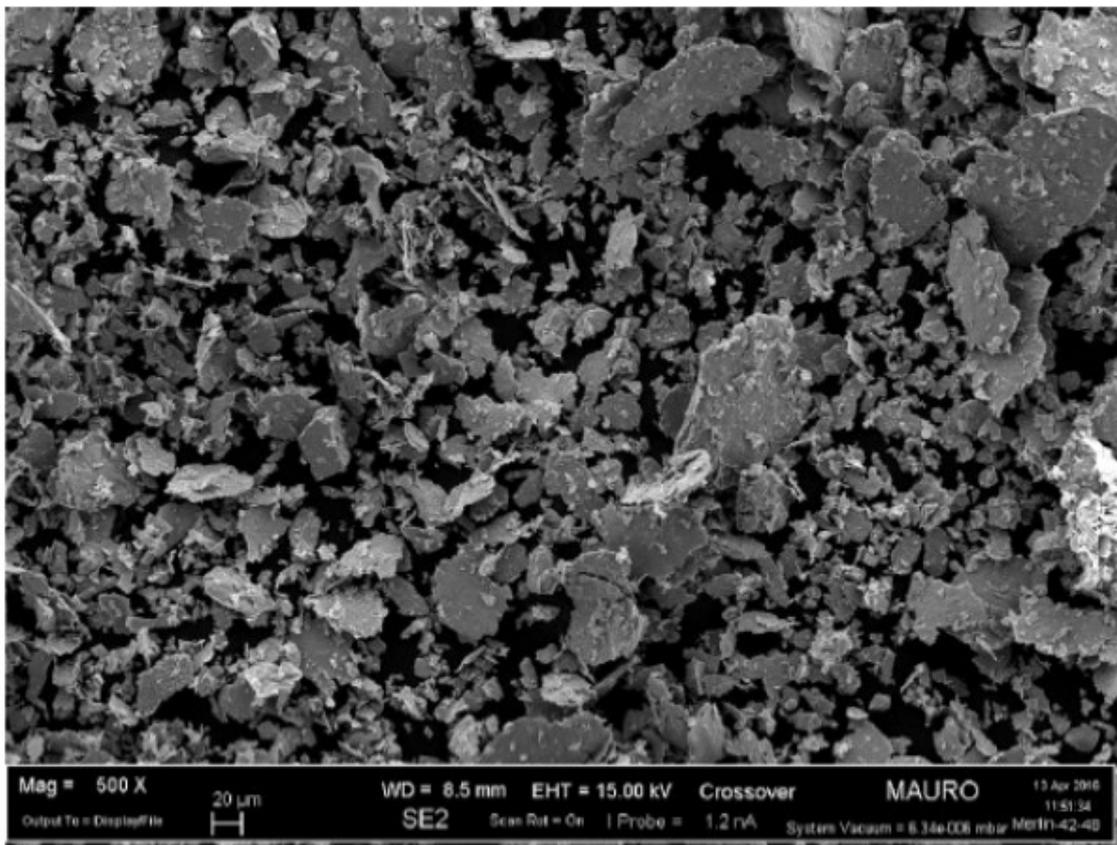


**Figura 5.1:** Composizione chimica media del campione 125/14.

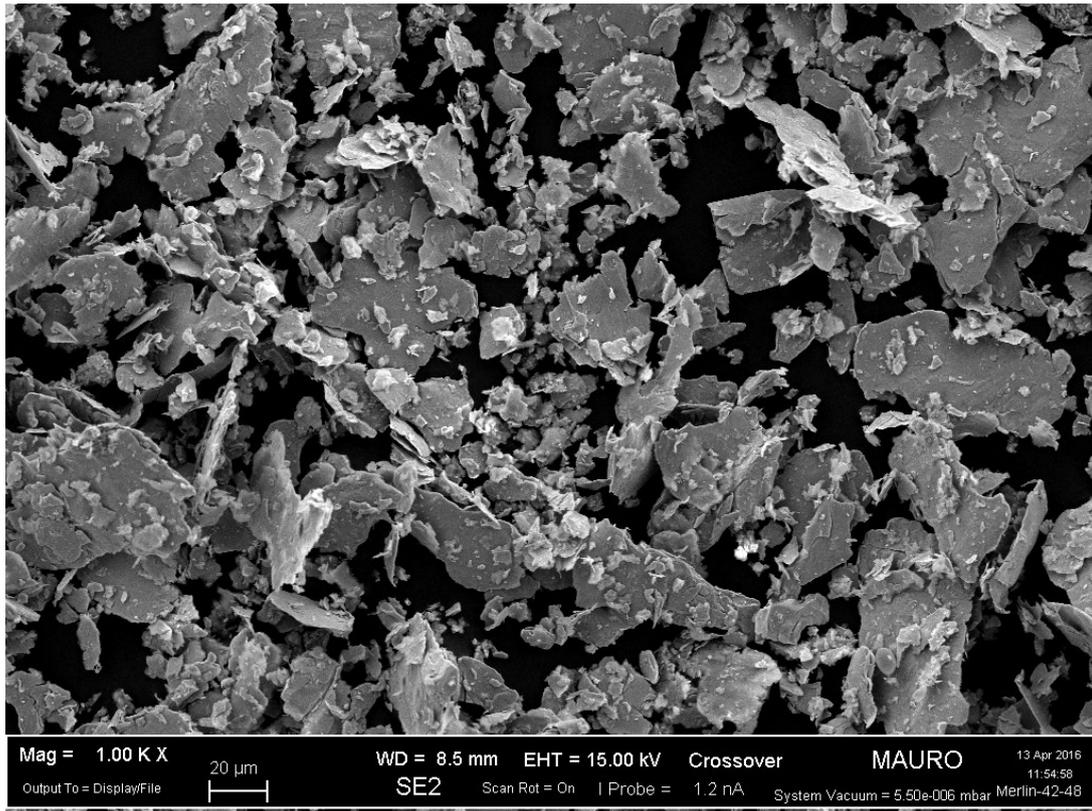
La morfologia del campione utilizzato viene mostrata nelle figure 5.2- 5.7, le quali mostrano le foto ottenute al SEM (*Scanning Electron Microscope*) con diversi gradi di ingrandimenti, rispettivamente 250, 500, 1k, 2,5k, 5k e 20k ingrandimenti. Oltre ad ottenere le diverse immagini, al SEM è stato anche effettuato una microanalisi EDS (Spettroscopia a dispersione di energia) o EDX (*Energy Dispersive X-Ray*), tramite la quale è possibile valutare la composizione e determinare anche la presenza di elementi in quantità molto basse.



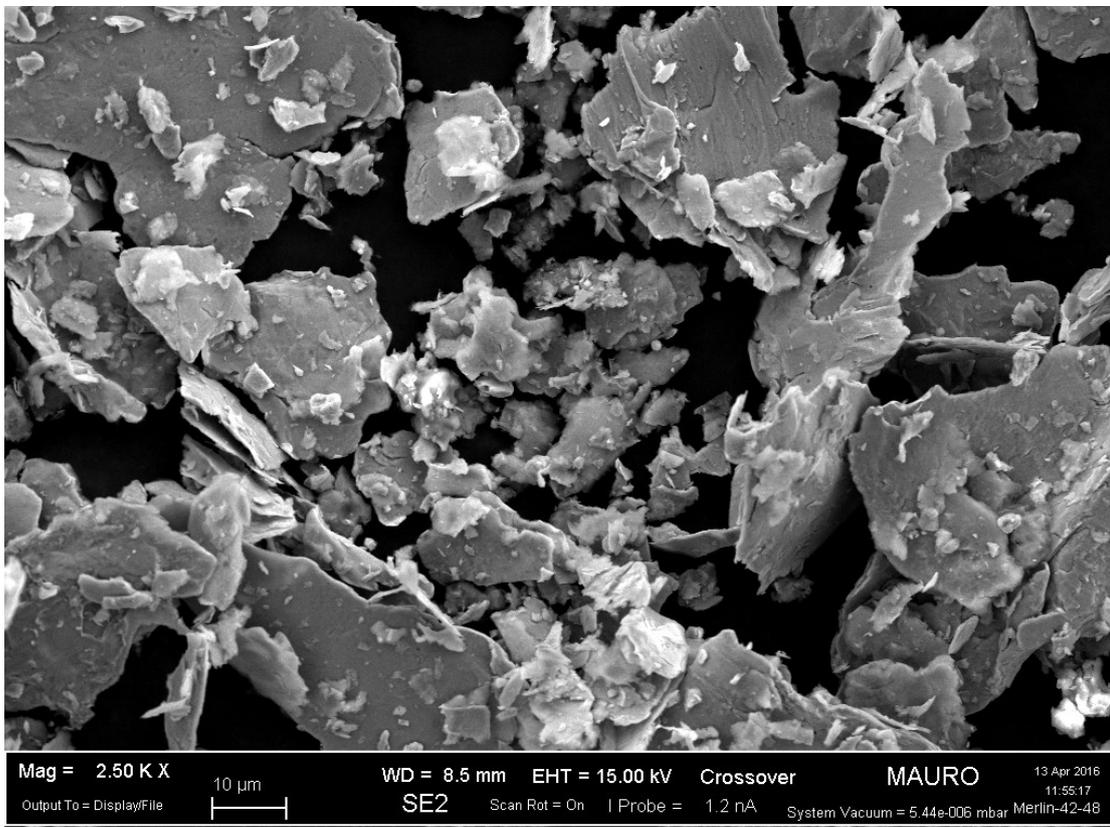
**Figura 5.2:** Foto al SEM del campione 125/14 con ingrandimento di 250 volte.



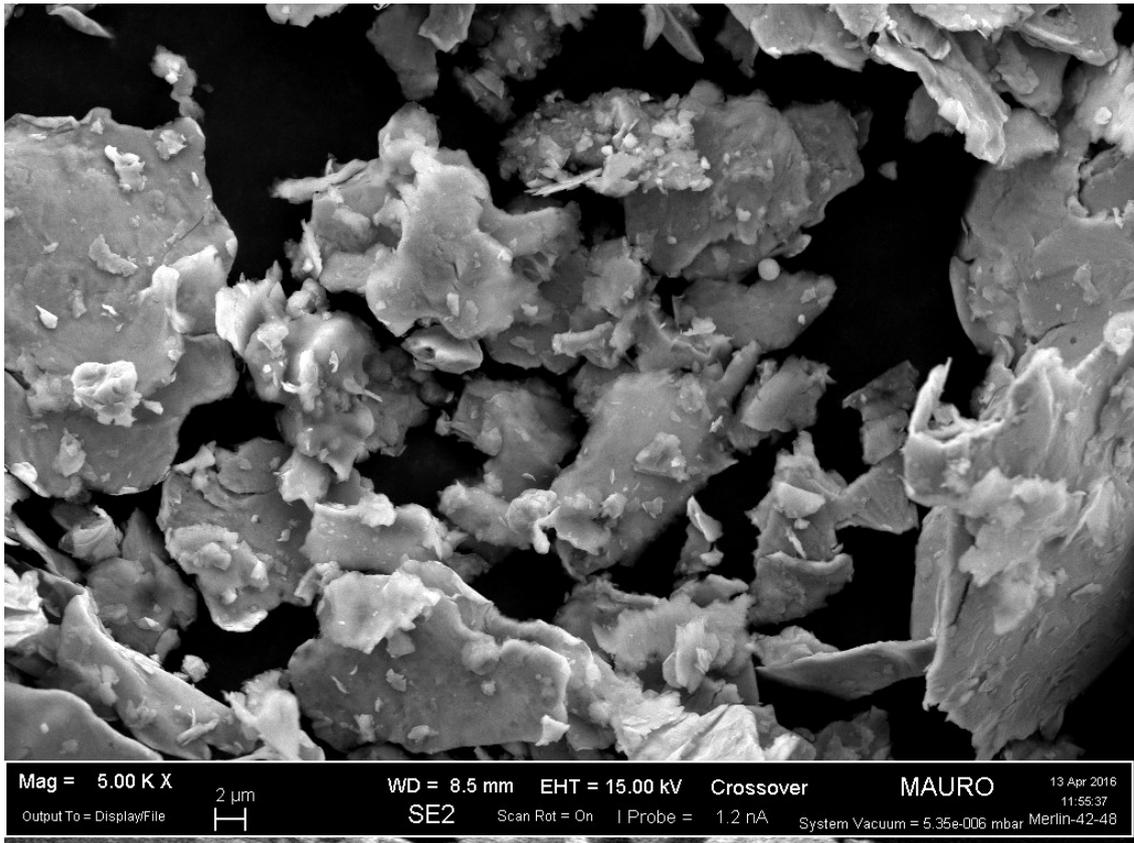
**Figura 5.3:** Foto al SEM del campione 125/14 con ingrandimento di 500 volte.



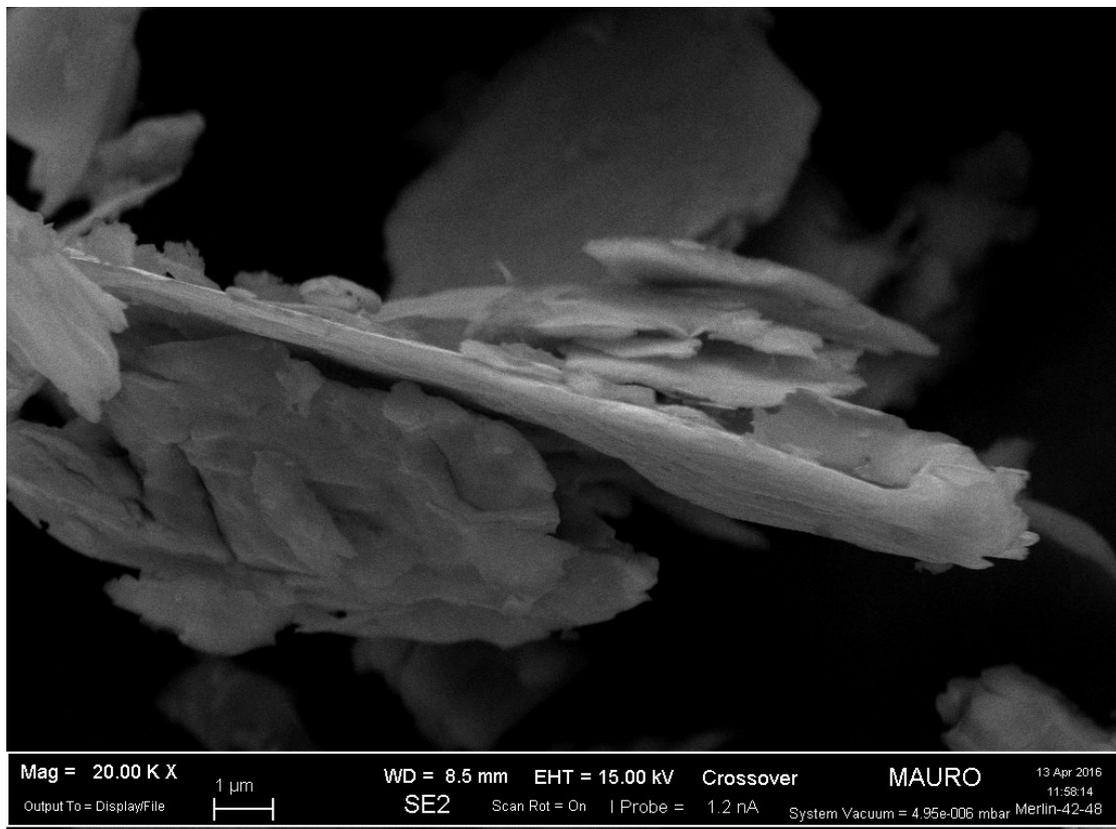
**Figura 5.4:** Foto al SEM del campione 125/14 con ingrandimento di 1000 volte.



**Figura 5.5:** Foto al SEM del campione 125/14 con ingrandimento di 2500 volte.



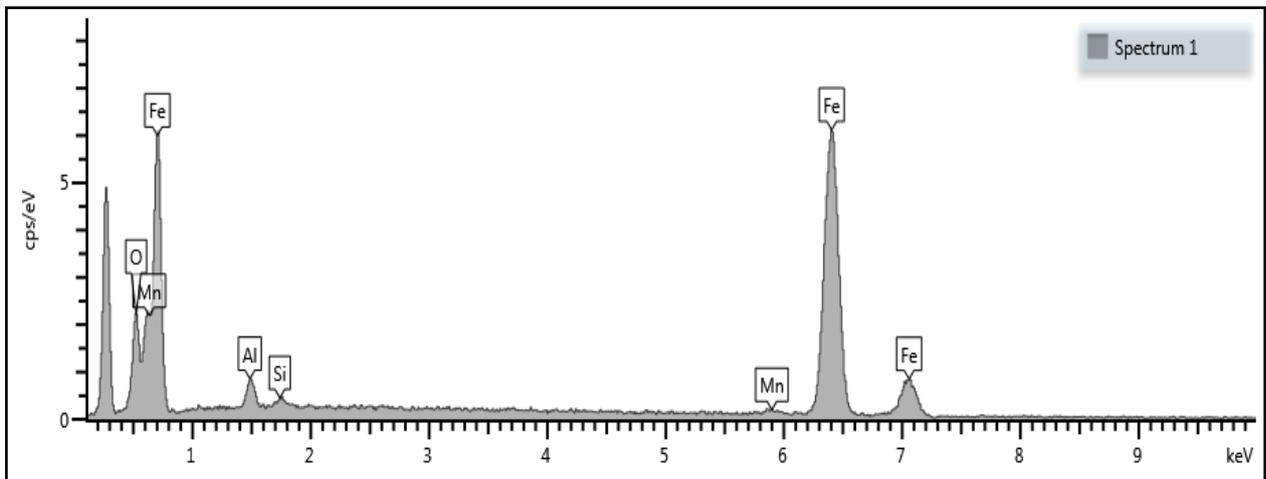
**Figura 5.6:** Foto al SEM del campione 125/14 con ingrandimento di 5000 volte.



**Figura 5.7:** Foto al SEM del campione 125/14 con ingrandimento di 20000 volte.

Dalle immagini ottenute al SEM è possibile osservare la morfologia del campione e misurare indicativamente le dimensioni caratteristiche. La polvere presenta una struttura, particolare che si potrebbe definire “planare”, con le due dimensioni, che si trovano sul piano, nettamente maggiori della dimensione che non si trova nel piano, che di può indicare come l’altezza. Tale struttura simile a delle scaglie, risultata particolarmente evidente dalla figura 5.7.

Il risultato dell’SEM-EDS per il campione 125/14 con dimensioni inferiori a 500 µm è mostrato in figura 5.8. La composizione, espressa come percentuale in massa Wt%, viene mostrata nella tabella 5.1, dalla quale si evince che le impurità presente nel campione sono: Silicio e Manganese. Inoltre nella tabella è presente anche l’errore di concentrazione percentuali in massa al livello sigma 1, che viene espresso come Wt% Sigma.

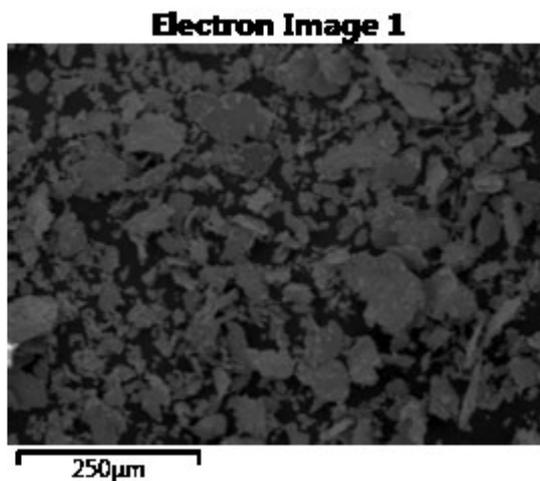


**Figura 5.8:** Spettro 1 del campione 125/14 ottenuto con il SEM-EDS

**Tabella 5.1:** Composizione del campione 125/14, espressa in %in massa, misurata con il SEM-EDS, per lo spettro 1.

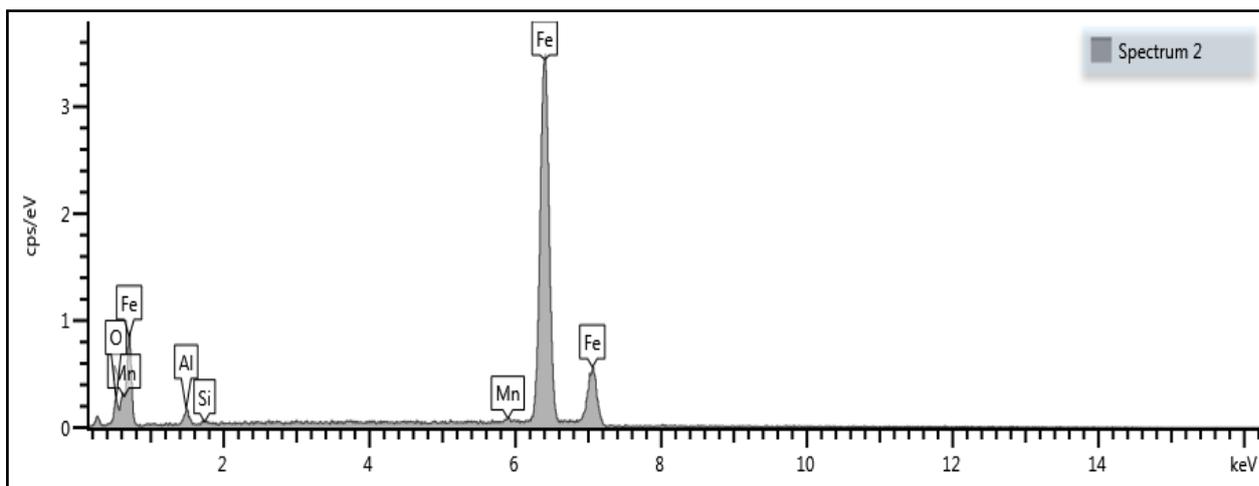
Elemento	Wt%	Wt% Sigma
<b>O</b>	6.94	0.27
<b>Al</b>	1.85	0.13
<b>Si</b>	0.37	0.09
<b>Mn</b>	0.86	0.22
<b>Fe</b>	89.98	0.36
<b>Totale:</b>	100.00	

Leggere variazione della composizione sono normale per quanto riguarda le analisi SEM-EDS, in quanto la misura viene fatta a livello puntuale, perciò il risultato dipende dal punto in cui viene fatta la misura. In base al grado in ingrandimento utilizzato è possibile ottenere, per materiale disomogenei, composizione differenti. Ad esempio, lo spettro 1 presente in figura 5.8 è stato ottenuto con un determinato ingrandimento, come mostrato in figura 5.9.



**Figura 5.9:** Immagine elettronica della parte del campione utilizzata per ottenere lo spettro 1.

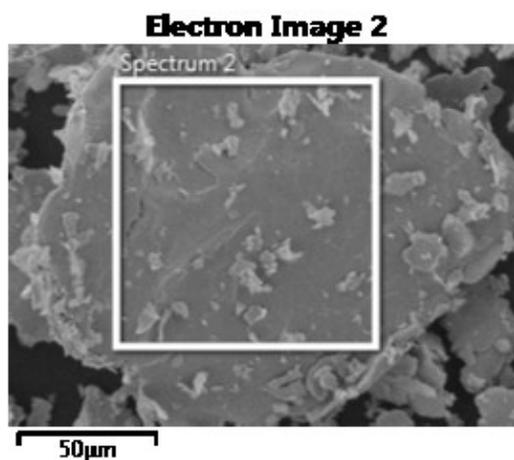
Se si considera un diverso punto del campione, si ottengono composizioni locali leggermente differenti. Nella figura 5.10 viene mostrato lo spettro 2, ottenuto dall'immagine elettronica 2, figura 5.11. La composizione rilevata, espressa come % in massa, viene mostrata nella tabella 5.2.



**Figura 5.10:** Spettro 2 del campione 125/14 ottenuto con il SEM-EDS

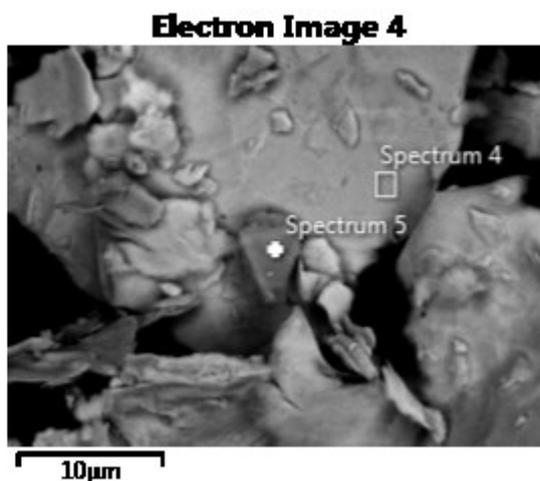
**Tabella 5.2:** Composizione del campione 125/14, espressa in %in massa, misurata con il SEM-EDS

Element0	Wt%	Wt% Sigma
<b>O</b>	1.45	0.12
<b>Al</b>	0.75	0.06
<b>Si</b>	0.12	0.04
<b>Mn</b>	0.53	0.16
<b>Fe</b>	97.14	0.21
<b>Totale:</b>	100.00	



**Figura 5.11:** Immagine elettronica della parte del campione utilizzata per ottenere lo spettro 2.

Aumentando ancora l'ingrandimento del SEM, è possibile ottenere la composizione puntuale con un maggiore grado di precisione. Ad esempio, prendendo in considerazione l'immagine 5.12, nella quale sono stati fatte due misure in due punti diversi del campione. La composizione del campione nei punti utilizzati per fare lo spettro 4 e 5, sono riassunti rispettivamente nelle tabelle 5.3 e 5.4.



**Figura 5.12:** Immagine elettronica della parte del campione utilizzata per ottenere lo spettro 4 e 5.

**Tabella 5.3.** Composizione del campione 125/14, espressa in %in massa, misurata con il SEM-EDS, per lo spettro 4.

Elemento	Wt%	Wt% Sigma
Al	0.32	0.09
Fe	99.68	0.09
<b>Totale:</b>	100.00	

**Tabella 5.4.** Composizione del campione 125/14, espressa in %in massa, misurata con il SEM-EDS, per lo spettro 5.

Elemento	Wt%	Wt% Sigma
<b>O</b>	13.20	0.25
<b>Al</b>	0.38	0.07
<b>Si</b>	1.08	0.08
<b>Mn</b>	7.29	0.26
<b>Fe</b>	78.04	0.35
<b>Totale:</b>	100.00	

Osservando le tabelle 5.3 e 5.4 è possibile constatare le diverse composizioni. Nello specifico si evince che le particelle a forma di “scaglie” sono composte per la quasi totalità di ferro, mentre le particelle di dimensioni inferiori presentano una composizione più disomogenea e contengono, in maniera differente da punto a punto, tutti gli elementi presenti nel campione.

## 5.2 Operazioni preliminari

Prima di poter effettuare i test per determinare la temperatura minima di innesco e gli altri parametri di studio in questa tesi, vengono effettuate delle operazioni di caratterizzazione e omogeneizzazione del campione secondo la normativa CEN EN 50281-2-1: 1999 [15]. Tali operazioni sono necessarie per aver una migliore caratterizzazione dei campioni di polveri, per aver dei risultati più attendibili e soprattutto per rendere maggiormente riproducibili i test su un determinato tipo di polvere.

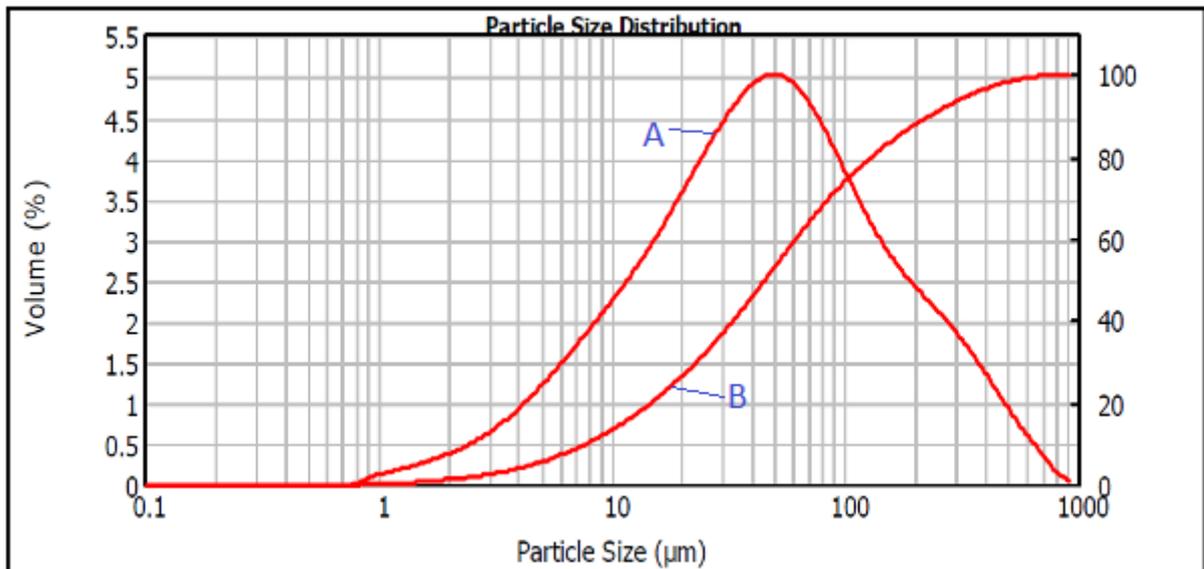
### 5.2.1 Setacciatura

La prima operazione da effettuare sul campione di polvere oggetto di studio è la setacciatura mediante un setacciatore elettromeccanico, modello Giuliani IG3/WET, dotato di una serie di setacci a maglie di diverse dimensioni. Nello specifico le polveri testate nel forno G-G devono avere delle dimensioni inferiori a 500  $\mu\text{m}$ .

### 5.2.2. Analisi granulometrica

Il campione di polvere metallica è stato sottoposto a analisi granulometrica per determinare la distribuzione granulometrica. Tale analisi è stata effettuata con il granulometro Malvern Mastersizer 2000E accoppiato con un'unità di dispersione delle polveri, modello Scirocco 2000M. Il range di misura di questo strumento è 0,01-1000  $\mu\text{m}$ .

Nella figura 5.13 viene riportato il grafico della distribuzione granulometrica ottenuta per il campione 125/14.



**Figura 5.13:** Grafico della distribuzione granulometrica. Curva A - distribuzione granulometrica, Curva B – Curva cumulativa espressa in % in volume.

Dal grafico si ricavano i valori del decimo percentile, del cinquantesimo percentile e del novantesimo percentile, che sono rispettivamente,  $d(0,1)=7,835 \mu\text{m}$ ,  $d(0,5)=45,560 \mu\text{m}$  e  $d(90)=231,323 \mu\text{m}$ .

Oltre a tali risultati, il granulometro fornisce anche una stima dall'area superficiale specifica.  $A_{\text{SUP}} = 0,326 \text{ m}^2/\text{g}$ .

### 5.2.3 Condizionamento

Il condizionamento del campione viene fatto per determinare e rimuovere l'umidità del campione. Tale procedura viene effettuata misurando il peso del campione prima e dopo averlo lasciato nell'essiccatore a temperatura di  $65^\circ\text{C}$  per 4 ore. I risultati del condizionamento vengono mostrati in tabella 5.5.

**Tabella 5.5:** Contenuto di umidità del campione 125/14

Essiccamento	massa di campione
<b>Prima del trattamento</b>	100,38 g
<b>dopo il trattamento</b>	100,32 g
<b>Contenuto di umidità</b>	0,06%

## 5.3. Misura della Temperatura Minima di Innesco in nube

### 5.3.1. Temperatura Minima di Innesco MIT

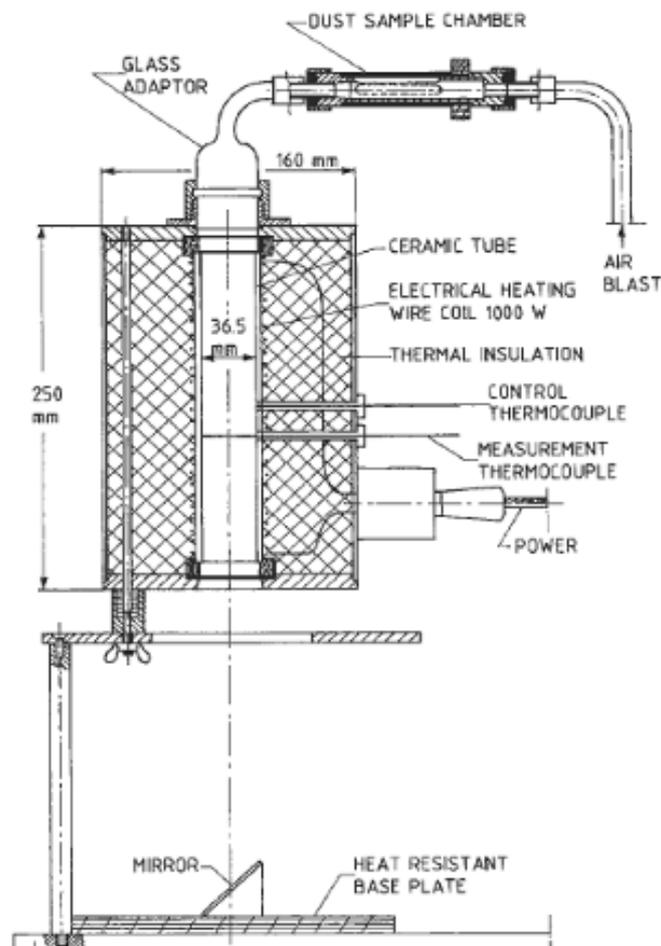
La temperatura minima di innesco, indicata con l'acronimo MIT (*Minimum Ignition Temperature*) viene definita secondo la Norma CEI EN 50281-2-1:1999 [15] come la temperatura più bassa di una superficie calda in grado di provocare l'ignizione spontanea di una miscela costituita da polvere dispersa in aria. A temperature inferiori l'innesco può

avvenire solo mediante l'utilizzo di una sorgente esterna (e.g. fiamme, scintille).

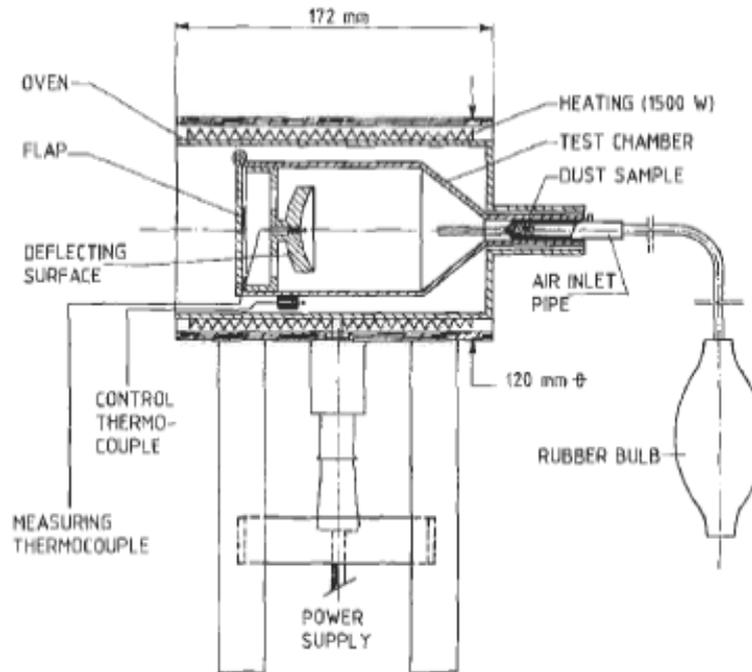
Ogni superficie calda, con un livello energetico che supera una determinata soglia, può agire come una fonte di innesco molto efficace per le nubi di polveri combustibili [1].

In termini di sicurezza, prevenzione e protezione, la MIT rappresenta una soglia di temperatura che non deve essere superata dalle superficie calda presenti in un luogo di lavoro dove vengono e generate polveri di combustibili che potrebbero dal luogo a esplosioni.

La Norma Europea 80079-20-2 [26] stabilisce che la MIT per una polvere combustibile sotto forma di nube può essere misurata utilizzando due tipi di apparecchiature: il Forno G-G (figura 5.14) oppure il Forno BAM (figura 5.15). La principale differenza tra i due forni sta nel fatto che nel Forno G-G la parte interna nella quale si raggiungono le alte temperature si sviluppa in direzione verticale e la polvere viene dispersa dal un getto d'aria compresa dall'alto del forno. Mentre nel Forno BAM la parte riscaldante si sviluppa in direzione orizzontale e la polvere viene dispersa lateralmente. Il forno Godbert-Greenwald, detto G-G, viene descritto in maniera dettagliata nel capitolo 3.2.2.



**Figura 5.14:** Schema del forno Godbert-Greenwald (G-G) [1]

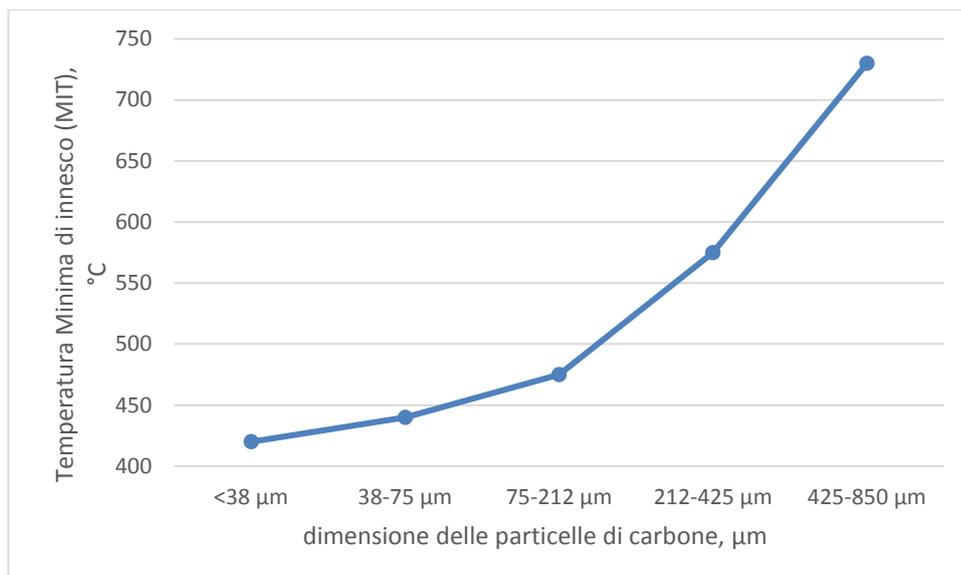


**Figura 5.15:** Schema del Forno BAM [1].

Solitamente i valori di MIT ottenuti per un determinato campione di polvere con un forno BAM sono leggermente inferiori ai valori che vengono ricavati con l'utilizzo del Forno G-G. Ciò avviene perché durante il riscaldamento, i campioni di polveri si depositano nella parte bassa del forno e liberano dei componenti volatili che si innescano più facilmente rispetto alla nube di polvere. In questo caso l'innescò del campione viene determinato dall'innescò dei vapori infiammabile del campione e non dall'innescò del solido [27]. Inoltre, per come è stato progettato, il forno BAM permette di ricavare il ritardo nell'accensione del campione di polvere [1]. Tuttavia per il calcolo della MIT le norme stabiliscono un limite massimo nel ritardo dell'accensione entro il quale l'innescò può essere considerato tale. Ad esempio la Norma Europea 80079-20-2 [26] stabilisce in 10 secondi il tempo massimo di ritardo ammissibile.

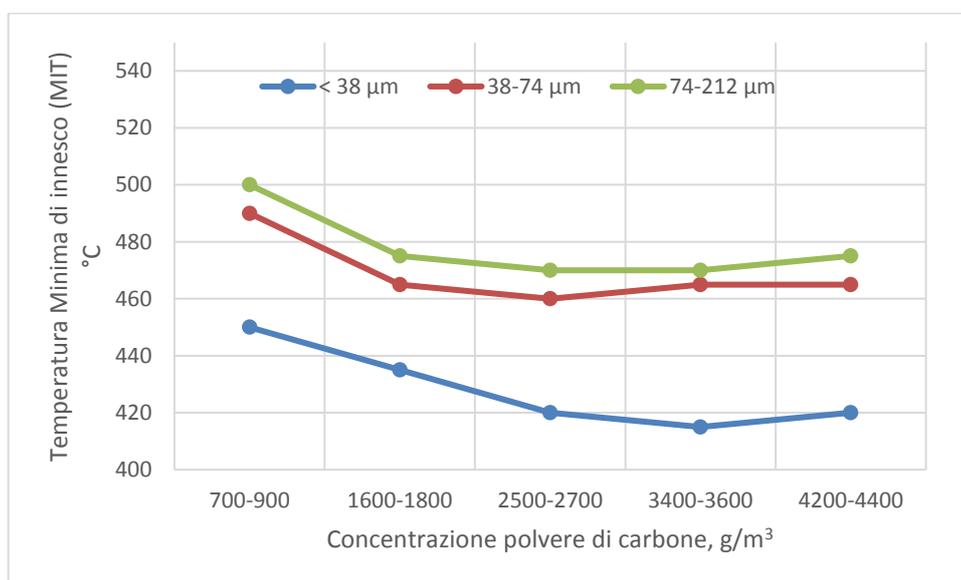
Per quanto riguarda il calcolo della MIT sono stati effettuati molto studi su molte tipologie di polvere combustibile diversi.

Molti studi sono stati realizzati per verificare l'influenza di diversi parametri, come MEC, MIE e il LOC, sul valore della MIT. Ad esempio, Mishra e Azam [28] nei loro studi hanno dimostrato, utilizzando una polvere di carbone, che la MIT aumenta all'aumentare delle dimensioni delle particelle. In particolare hanno trovato un andamento esponenziale della MIT al variare delle dimensioni delle particelle di carbone a parità di concentrazione. Nello specifico la MIT varia da 420°C per particelle di dimensioni inferiori a 38 µm a 730°C per particelle di dimensioni comprese tra 425 e 850 µm, come mostrato in figura 5.16. L'incremento della MIT per la polvere di carbone all'aumentare delle dimensioni delle particelle indica che le particelle di carbone grossolane, di dimensioni superiori a 212 µm, richiedono una maggiore energia di ignizione rispetto alle particelle di dimensioni inferiori. Questo è dovuto al fatto che il processo di esplosione nelle polveri di carbone grossolana è controllato dalla volatilizzazione [28].



**Figura 5.16:** Variazione della MIT in funzione delle dimensioni delle particelle di polvere di carbone [tratta da 28 con modifiche].

Nello stesso studio [28], è stato dimostrato come il valore della MIT decresce all'aumentare della concentrazione di polvere di carbone a parità di dimensione delle particelle. Tuttavia, per elevate concentrazione di polvere hanno osservato un aumento del valore della MIT dovuto all'eccesso di polvere all'interno del forno e la conseguente diminuzione della concentrazione di ossigeno disponibile. Tale andamento del valore della MIT per le particelle fini, con dimensioni inferiori a 212  $\mu\text{m}$ , viene mostrato in figura 5.17.



**Figura 5.17:** Variazione della MIT in funzione della concentrazione della polvere di carbone [tratta da [28] con modifiche].

Amyotte et al. [29] hanno studiato la variazione della MIT per alcuni campioni di solfuri di ferro utilizzando il forno BAM. Nello specifico nell'articolo sono stati pubblicati i test fatti

su campioni commerciali di FeS e FeS<sub>2</sub>, e su campioni di pirite e pirrotite proveniente da una miniera. La composizione dei campioni testati è mostrata nella tabella 5.6. Il diametro medio delle particelle dei diversi solfuri, viene mostrato nella tabella 5.7 dove PO indica la Pirrotite e PY indica la Pirite, seguita dal numero che indica il diametro massico medio.

**Tabella 5.6:** Contenuto di ferro e solfo delle polveri di solfuri [29].

Material	Fe (wt.%)	S (wt.%)
FeS	64.6	28.5
FeS <sub>2</sub>	42.4	46.2
Pyrrhotite	38.6	32.7
Pyrite	34.2	46.4

**Tabella 5.7:** Diametro delle particelle dei diversi solfuri (modificata da [29]).

Material	$D_w^a$ ( $\mu\text{m}$ )
FeS	11
FeS <sub>2</sub>	40
PO-90 <sup>b</sup>	90
PO-64	64
PO-49	49
PO-37	37
PO-16	16
PY-146 <sup>c</sup>	146
PY-85	85
PY-66	66
PY-50	50
PY-37	37
PY-35	35
PY-20	20

I risultati sperimentale ottenuti nel loro studio è presentato in tabella 5.8, nella quale i valori di MIT sono definiti in un range di 10°C, così come imposto dal metodo standard per esprimere i risultati ottenuti con il forno BAM. Come criterio di accensione viene preso in considerazione sia la fiamma uscente dal forno che le scintille nel caso della frazione di dimensioni maggiore.

I risultati da loro ottenuti hanno evidenziato come, in generale, la MIT diminuisce all'aumentare del diametro massico medio per i vari campioni di Pirite e pirrotite. Invece nel caso dei campioni commerciali di FeS ( $D_W = 11\mu\text{m}$ ) e FeS<sub>2</sub> ( $D_W = 40\mu\text{m}$ ) l'effetto delle dimensioni delle particelle è predominante rispetto al differente contenuto di zolfo, dato che il prima campione nonostante il minore contenuto di zolfo presenta una MIT più bassa.

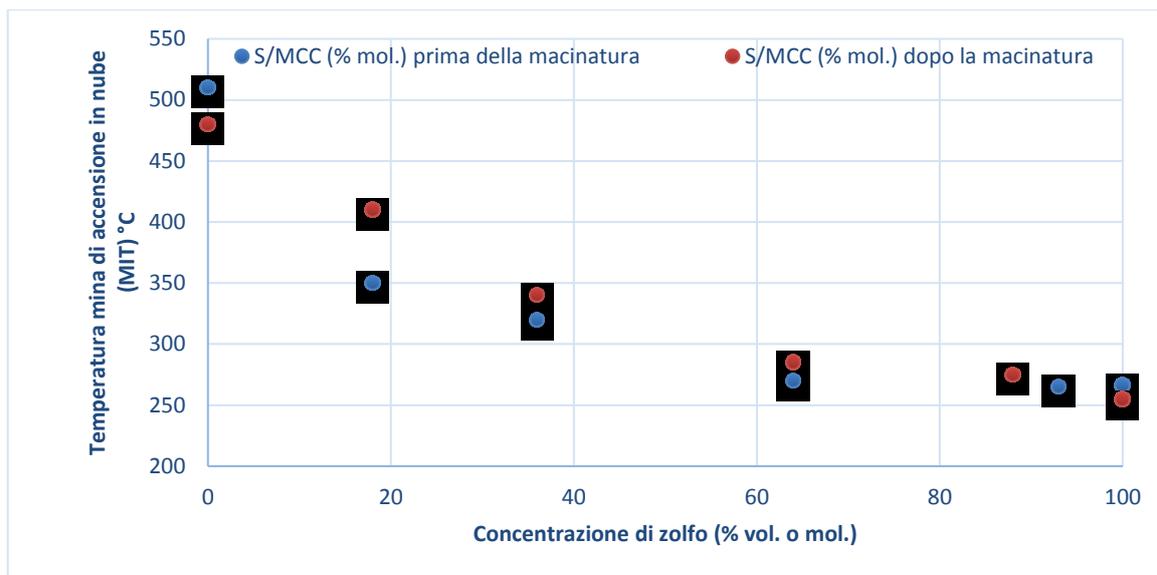
**Tabella 5.8.** MIT (minimum Ignition temperature) delle polveri di solfuri di ferro [29].

Material	Minimum ignition temperature (°C)	Observations
FeS	520–530	Sparks
FeS <sub>2</sub>	550–560	Sparks
PO-90	600–610	Sparks
PO-64	580–590	Sparks
PO-49	560–570	Flame
PO-37	560–570	Flame
PO-16	580–590	Flame
PY-146	>620	No ignition
PY-85	550–560	Sparks
PY-66	540–550	Sparks
PY-50	510–520	Flame
PY-37	530–540	Flame
PY-35	510–520	Flame
PY-20	480–490	Flame

Addai et al. [32] hanno effettuato una serie di studi sulla MIT delle miscele ibride di polveri con gas o solventi utilizzando una versione modificata del forno G-G, e hanno osservato che valori del MIT e anche del MEC delle polveri diminuiscono se alla nube di polvere viene aggiunta una piccola quantità di gas con concentrazione inferiori al LEL. Ad esempio, il MIT di un campione di polvere di legno preso in esame è sceso da 460°C a 420°C e a 430°C quando sono stati aggiunti rispettivamente metano e propano.

Diversi studi hanno dimostrato che maggiore è la concentrazione di ossigeno e maggiore sarà la probabilità che si verifichi un'esplosione e maggiore saranno gli effetti distruttivi di una esplosione di polvere [30]. Dagli esperimenti fatti da Wu et al [31] con 3 differenti tipi di polveri di carbone a differenti concentrazioni di ossigeno (dal 21 al 50%), si è osservato come il rischio di esplosione all'aumentare della concentrazione di ossigeno, in quanto si ha una notevole diminuzione della MIT. Inoltre hanno messo in evidenza il fatto che il valore della MIT diminuisce notevolmente all'aumentare della concentrazione di ossigeno.

Dufaud et. al. [14], in un articolo pubblicato nel 2012, hanno studiato varie miscele di polveri e l'influenza della concentrazione dei diversi componenti sulla sensibilità all'innesco e la violenza dell'esplosione. Per effettuare le prove sono state scelte delle polveri che vengono utilizzati come eccipienti o lubrificanti nell'industria farmaceutica. In particolare, per quanto riguarda la temperatura minima di innesco delle polveri disperse in nube, sono state effettuate delle prove per verificare l'influenza del contenuto di zolfo sulla MIT di una miscela zolfo-MCC (microcrystalline cellulose). La MIT delle polveri pure è rispettivamente 270°C e 510°C, per zolfo e MCC. I risultati di tali prove vengono mostrate in figura 5.18.



**Figura 5.18:** Andamento della MIT per miscele S/MCC in funzione della concentrazione di S e della granulometria [tratto da 14 con modifiche].

La figura 5.18 mostra come vi è una soglia di concentrazione di 2,5% in volume, cioè il 15% in peso, oltre la quale il composto più infiammabile impone la sua caratteristica di accensione. Inoltre, si osserva che una rappresentazione in funzione delle proporzioni molari tende a linearizzare questa relazione. Tale fatto conferma l'importanza delle reazioni chimiche dipendenti dalle proprietà termiche delle miscele utilizzate. Infatti, a causa del basso valore della MIT e della temperatura di fusione dello zolfo, circa 110°C, la sua combustione avviene in fase gassosa, con meccanismo omogeneo, e conseguente limitazione della reazione chimica. Durante il riscaldamento nel forno G-G, la miscela polvere-polvere-aria viene rapidamente trasformata in una miscela ibrida gas-polvere-aria. L'influenza del composto gassoso infiammabile sull'accensione della nube è rilevante anche per piccole quantità di gas.

Nello stesso studio è stata verificata l'influenza della granulometria sul valore della MIT. Per fare ciò polveri di MCC e di zolfo sono state macinate per ottenere un campione di polvere con  $d_{50}$  di 10  $\mu\text{m}$ , rispetto ai 108  $\mu\text{m}$  per MCC e i 110  $\mu\text{m}$  per lo zolfo prima della macinazione. L'impatto sul valore della MIT del cambiamento di dimensione delle particelle è chiaramente visibile in figura 5.13. Come atteso, la temperatura minima di accensione delle polveri pure diminuisce da 270 a 260°C per lo zolfo e da 510 a 480°C per l'MCC. Tale diminuzione è dovuta soprattutto all'aumento della superficie delle particelle che comporta una maggiore reattività, ma anche ad un miglioramento delle proprietà termiche combinata con una migliore dispersione e stabilità in atmosfera.

La misura della MIT con il forno G-G è considerata molto attendibile e affidabile. Tuttavia, presenta alcuni aspetti, dovuti alla geometria del forno e la dinamica della nube all'interno del forno, che fanno pensare al fatto che la MIT non deve essere considerato come un valore costante e che non possa essere applicata direttamente come valore di riferimento nelle diverse realtà industriali [33]. Alle basi di questo ragionamento stanno le differenze di scala tra il sistema di laboratorio e un reale ambiente industriale, come la dimensione delle superficie calde, il tempo di residenza della polvere in prossimità della superficie calda, la presenza di gas infiammabili e la concentrazione effettiva della nube di polvere.

### 5.3.2 Apparecchiatura utilizzata: Forno Godbert-Greenwald o forno G-G

Negli esperimenti effettuati per lo svolgimento della tesi è stato utilizzato il forno Godbert-Greenwald, detto G-G (Chilworth Technologies, Model MITC-L, serial number J303161B) presente nel Laboratorio della Sicurezza Ambientale e Atmosfere esplosive – DISAT – Politecnico di Torino.

Il Forno G-G è un'apparecchiatura costituita da una struttura esterna in acciaio inossidabile con all'interno un cilindro verticale cavo di silice, con diametro interno di 36 mm e quello esterno di 216 mm, capace di supportare temperature superiori a 1000 °C.

All'interno del cilindro in silice è inserita una resistenza metallica a spirale che consente il riscaldamento del forno, generando la superficie calda responsabile dell'accensione della nube di polvere.

Il cilindro in silice è aperto da entrambe le estremità. L'apertura nella parte superiore consente di collegare il forno ad una camera di osservazione in vetro a forma di gomito, che a sua volta è collegata mediante un tubo in gomma alla camera di caricamento del campione. Tale camera è costituita da due cilindri coassiali rotanti con delle aperture laterali dove viene inserito il campione di polvere su cui si vuole effettuare il test.

L'apertura nella parte inferiore, invece, permette all'operatore di osservare se l'innesco del campione è avvenuto, in quanto l'intera struttura è montata sul un supporto lucido in acciaio inossidabile che riflette interno del forno.

La dispersione della polvere all'interno del forno viene effettuata tramite un getto d'aria compressa proveniente da un serbatoio polmone di 50 cm<sup>3</sup> collegato al sistema. L'operatore agisce manualmente su una valvola a solenoide per azionare il getto d'aria che investe il campione e lo trascina nella parte calda del forno.

L'intensità del getto d'aria è determinata dalla sovrappressione dell'aria contenuta nel serbatoio polmone. La misura della sovrappressione viene effettuata tramite un barometro digitale montato sulla linea di alimentazione. Il caricamento del serbatoio viene fatto manualmente dall'operatore mediante un rubinetto.

La resistenza metallica contenuta all'interno del forno è collegata a un controllore digitale, che lavora con logica PID, che a seconda del valore di set-point della temperatura regola la corrente da erogare.

Nella parte centrale del forno sono montate due termocoppie di tipo-K. La prima è collegata al controllore, mentre la seconda ad un termometro digitale che fornisce una misura di verifica.

Un'immagine del Forno G-G presente in laboratorio viene riportata in figura 5.19.



**Figura 5.19:** Immagine del forno e della strumentazione

### 5.3.3 Determinazione sperimentale della MIT

Dal punto di vista sperimentale la MIT viene determinata secondo la Norma CEI EN 50281-2-1:1999 [15]. Tale norma definisce tutti gli aspetti pratici delle operazioni che si devono effettuare prima, durante e dopo le prove: come preparare i campioni e i portacampioni, le condizioni in cui devono essere effettuate le prove, come interpretare i risultati e compilare la scheda tecnica, come effettuare la pulizia e la manutenzione del forno e come provvedere al corretto smaltimento delle polveri testate.

Il metodo standard prevede di regolare la temperatura del forno a 500°C e attendere 5 minuti una volta raggiunta la temperatura di set-point. Pesare e inserire nella camera di caricamento 0,1 g di campione. Regolare la pressione dell'aria a 0,1 bar e disperdere la polvere all'interno del forno azionando l'elettrovalvola che permetterà il rilascio dell'aria contenuta nel serbatoio polmone.

Durante la prova si osserva il supporto lucido per verificare se avviene o meno l'accensione. Il criterio per l'innesco è l'evidenza di esplosione all'estremità del forno, anche con tempo di ritardo. Non si considerano come innesco scintille in assenza di fiamma.

Nel caso in cui non sia avvenuto l'innesco si ripete la prova aumentando la temperatura di 50°C fino al verificarsi di un innesco evidente, comunque non oltre i 1000°C.

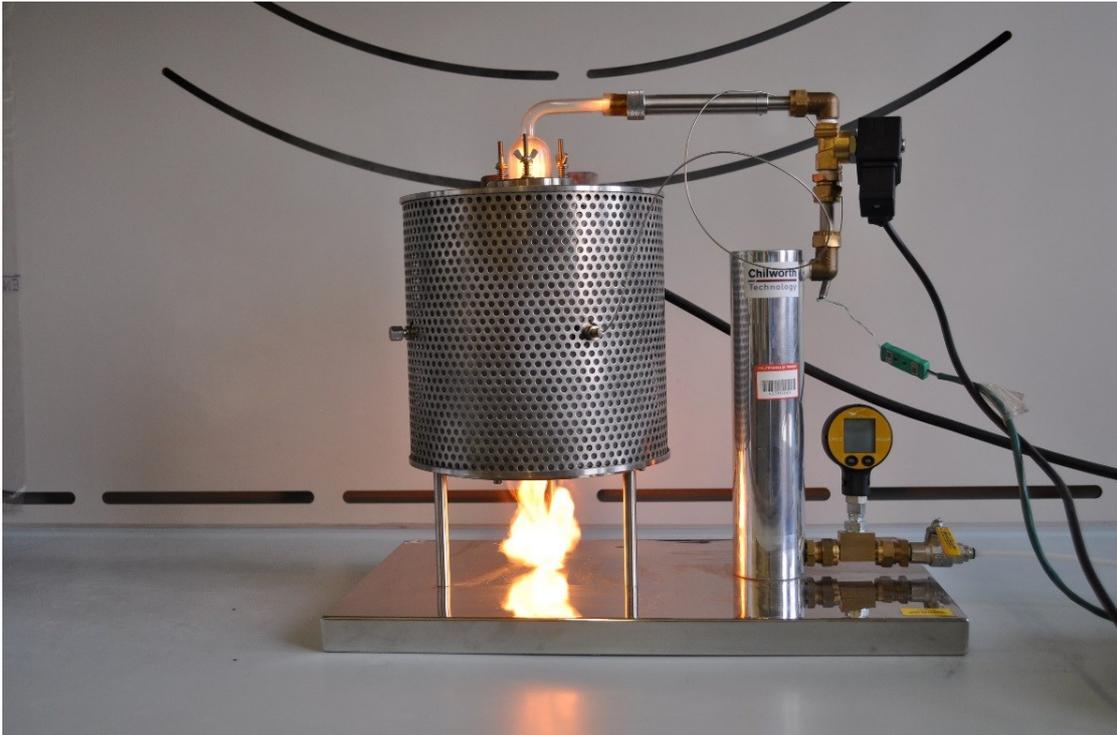
Ad innesco avvenuto, variare la pesata del campione e la pressione fino ad ottenere un innesco più vigoroso. La massa di campione da utilizzare può variare nel range di 0,01g - 1 g e la pressione può variare da 0,01 a 0,5 bar.

Definite la massa e la pressione ottimale per un determinato tipo di campione, si deve ridurre

la temperatura del forno di 20°C, 10°C sotto i 300°C, fino a che in 10 tentativi non si ottenga alcun innesco.

La MIT è uguale alla temperatura a cui non si ottiene alcun innesco in 10 tentativi consecutivi diminuita di 20°C per temperature superiori a 300°C e di 10°C per temperature inferiori.

La figura 5.20 riporta una immagine del Forno G-G presente in laboratorio durante un innesco.



**Figura 5.20:** immagine del Forno G-G durante un innesco del campione.

#### 5.3.4 MIT del campione 125/14

I test per definire la MIT del campione 125/14 sono stati effettuati con una massa di campione di 0,3 g, corrispondente ad una concentrazione nominale di 1365 g/m<sup>3</sup>, e una pressione dell'aria di 0,3 bar, secondo la Norma CEI EN 80079-20-2:2016 [27], che stabilisce che in assenza di informazione preliminari su un determinato campione di polvere è opportuno iniziare le prove con un valore medio di massa e pressione. Inoltre tali valori iniziali sono contemplati all'interno dei range stabiliti dalla Norma CEI EN 50281-2-1:1999. Inoltre il quantitativo di massa di campione utilizzato per le prove rientra, come valore di concentrazione, all'interno dell'intervallo di infiammabilità della maggior parte delle polveri metalliche, dove si ottengono i valori più elevati dei principali parametri di esplosibilità [7].

Nella tabella 5.9 vengono elencate la sequenza e l'esito delle prove effettuate. Dato che a 300 non si ha innesco in 10 prove consecutive, la MIT del campione 125/14 risulta essere uguale a 280°C.

**Tabella 5.9.** Risultati della procedura di calcolo della MIT.

Temperatura [°C]	Numero di prove	Massa di campione [g]	Pressione [bar]	Innesco
500	1	0,3	0,3	SI
480	1	0,3	0,3	SI
460	1	0,3	0,3	SI
440	1	0,3	0,3	SI
420	1	0,3	0,3	SI
400	1	0,3	0,3	SI
380	1	0,3	0,3	SI
360	1	0,3	0,3	no
-	2	0,3	0,3	SI
340	1	0,3	0,3	no
-	2	0,3	0,3	no
-	3	0,3	0,3	no
-	4	0,3	0,3	SI
320	1	0,3	0,3	no
-	2	0,3	0,3	no
-	3	0,3	0,3	no
-	4	0,3	0,3	no
-	5	0,3	0,3	no
-	6	0,3	0,3	no
-	7	0,3	0,3	no
-	8	0,3	0,3	SI
300	1	0,3	0,3	no
-	2	0,3	0,3	no
-	3	0,3	0,3	no
-	4	0,3	0,3	no
-	5	0,3	0,3	no
-	6	0,3	0,3	no
-	7	0,3	0,3	no
-	8	0,3	0,3	no
-	9	0,3	0,3	no
-	10	0,3	0,3	no

#### *5.4 Influenza delle dimensioni e della composizione sulla temperatura minima di innesco*

##### 5.4.1 Divisione e classificazione delle frazioni A, B, C e D del campione 125/14

Per verificare l'influenza della granulometria e della composizione sulla temperatura minima di autoaccensione, la polvere metallica è stata suddivisa in diverse frazioni in base alle dimensioni delle particelle e successivamente è stata valutata la MIT. Tramite una setacciatura con le diverse maglie sono state separate le diverse frazione contenute nel campione 125/14. Le frazioni ottenute sono:

- Frazione A con dimensione inferiori a 75  $\mu\text{m}$ .
- Frazione B con dimensioni comprese tra 75  $\mu\text{m}$  e 125  $\mu\text{m}$ ;

- Frazione C con dimensioni comprese tra 125  $\mu\text{m}$  e 250  $\mu\text{m}$ ;
- Frazione D con dimensioni comprese tra 250  $\mu\text{m}$  e 500  $\mu\text{m}$ .

La divisione percentuale in massa del campione 125/14 nelle diverse frazioni è presente in tabella 5.10.

**Tabella 5.10.** Risultati della divisione del campione 124/14 in frazione.

Frazione	% in massa
A (<75 $\mu\text{m}$ )	64,967%
B (75 $\mu\text{m}$ < d < 125 $\mu\text{m}$ )	15,464%
C (125 $\mu\text{m}$ < d < 250 $\mu\text{m}$ )	13,705%
D (250 $\mu\text{m}$ < d < 500 $\mu\text{m}$ )	5,864%

Dai i risultati si può affermare come il campione 125/14 è per circa il 65% composto da particelle di dimensioni inferiori a ai 75  $\mu\text{m}$  (frazione A), le due frazioni intermedie B e C rappresentano circa il 29%, mentre la frazione grossolana D è contenuta in quantità molto bassa, circa il 16%. Tali risultati, naturalmente, confermano quanto visto nella curva di distribuzione granulometrica.

#### 5.4.2 Misura della MIT per le frazioni B,C e D del campione 125/14

Per le 4 frazioni, divisi in base alle dimensioni delle particelle, è stata valuta la MIT secondo la Norma CEI EN 50281-2-1:1999 [15], utilizzando in forno G-G. Prima di effettuare i test, tutti i campioni delle diverse frazioni sono stati sotto posto a condizionamento per la rimozione dell'umidità, in modo analogo a quanto era stato fatto per il campione 125/14, ossia trattamento per 4 ore in un essiccatore statico a 65°C.

Per la frazione D, con dimensione comprese tra 250-500  $\mu\text{m}$ , durante la procedura di calcolo della MIT non si è evidenziato alcun innesco per temperature uguale e inferiori a 700°C e per diverse concentrazioni di polvere. I risultati della valutazione esposti in tabella 5.11.

**Tabella 5.11.** Risultati della procedura di calcolo della MIT per la frazione D.

Temperatura [°C]	N. di prove	Massa [g]	P [bar]	Innesco
500	1	0,3	0,3	No
500	1	0,5	0,3	No
550	1	0,3	0,3	No
600	1	0,3	0,3	No
650	1	0,3	0,3	No
700	1	0,3	0,3	No
700	1	0,5	0,3	No

Per la frazione C, con dimensione che variano nel range 125  $\mu\text{m}$  -250  $\mu\text{m}$ , per temperature pari o inferiori a 700°C non si è verificato alcun innesco evidente, ricordando che per innesco evidente si intende un innesco nel quale la fiamma fuoriesce dall'estremità inferiore del forno G-G. Tuttavia, contrariamente alla frazione D, in questo caso a temperatura di

700°C e con una massa di campione di 0,5g si sono osservate delle scintille. I risultati sono elencati nella tabella 5.12.

**Tabella 5.12.** Risultati della procedura di calcolo della MIT per la frazione C.

Temperatura [°C]	N. di prove	Massa [g]	P [bar]	Innesco
<b>500</b>	1	0,3	0,3	<b>no</b>
<b>550</b>	1	0,3	0,3	<b>no</b>
<b>600</b>	1	0,3	0,3	<b>no</b>
<b>650</b>	1	0,3	0,3	<b>no</b>
<b>700</b>	1	0,3	0,3	<b>no</b>
<b>700</b>	1	0,5	0,3	<b>scintille</b>

Per quanto riguarda la MIT della frazione B, dimensioni comprese tra  $75 \mu\text{m} < d < 125 \mu\text{m}$ , si ha avuto un comportamento simile al campione 125/14. Tuttavia l'ultimo innesco si è verificato per una temperatura di 360°C, mentre a 340°C non è stato osservato alcun innesco in 10 prove consecutive. La sequenza e l'esito delle prove effettuate sono presentati nella tabella 5.13. La MIT per questa frazione risulta pari a 320°C, ossia 40°C superiore alla temperatura del campione 125/14 completo.

**Tabella 5.13.** Risultati della procedura di calcolo della MIT per la frazione B.

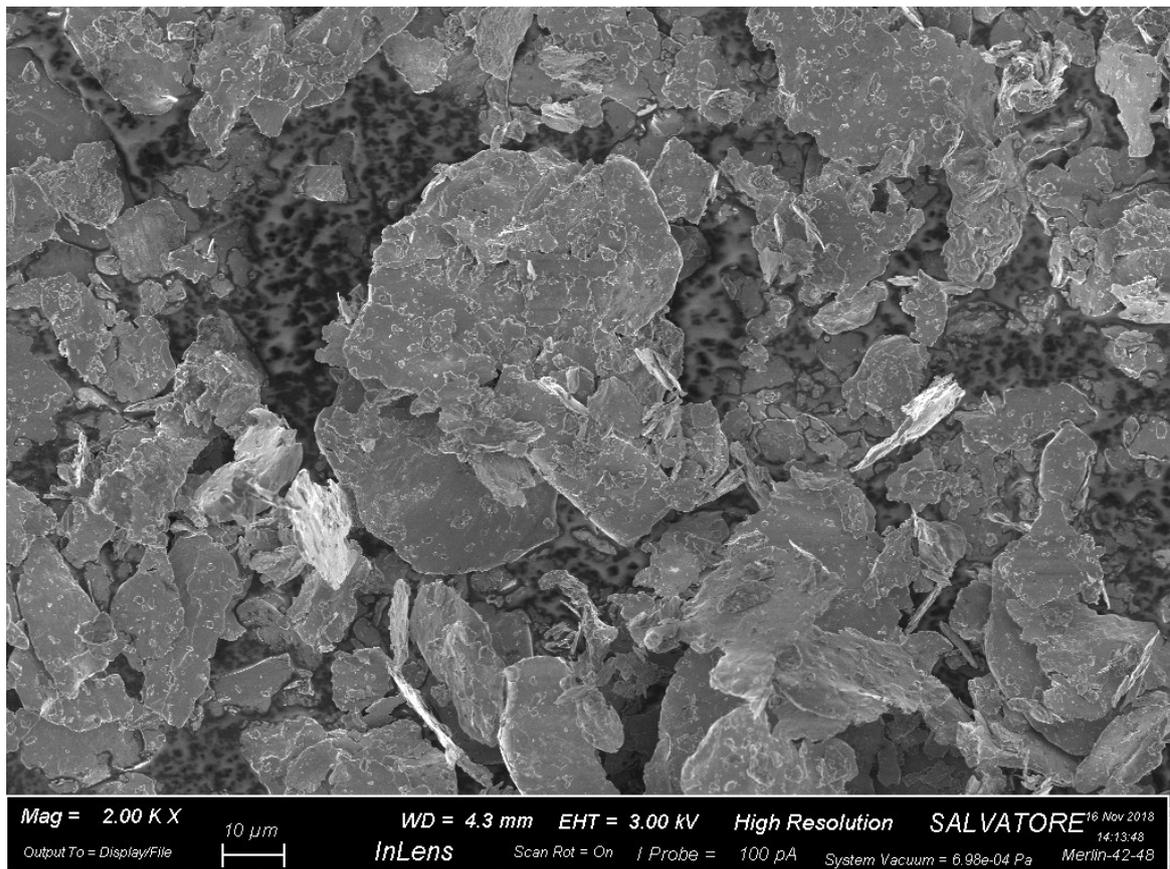
Temperatura [°C]	n. prova	Massa [g]	P [bar]	Innesco
<b>500</b>	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>480</b>	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>460</b>	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>440</b>	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>420</b>	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>400</b>	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>380</b>	1	0,3	0,3	<b>No</b>
.	2	0,3	0,3	<b>No</b>
-	3	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>360</b>	1	0,3	0,3	<b>No</b>
-	2	0,3	0,3	<b>No</b>
-	3	0,3	0,3	<b>No</b>
-	4	0,3	0,3	<b>No</b>
-	5	0,3	0,3	<b>SI</b>
<b>340</b>	1	0,3	0,3	<b>No</b>
-	2	0,3	0,3	<b>No</b>
-	3	0,3	0,3	<b>No</b>
-	4	0,3	0,3	<b>No</b>
-	5	0,3	0,3	<b>No</b>
-	6	0,3	0,3	<b>No</b>
-	7	0,3	0,3	<b>No</b>
-	8	0,3	0,3	<b>No</b>
-	9	0,3	0,3	<b>No</b>
-	10	0,3	0,3	<b>No</b>

I valori della MIT ottenuti per la frazione B, conferma quanto precedentemente detto sull'effetto della granulometria sulla temperatura minima di innesco.

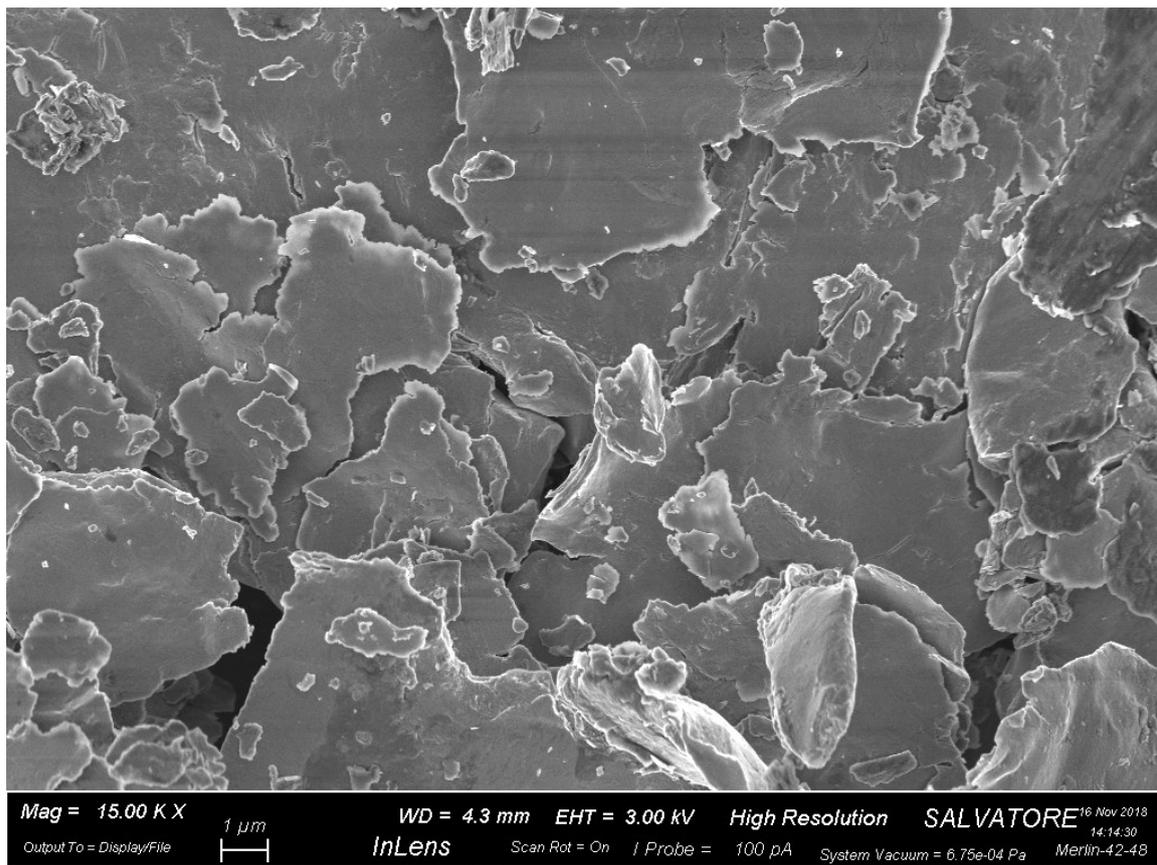
#### 5.4.3 Analisi della frazione A del campione 125/14

La frazione A rappresenta la frazione di polvere più fine presente nel campione utilizzato, e contiene particelle con dimensioni inferiori a  $75\ \mu\text{m}$ . Anche per la frazione A, in analogia a quanto fatto per il campione 125/14, sono state fatte delle osservazioni al SEM e delle analisi EDS (o EDX) per osservare la morfologia e misurare la composizione.

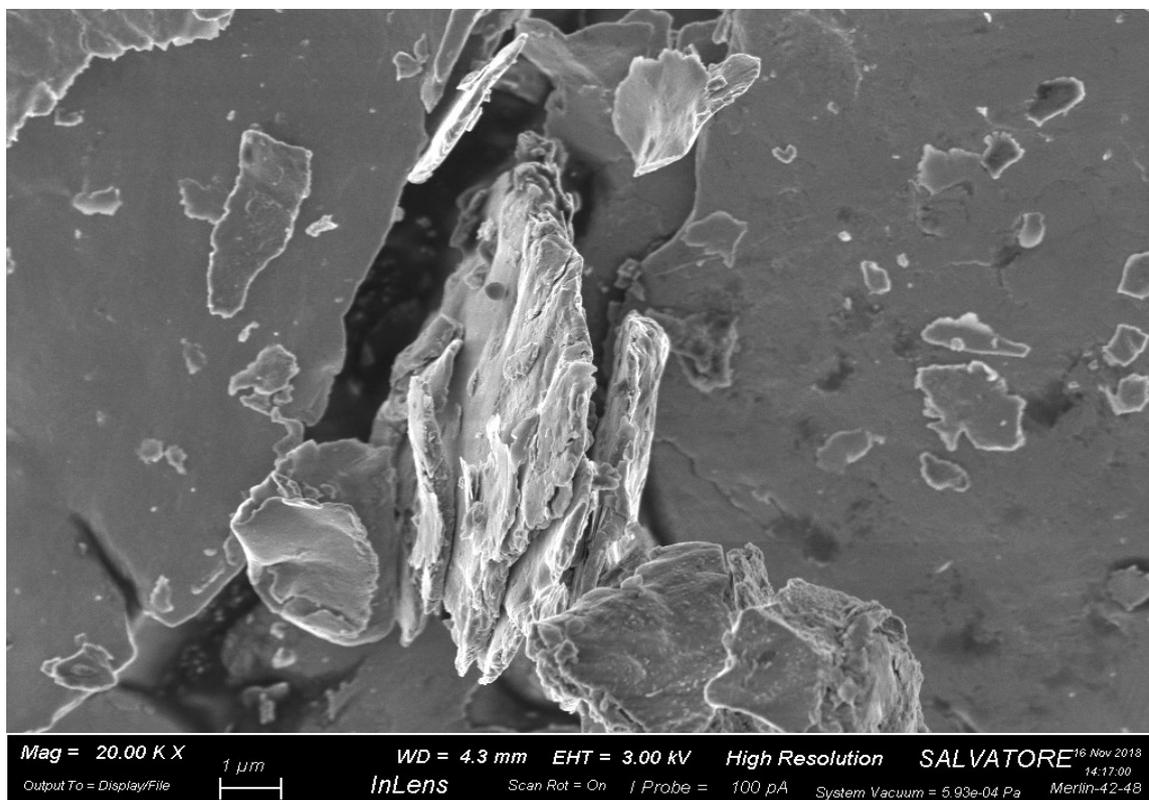
Nelle figure 5.21, 5.22 e 5.23 vengono mostrate le immagini ottenute al SEM rispettivamente per 2000, 15000 e 20000 ingrandimenti per la frazione A. Dalle foto ricavate al SEM è possibile osservare che la morfologia di tale frazione risulta molto simile alla morfologia del campione completo (frazioni A, B, C e D). Osservando l'immagine contenuta nella figura 5.23 una struttura simile ad una scaglia posta in posizione verticale rispetto alle altre strutture adiacenti che si trovano in posizione orizzontale. Inoltre dalla stessa immagine è possibile stimare lo spessore medio di tale particella, che risulta di circa  $3\ \mu\text{m}$ .



**Figura 5.21:** Foto al SEM della frazione A del campione 125/14 con ingrandimento di 2000 volte.

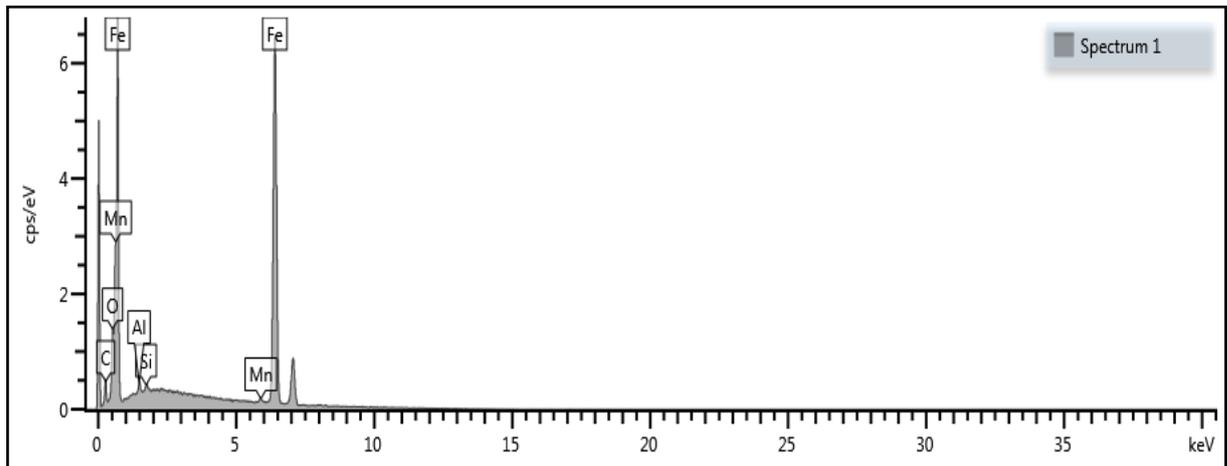


**Figura 5.22:** Foto al SEM della frazione A del campione 125/14 con ingrandimento di 15000 volte.



**Figura 5.23:** Foto al SEM della frazione A del campione 125/14 con ingrandimento di 20000 volte.

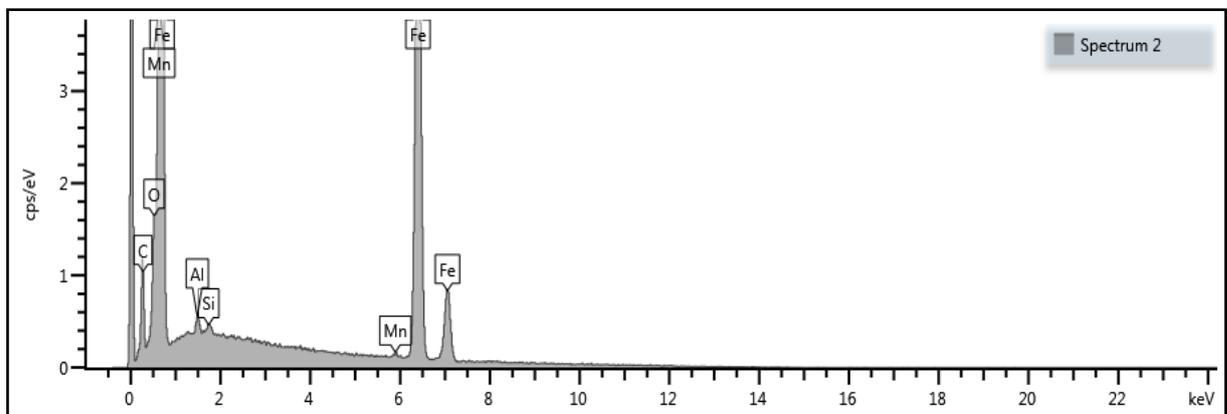
I risultati delle analisi effettuate al SEM-EDS per la frazione A, con dimensioni inferiori a 75  $\mu\text{m}$ , campione 125/14 sono mostrati in figura 5.24 per lo spettro 1 e in figura 5.25 per lo spettro 2. La composizione, espressa come percentuale in massa Wt%, e l'errore di concentrazione percentuali in massa al livello sigma 1, che viene espresso come Wt% Sigma, per gli spettri 1 e 2 vengono elencati nella tabella 5.14 e 5.15 rispettivamente. Infine nella figura 5.29 viene mostrata la foto fatta al SEM della parte di campione nella quale è stata fatta l'analisi EDS ed i relativi spettri 1 e 2.



**Figura 5.24:** Spettro 1 della frazione A campione 125/14 ottenuto con il SEM-EDS.

**Tabella 5.14:** Composizione della frazione A, espressa in % in massa, misurata con il SEM-EDS per lo spettro 1.

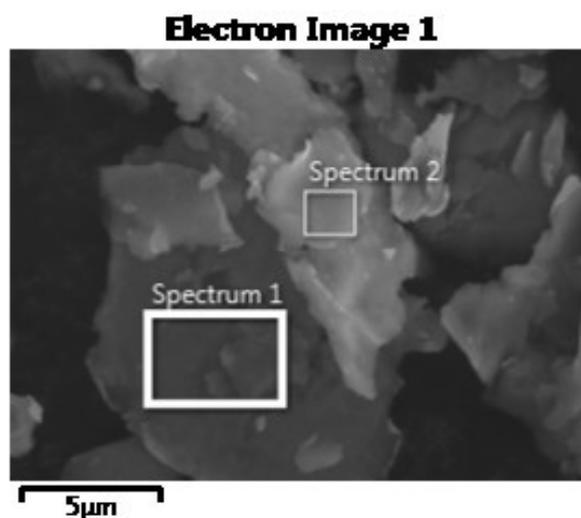
Elemento	Wt%	Wt% Sigma
<b>O</b>	3.82	0.14
<b>Al</b>	0.56	0.06
<b>Si</b>	0.26	0.06
<b>Mn</b>	0.70	0.12
<b>Fe</b>	94.65	0.20
<b>Totale:</b>	100.00	-



**Figura 5.25:** Spettro 2 della frazione A campione 125/14 ottenuto con il SEM-EDS

**Tabella 5.15:** Composizione della frazione A, espressa in % in massa, misurata con il SEM-EDS per lo spettro 2.

Elemento	Wt%	Wt% Sigma
<b>O</b>	4.47	0.17
<b>Al</b>	0.62	0.07
<b>Si</b>	0.24	0.06
<b>Mn</b>	0.57	0.12
<b>Fe</b>	94.10	0.22
<b>Totale:</b>	100.00	-



**Figura 5.25:** Immagine elettronica della parte del campione di frazione A utilizzata per ottenere lo spettro 1 e 2.

Dai risultati mostrati negli spettri 1 e 2 e riassunti nelle tabelle 5.14 e 5.15 si osserva come la composizione dei due punti presi in esame sia molto simile. Vi sono alcune piccole differenze, come la percentuale di Ferro, superiore al 94% nei due punti misurati, che risulta superiore alla percentuale di ferro media misurata per il campione 125/14 di partenza, per il quale era circa il 90%. Inoltre la percentuale di ossidi e di alluminio nella frazione A sono inferiori di circa 2% rispetto al campione di partenza. Mentre il quantitativo di silicio e manganese è circa lo stesso.

#### 5.4.3 Misura della MIT per la frazione A del campione 125/14

Per verificare il comportamento della frazione A, che rappresenta circa il 65% del campione totale, all'accensione è stata fatta la procedura descritta dalla Norma CEI EN 50281-2-1:1999 [15]. La sequenza e i risultati delle prove effettuate sono presentati nella tabella 5.16.

Contrariamente a quanto si potesse aspettare la temperatura minima di innesco della Frazione A è risultata pari a 320°C, quindi di 40°C superiore alla MIT del campione completo, ossia il campione 125/14 contenente le frazioni A, B, C e D.

**Tabella 5.16.** Risultati della procedura di calcolo della MIT per la frazione A.

Temperatura [°C]	n. prova	Massa [g]	P [bar]	Innesco
500	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
480	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
460	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
440	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
420	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
400	1	0,3	0,3	<b>SI</b>
380	1	0,3	0,3	<b>No</b>
.	2	0,3	0,3	<b>No</b>
-	3	0,3	0,3	<b>SI</b>
360	1	0,3	0,3	<b>No</b>
-	2	0,3	0,3	<b>No</b>
-	3	0,3	0,3	<b>No</b>
-	4	0,3	0,3	<b>SI</b>
340	1	0,3	0,3	<b>No</b>
-	2	0,3	0,3	<b>No</b>
-	3	0,3	0,3	<b>No</b>
-	4	0,3	0,3	<b>No</b>
-	5	0,3	0,3	<b>No</b>
-	6	0,3	0,3	<b>No</b>
-	7	0,3	0,3	<b>No</b>
-	8	0,3	0,3	<b>No</b>
-	9	0,3	0,3	<b>No</b>
-	10	0,3	0,3	<b>No</b>

Dai risultati ottenuti per la temperatura minima di innesco della frazione A si può concludere che l'accensione di una polvere metallica non dipende soltanto dalla granulometria e dalla composizione. Vi sono altri parametri, che coinvolgono l'interazione tra particelle di dimensioni diverse e composizione diversa, che devono essere ancora scoperti, verificati e studiati nel dettaglio.

### *5.5 Limiti del concetto di MIT e approccio probabilistico*

La valutazione della temperatura minima di innesco in nube secondo la norma CEI EN 50281-2-1 [15] non definisce in maniera precisa la temperatura alla quale può avvenire l'accensione di una nube di polvere, ma stabilisce soltanto un valore di soglia di sotto del quale si è sicuri che non avvenga l'innesco. [33]

In termini di prevenzione, protezione e sicurezza, la MIT viene determinata per aver una condizione "sicura" rispetto ad un'altra condizione che si può considerare "non sicura"; dove "sicura" e "non sicura" sono rispettivamente le condizioni in cui l'innesco della nube infiammabile "non dovrebbe avvenire" o "potrebbe avvenire". Pertanto la MIT deve essere considerata come una misura di tipo conservativo [34].

Come esposto precedentemente, la temperatura minima di innesco rappresenta la soglia di

energia che deve essere superata per far avvenire in modo spontaneo l'accensione di una miscela polvere combustibile-aria. Per cui se tale valore di soglia viene eguagliato o superato si può verificare un innesco del campione, ma non è necessariamente sempre così. La transizione tra una condizione di innesco e una di non innesco non è netta, ma varia in un intervallo di temperatura più o meno limitato a seconda del tipo e dei parametri caratteristiche della nube di polvere, dove l'innesco avviene con una determinata probabilità.

Per poter determinare in modo più accurato la temperatura di accensione in nube, in particolare di una polvere metallica, si è fatto ricorso ad un approccio di tipo statistico-probabilistico.



## 6. Modellazione statistica della probabilità di innesco

### 6.1 Probability Escalation Interval - PEI

L'esigenza di determinare in maniera più accurata ed affidabile la temperatura di autoaccensione di un determinato materiale disperso in nube sotto forma di polvere, ha portato ad un approccio di tipo statistico. Come evidenziato da diversi studi [30,34] e verificato in laboratorio nel corso degli esperimenti effettuati, l'andamento della probabilità di innesco di un campione di polvere non è caratterizzato da una transizione istantanea da condizione in cui si è sicuri che l'accensione avvenga ad una condizione in cui l'accensione sicuramente non avviene. Esiste un intervallo di temperatura nel quale la probabilità che avvenga un innesco passa da 0 a 100%, ossia esiste un valore di temperatura  $T_1$  tale che se  $T_i < T_1$  l'innesco non avviene mai, e analogamente esiste un valore di temperatura  $T_2$  tale che se  $T_i > T_2$  l'innesco si verifica sempre. Tale intervallo di temperatura viene definito PEI (*Probability Escalation Interval*) e solitamente ha un'ampiezza che varia da 30°C a 50°C per i diversi tipi di polvere. [34]

Per valori di temperatura all'interno del PEI, ossia per temperature compresi tra  $T_1$  e  $T_2$ , l'innesco viene considerato un evento probabilistico. Per probabilistico si intende che anche quando le prove di innesco sono effettuate alle medesime condizioni operative sperimentali, tentativi ripetuti portano a risultati diversi. Per valori di temperatura esterni al PEI, ossia per temperature  $T_i < T_1$  o  $T_i > T_2$ , l'innesco viene considerato come un evento deterministico. [34].

### 6.2 Introduzione all'approccio Probabilistico

In termini di analisi del rischio, il limite massimo per la probabilità che un determinato evento indesiderato si verifichi dipende soprattutto dall'entità delle conseguenze, intesa come magnitudo atteso dell'evento.

Se si considera l'accensione della nube di polvere combustibile, quindi l'innesco, come evento iniziale che porta ad una esplosione ossia l'evento indesiderato, si può ipotizzare un ordine di grandezza della probabilità accettabile di  $10^{-2}$ - $10^{-3}$  [35]. Tuttavia valutare la temperatura alla quale la probabilità di innesco risulta così bassa non è realizzabile nella pratica, perciò si assume come un valore di probabilità accettabile 5 %, come anche suggerito, per la determinazione della temperatura dell'energia di innesco da Bernard et al. [37].

Se si misura la temperatura minima di innesco con la procedura definita dalla norma CEI EN 50281-2-1:1999 [15] si determina un valore di temperatura per il quale non è possibile o almeno non esiste attualmente una teoria in grado di determinare la probabilità di tale valore. Dunque è necessario un modello matematico della probabilità di innesco che permetta di effettuare una analisi statistica dei risultati sperimentali ottenuti. Un modello matematico adatto per analizzare tale fenomeno dovrebbe soddisfare i seguenti requisiti:

1. Il risultato della prova per un data temperatura  $T_i$ , è una variabile casuale  $Y_i$ , il cui valore è 1 per l'innesco e 0 non innesco. Inoltre diverse prove forniscono esiti indipendenti e la probabilità di innesco è funzione  $p(T)$  della temperatura  $T_i$  e di altre variabili ausiliarie  $X_j$ , tale che il risultato di ottiene dalla formula 6.1.

$$E(Y_i) = p(T_i + X_{ij}) \quad (6.1)$$

2. L'innescò non può verificarsi se la temperatura non è sufficientemente alta, mentre se temperatura è sufficientemente alto, l'innescò si verifica sempre. Dunque sono valide le formule 6.2 e 6.3 per ogni valore delle variabili ausiliarie  $X_j$ .

$$\lim_{T \rightarrow 0} p(T + X_j) = 0 \quad (6.2)$$

$$\lim_{T \rightarrow \infty} p(T + X_j) = 1 \quad (6.3)$$

Inoltre si assume che la funzione  $p(T)$  sia continua e crescente. I requisiti sopra elencati vengono soddisfatti da un Modello Lineare Generalizzato (GLM). [35]

In un Modello Lineare [LM] classico, la risposta media delle variabili  $Y_i$  sono una funzione lineare delle variabili indipendenti secondo la formula 6.4.

$$E(Y_i) = \beta_0 + \sum_j \beta_j X_{ij} + \beta T_i \quad (6.4)$$

Mentre i GML sono più flessibili, e permettono di estendere i LM nei seguenti modi:

1. Le variabili di risposta  $Y_i$  sono considerate variabili casuali indipendenti, ognuna delle quali ha una distribuzione specifica a cui appartiene la famiglia esponenziale. Nel nostro caso sono variabili di Bernoulli casuali con media data dalla formula 6.5.

$$E(Y_i) = p(T_i + X_{ij}) \quad (6.5)$$

2. I predittori lineari  $\eta_i$ , formula 6.6, sono legati all'aspettativa delle risposte secondo la formula 6.7, da una funzione  $g$ , che viene solitamente chiamata funzione di collegamento, in modo che sia valida la formula 6.8. La covariate più rilevante nel predittore lineare  $\eta$  è la temperatura, ma possono anche essere incluse altre variabili. Quando i valori delle variabili ausiliarie sono fissi, esse possono essere riscritte come mostrato nella formula 6.9.

$$\eta_i = \beta_0 + \sum_j \beta_j X_{ij} + \beta T_i \quad (6.6)$$

$$E(Y_i) = p(\eta_i) \quad (6.7)$$

$$g(p(T_i)) = \eta_i \quad (6.8)$$

$$\eta_i = \beta_0 + \sum_j \beta_j X_{ij} + \beta T_i = Y + \beta T_i \quad (6.9)$$

Vi sono diversi tipi di funzioni di collegamento che possono essere utilizzate per modelli con risultati dicotomici. Per il lavoro di tesi è stata scelta una funzione di collegamento logit, mostrata nella formula 6.10, e la cui funzione inversa è la funzione logistica, che se composta con il predittore fornisce come risultato  $p(T_i)$  secondo la formula 6.11.

$$g(p) = \log \frac{p}{1-p} \quad (6.10)$$

$$p(T_i) = \frac{e^{\eta_i}}{1+e^{\eta_i}} \quad (6.11)$$

Un insieme di dati sperimentali contiene, per ogni tentativo, l'esito binario  $Y_i$ , (innescò o non innescò), il corrispondente valore di temperatura e i valori delle covariate ausiliarie  $X_{ij}$ . Inoltre il numero totale di prove che sono state eseguite, che viene chiamato dimensione del campione, viene indicato con  $n$ .

Da un insieme di dati sperimentali vengono calcolati gli estimatori di massima verosimiglianza  $\hat{\beta}$ ,  $\hat{\beta}_0$ ,  $\hat{\beta}_1$ , che sono calcolabili per i parametri (e gli errori standard relativi)

dati i valori di tutte le covariate, eccetto la temperatura. Una curva probabilità di innesco stimata, a un livello fisso delle altre covariate, è data da  $\hat{p}(T)$ , secondo la formula 6.12, dove  $\hat{y}$ , nel caso di una funzione di collegamento logit, è data dalla formula 6.13. A tale curva di probabilità stimata possono essere associati gli intervalli di confidenza. Secondo l'approccio adottato è di particolare interesse il limite superiore  $\hat{p}_{U,\alpha,n}(T)$  dell'intervallo di confidenza unilaterale  $(0, \hat{p}_{U,\alpha,n}(T))$ . Questo valore è tale che il vero valore della probabilità di innesco  $p(T)$  è minore di  $\hat{p}_{U,\alpha,n}(T)$ , con probabilità  $1-\alpha$ . È importante sottolineare il fatto che  $\hat{p}_{U,\alpha,n}(T)$  dipende dalla dimensione del campione  $n$ , e che maggiore è il numero dei dati a disposizione di minore è l'intervallo di confidenza.

$$\hat{p}(T) = \frac{e^{\hat{y} + \hat{\beta}T_i}}{1 + e^{\hat{y} + \hat{\beta}T_i}} \quad (6.12)$$

$$\hat{y} = \hat{\beta}_0 + \sum_j \hat{\beta}_j X_{ij} \quad (6.13)$$

Un parametro utile per valutare l'andamento del modello è la Devianza  $G^2$ . Si dovrebbe fare riferimento a McCullagh e Nelder [36] per la definizione e la teoria relativa. La cosa rilevante di tale parametro è il fatto che se due modelli hanno lo stesso numero di parametri, quello con la devianza minore dovrebbe essere migliore e quindi considerato preferibile. D'altronde, quando si deve confrontare due modelli che possiedono un numero diverso di parametri, il modello con più parametri, e di conseguenza con più covariate, spesso fornisce una devianza migliore, anche quando i parametri aggiuntivi non sono realmente significativi. Tale fenomeno è noto come sovraddattamento (o in inglese *overfitting*). Per evitare che ciò si verifichi sono stati inventati diversi indici, che penalizzano il valore di devianza con il numero di parametri. L'indice maggiormente noto è chiamato AIC (*Akaike Information Criteria*). Perciò quando modelli che contengono un numero di parametri diverso devono essere confrontati, è preferibile l'utilizzo del modello presenta un AIC minore [35].

### 6.3 Definizione del modello per la determinazione dell'AIT

Sulla base dei modelli descritti nel capitolo 6.3, è possibile formulare una definizione astratta della probabilità di autoaccensione che è indipendente dal risultato degli esperimenti fatti per la determinazione della MIT secondo la norma CEI EN 50281-2-1:1999 [15]. Si considera che le variabili ausiliarie sono fisse e, in quanto tali, AIT dipenderà solo dal valore di tali variabili. Secondo questo modello, la probabilità di innesco o accensione  $p(T)$ , dove le variabili sono considerate note e fisse, è strettamente positiva per qualsiasi temperatura, in modo che non sia possibile per nessuna temperatura garantire che nessuna accensione possa verificarsi. Tuttavia se si accetta di fissare un livello di probabilità di innesco abbastanza piccolo  $k$ , che può essere considerato come rischio tollerabile, allora la temperatura  $T_k$  alla quale la probabilità è pari a  $k$  può essere considerata la nuova definizione di temperatura di autoaccensione secondo la formula 6.14.

$$p(T_k) = k \quad (6.14)$$

La nuova temperatura di autoaccensione può essere ottenuta, dopo una raccolta di dati sperimentale, in due modi. In un modo leggermente semplicistico si potrebbe definire una temperatura  $T_k$  per cui la curva di probabilità di accensione stimata è data dalla formula 6.14. Tuttavia, tale valore risulta ancora un valore casuale e sarebbe più sicuro ed affidabile tenere conto della sua variabilità.

Una stima decisamente più prudente è considerare il valore della temperatura  $T_k$ , in modo che la curva del limite superiore di confidenza  $\hat{p}_{U,\alpha,n}(T)$  dia  $k$  secondo la formula 6.15. A tale temperatura, è possibile affermare che la probabilità che il valore reale di  $p(\widehat{T}_k)$  sia minore di  $k$  è  $1 - \alpha$ , ad esempio il 95%. È di grande importanza sottolineare il fatto che questa procedura ha il vantaggio di considerare la quantità delle prove effettuate per la determinazione della AIT. Infatti un campione ampio consentirebbe una migliore stima dei parametri del modello e consentirebbe anche di limitare l'intervallo di confidenza, oltre a fornire un valore inferiore e più preciso per  $\hat{p}_{U,\alpha,n}(T)$  e una buona stima dell'AIT. Tuttavia, anche quando la dimensione del campione non è molto grande, ossia quando non si ha a disposizione un numero elevato di dati, la procedura può ancora essere applicata in modo sicuro. A conferma di questo fatto si è osservato che quando è disponibile un campione piccolo, si ottiene un intervallo di confidenza più ampio, e quindi si ottiene un valore più elevato di  $\hat{p}_{U,\alpha,n}(T)$ , che implicherebbe un valore inferiore, più conservativo dell'AIT stimato.

$$\hat{p}_{U,\alpha,n}(\widehat{T}_k) = k \quad (6.15)$$

Va sottolineato il fatto che anche se la dimensione del campione non è così alta, ad esempio 30-40 prove, la stima di  $\hat{p}_{U,\alpha,n}(T)$  è ancora molto più affidabile di qualsiasi altra procedura che non fa riferimento a una solida analisi statistica.

#### 6.4 Raccolta dati sperimentali

Per valutare la probabilità di innesco si è scelto di effettuare un numero di prove elevate utilizzando una temperatura di minima 310°C e una temperatura massima di 380°C, in modo da avere una quantità di test sufficiente per poter ricavare una distribuzione della probabilità di innesco. La temperatura minima è stata fissata in base al risultato ottenuto con la procedura sperimentale della MIT, mentre la temperatura massima è stata fissata da una serie di esperimenti fatti in fase di studio della polvere.

Le prove sono state effettuate ad intervalli di 5°C con 3 prove consecutive per ogni temperatura seguendo una sequenza random. Nelle tabelle 6.1, 6.2 e 6.3, sono elencate le prove effettuate e la sequenza random utilizzata. Nella colonna "Prove totali" delle tabelle 6.1, 6.2 e 6.3, il numero rappresenta il numero di prove effettuate dopo la pulizia del forno. Nella prima raccolta dei dati (tabella 6.1) la pulizia del forno è stata effettuata dopo 126 prove, mentre nella seconda parte degli esperimenti (tabelle 6.2 e 6.3) la pulizia è stata effettuata dopo 150 prove.

La scelta della sequenza random è stata fatta per eliminare le possibili interferenze nelle misure dettata dall'inerzia del forno, ossia dalle condizioni precedenti alla prova.

Sono state realizzate in totale 654 prove in un intervallo di temperatura compreso tra 310 e 380°C. Durante le prove la temperatura ambientale ha oscillato tra un minimo di 18,6°C e un massimo di 29,8°C. Mentre l'umidità relativa era compresa nel range 35-58%.

**Tabella 6.1.** Sequenza delle prove effettuate

T[°C]	Prove	Inneschi	n° inneschi	Prove totali	T[°C]	Prove	Inneschi	n° inneschi	Prove totali
375	3	111	3	3	345	3	001	1	3
355	3	001	1	6	370	3	111	3	6
325	3	000	0	9	340	3	000	0	9
340	3	100	1	12	350	3	110	2	12
360	3	111	3	15	340	3	000	0	15
370	3	111	3	18	355	3	010	1	18
325	3	000	0	21	330	3	000	0	21
325	3	000	0	24	370	3	111	3	24
330	3	000	0	27	350	3	010	1	27
325	3	000	0	30	355	3	110	2	30
375	3	111	3	33	355	3	011	2	33
360	3	100	1	36	355	3	000	0	36
320	3	000	0	39	330	3	001	1	39
330	3	000	0	42	325	3	000	0	42
350	3	111	3	45	350	3	011	2	45
375	3	111	3	48	360	3	111	3	48
360	3	100	1	51	360	3	110	2	51
375	3	111	3	54	335	3	000	0	54
345	3	000	0	57	340	3	001	1	57
365	3	111	3	60	375	3	111	3	60
335	3	000	0	63	370	3	111	3	63
330	3	000	0	66	325	3	000	0	66
365	3	111	3	69	320	3	000	0	69
365	3	111	3	72	345	3	110	2	72
340	3	001	1	75	365	3	100	1	75
345	3	100	1	78	335	3	000	0	78
335	3	010	1	81	320	3	000	0	81
360	3	111	3	84	365	3	011	2	84
355	3	100	1	87	330	3	000	0	87
340	3	001	3	90	345	3	000	0	90
335	3	000	0	93	320	3	000	0	93
350	3	110	2	96	335	3	000	0	96
350	3	110	2	99	335	3	000	0	99
330	3	000	0	102	345	3	000	3	102
370	3	111	1	105	355	3	101	2	105
325	3	000	0	108	375	3	111	3	108
320	3	010	1	111	370	3	101	2	111
370	3	111	3	114	340	3	011	2	114
365	3	011	2	117	320	3	000	0	117
350	3	110	2	120	345	3	000	0	120
365	3	111	3	123	360	3	101	2	123
375	3	111	3	126	320	3	000	0	126

**Tabella 6.2.** Sequenza delle prove effettuate

T[°C]	Prove	Inneschi	n° inneschi	Prove totali	T[°C]	Prove	Inneschi	n° inneschi	Prove totali
325	3	000	0	3	310	3	000	0	3
380	3	111	3	6	345	3	011	2	6
370	3	111	3	9	365	3	111	3	9
345	3	010	1	12	375	3	111	3	12
375	3	111	3	15	315	3	000	0	15
335	3	000	0	18	345	3	001	1	18
365	3	011	2	21	380	3	111	3	21
330	3	000	0	24	345	3	001	1	24
355	3	111	3	27	350	3	100	1	27
380	3	111	3	30	350	3	010	1	30
380	3	111	3	33	375	3	111	3	33
310	3	000	0	36	370	3	111	3	36
380	3	111	3	39	365	3	111	3	39
315	3	000	0	42	355	3	100	1	42
330	3	010	1	45	370	3	111	3	45
370	3	011	2	48	335	3	001	1	48
310	3	000	0	51	310	3	000	0	51
330	3	000	0	54	310	3	000	0	54
315	3	000	0	57	340	3	001	1	57
315	3	000	0	60	320	3	000	0	60
320	3	000	0	63	370	3	111	3	63
335	3	100	1	66	355	3	011	2	66
365	3	110	2	69	335	3	110	2	69
330	3	000	0	72	315	3	000	0	72
325	3	000	0	75	315	3	000	0	75
325	3	000	0	78	310	3	000	0	78
320	3	000	0	81	310	3	000	0	81
310	3	000	0	84	310	3	000	0	84
340	3	100	1	87	320	3	000	0	87
310	3	000	0	90	325	3	000	0	90
310	3	000	0	93	310	3	000	0	93
325	3	000	0	96	335	3	000	0	96
380	3	111	3	99	365	3	111	3	99
315	3	000	0	102	315	3	000	0	102
330	3	000	0	105	370	3	111	3	105
370	3	111	3	108	380	3	111	3	108
360	3	111	3	111	330	3	000	0	111
335	3	000	0	114	375	3	111	3	114
365	3	111	3	117	325	3	000	0	117
325	3	000	0	120	320	3	000	0	120
340	3	100	1	123	310	3	000	0	123
380	3	111	3	126	360	3	011	2	126
340	3	000	0	129	380	3	111	3	129
360	3	110	2	132	310	3	000	0	132
325	3	000	0	135	360	3	110	2	135
310	3	000	0	138	355	3	101	2	138
375	3	111	3	141	320	3	000	0	141
350	3	010	2	144	380	3	111	3	144
370	3	111	3	147	320	3	000	0	147
330	3	000	0	150	375	3	111	3	150

**Tabella 6.3.** Sequenza delle prove effettuate

T[°C]	Prove	Inneschi	n° inneschi	Prove totali
320	3	000	0	3
315	3	000	0	6
315	3	000	0	9
315	3	000	0	12
380	3	111	3	15
365	3	111	3	18
375	3	111	3	21
380	3	111	3	24
320	3	000	0	27
310	3	000	0	30
335	3	010	1	33
345	3	001	1	36
350	3	001	1	39
315	3	000	0	42
315	3	000	0	45
355	3	110	2	48
380	3	111	3	51
330	3	100	1	54
375	3	111	3	57
380	3	111	3	60
360	3	101	2	63
325	3	000	0	66
380	3	111	3	69
370	3	011	2	72
315	3	000	0	75
350	3	101	2	78
335	3	100	1	81
335	3	000	0	84
330	3	000	0	87
375	3	111	3	90
380	3	111	3	93
315	3	000	0	96
315	3	000	0	99
340	3	001	1	102

I risultati vengono presentati nelle tabelle 6.4 e 6.5, nelle quali si mette in evidenza il numero di prove effettuate, il totale di inneschi ottenuti per ogni temperatura e le rispettive probabilità di innesco, definita come numero di prove diviso per il numero di inneschi. Inoltre per una migliore comprensione i risultati sono sotto inseriti in un grafico probabilità di innesco in funzione della temperatura (grafico 6.5).

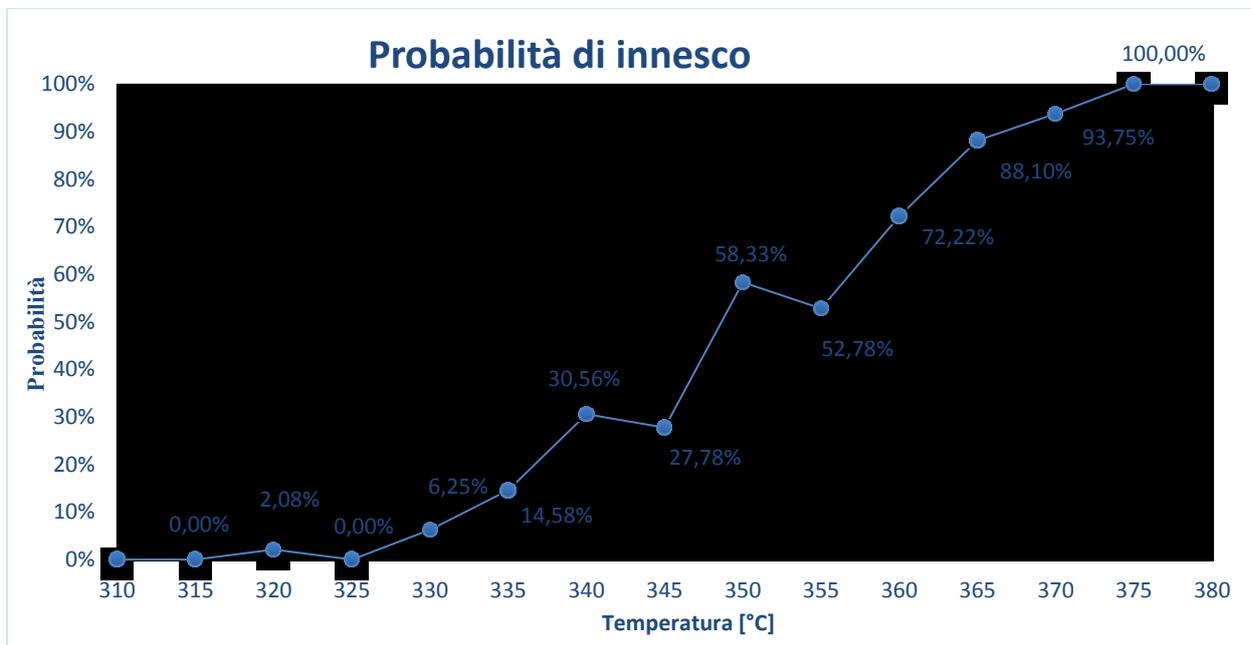
**Tabella 6.4.** Tabella riassuntiva dei risultati

T[°C]	310	315	320	325	330	335	340	345
<b>Tentativi</b>	48	48	48	48	48	48	36	36
<b>Inneschi</b>	0	0	1	0	3	7	11	10
<b>Probabilità di innesco</b>	0,00%	0,00%	2,08%	0,00%	6,25%	14,58%	30,56%	27,78%

**Tabella 6.5.** Tabella riassuntiva dei risultati

T[°C]	350	355	360	365	370	375	380
<b>Tentativi</b>	36	36	36	42	48	48	48
<b>Inneschi</b>	21	19	26	37	45	48	48
<b>Probabilità di innesco</b>	58,33%	52,78%	72,22%	88,10%	93,75%	100,00%	100,00%

Come si evince dai risultati esposti si è optato per non fare un numero di prove uguali per tutte le temperature, ma di eseguire un numero maggiore di prove alle temperature agli estremi dell'intervallo considerato. Tale scelta è stata dettata dalla necessità di avere una migliore predizione dei PEI e soprattutto dal fatto che per realizzare la successiva modellazione dei risultati con un modello statistico di regressione logistica in modo ottimale è consigliato avere più informazioni possibili alle temperature corrispondenti a valori bassi, all'estremo inferiore, e alti, all'estremo superiore, dell'intervallo.



**Figura 6.1:** Andamento della probabilità di innesco in funzione della temperatura.

## 6.5 Determinazione dei parametri del modello

La stima dei parametri del modello GLM per la polvere 125/14, è riassunta in tabella 6.6, dove possono essere osservati i valori dei parametri  $\beta_0$ ,  $\beta$  e  $\beta_i$ , introdotti nel paragrafo 6.2, insieme ai rispettivi errori standard e ai parametri  $P$ . Tale parametro è considerato significativamente diverso da zero, quindi rivelante, a un livello di confidenza del 0,05 quando il valore di  $p$  è inferiore a 0,05.

**Tabella 6.6.** Stima dei coefficienti del GLM.

Coefficienti	Stima dei coefficienti	Errori standard	Parametro P
<b>Intercetta (<math>\beta_0</math>)</b>	-46.572095	3.619436	$<2e^{-16}$
<b>Temperatura (<math>\beta</math>)</b>	0.138155	0.010286	$<2e^{-16}$
<b>Umidità ambientale (<math>\beta_1</math>)</b>	-0.049375	0.039496	0.211
<b>Temperatura ambientale (<math>\beta_2</math>)</b>	0.023181	0.061983	0.708
<b>Pulizia del forno (<math>\beta_3</math>)</b>	-0.005548	0.272911	0.984

Osservando i risultati della simulazione nella quali si considerano tutte le covariate, si evince che l'unica covariata che ha una influenza sulla probabilità di innesco è la temperatura. Le altre covariate, quali l'umidità ( $\beta_1$ ) e la temperatura ambientale ( $\beta_2$ ) e la pulizia del forno ( $\beta_3$ ), sembrano non avere alcun effetto sul valore finale della probabilità, in quanto presentano un valore del parametro  $P$  maggiore di 0,05.

Per verificare se tali affermazioni sono corrette, sono stati analizzati i confronti i dati della Devianza e dell'indice AIC con un modello che contiene tutte e 4 covariate, e che potrebbe essere definito come completo, e un modello semplificato che considera invece soltanto la covariata principale, ossia la temperatura ( $\beta$ ). I risultati ottenuti dai due modelli, quello cosiddetto completo e quello semplificato, vengono mostrati nella tabella 6.7.

**Tabella 6.7.** Valori di Devianza e AIC per i due modelli.

Modello	Devianza	AIC
<b>Completo (<math>\beta, \beta_1, \beta_2, \beta_3</math>)</b>	367.80	377.8
<b>Semplificato (<math>\beta</math>)</b>	371.46	375.46

Confrontando i due modelli si evince che eliminando le tre covariate, cosiddetti secondaria, si ha un aumento della devianza e una diminuzione dell'indice AIC. L'aumento della devianza potrebbe essere imputato al fenomeno del sovraddattamento (*overfitting*), di cui si è parlato precedentemente, mentre il nuovo valore dell'AIC più piccolo indica che è

preferibile utilizzare il modello semplificato per il proseguimento della simulazione per il calcolo statistico della AIT.

### 6.6 Stima dell’AIT per il campione reale

Utilizzando il modello semplificato, definito precedentemente, per la determinazione dell’AIT del campione reale. Per fare ciò si utilizza una analisi statistica dei dati reali a disposizione, ossia le 654 prove effettuate in laboratorio, e si determinano le probabilità di innesco di ciascun valore di temperature utilizzato nella raccolta dei dati sperimentali. Tali risultati vengono riassunti nella tabella 6.8.

**Tabella 6.8.** Valori della probabilità di accensione ricavati tramite analisi statistica.

Temperatura [°C]	Probabilità di accensione	Temperatura [°C]	Probabilità di accensione
<b>310</b>	0.003863414	<b>350</b>	0.480999781
<b>315</b>	0.007631605	<b>355</b>	0.647598437
<b>320</b>	0.015019695	<b>360</b>	0.784660696
<b>325</b>	0.029348606	<b>365</b>	0.878422249
<b>330</b>	0.056562422	<b>370</b>	0.934753496
<b>335</b>	0.106248375	<b>375</b>	0.965994877
<b>340</b>	0.190755063	<b>380</b>	0.982556390
<b>345</b>	0.318521558	-	-

Dai dati si evince che la probabilità di innesco che si vuole definire come nuova AIT, ossia la temperatura alla quale la probabilità è del 5%, è compresa tra 325°C e 330°C, i valori della probabilità per tali temperature sono, rispettivamente, 0.029348606 e 0.056562422. Tuttavia, va sottolineato il fatto che tali valori di probabilità corrispondono a delle stime fatte sulla curva costruita con le prove reali, mentre per il valore di AIT si fa riferimento ad un intervallo di confidenza del 95%. Considerando quanto esposto fin ora, si determina una prima stima dell’AIT che risulta pari a 325,8085°C; tale valore verrà utilizzato come prima approssimazione per le successive simulazioni delle prove, grazie alle quali è possibile ottenere una quantità di dati di gran lunga superiori ai dati reali, e così determinare con una precisione decisamente superiore il valore finale dell’AIT.

### 6.7 Stima dell’AIT secondo il modello GLM

Lo scopo di questa parte del lavoro è di illustrare una applicazione della nuova definizione di AIT proposta e discussa nei sottocapitoli precedenti. Si ricorda che tale definizione si basa sul presupposto di avere una temperatura per la quale la probabilità di innesco sia del 5%. Questo nuovo valore di AIT è certamente fattibile e matematicamente valido, tuttavia necessità di una grande quantità di dati e quindi di prove, il che risulta difficile da realizzare praticamente. Va sottolineato il fatto che non ha alcun senso confrontare la procedura per la determinazione della MIT secondo la normativa, la quale richiede circa 20-30 prove, con

la procedura di stima basata su più di 600 prove che è stata realizzata e illustrata nel paragrafo precedente. Tuttavia, è importante far presente che ad oggi non è ancora stato fatto alcuno studio per progettare una strategia di raccolta dei dati in modo da ottimizzare il numero di prove necessario per aumentare la precisione di un modello per la determinazione dell'AIT.

Procedendo con la determinazione dell'AIT, si ricorda che tale definizione è correlata ad un valore  $k$  della probabilità di innesco, il quale viene fissato a priori. Infatti l'AIT è il valore di temperatura  $T_k$  per il quale la probabilità è uguale a  $k$ , come definito dalla formula 6.16.

$$p(T_k) = k \quad (6.16)$$

Per ragioni di sicurezza  $k$  dovrebbe essere scelto il più piccolo possibile, tuttavia è praticamente impossibile raccogliere dati significativi per una probabilità di innesco molto bassa. Siccome qualsiasi conclusione tratta dai dati su un intervallo di parametri che supera la regione in cui i dati sono realmente disponibili può essere considerata come una estrapolazione, e come tale può portare inevitabilmente a risultati inaffidabili, in quanto la natura del fenomeno di accensione non è completamente nota. Pertanto, adottando un compromesso tra affidabilità dei dati ricavati e sicurezza, si è deciso di impostare la soglia di probabilità di innesco a  $k = 0,05$ , anche se tale valore potrebbe essere considerato eccessivo ai fini prevenzione delle esplosioni.

Il valore di 0,05 della probabilità di innesco è stato utilizzato anche da Bernard et al. [37] come riferimento per la determinazione statistica della MIE (*Minimum Ignition Energy*).

Durante la simulazione delle prove e applicazione del modello GLM sopra descritto sono apparse alcune criticità. Per ottenere un nuovo valore di AIT, con una probabilità di innesco del 5% e in intervallo di confidenza del 95%, il modello è risultato molto rigido, ossia non si adatta perfettamente alla raccolta dei dati nel modo in cui sono stati campionati. A differenza di quanto si era ricavato per altre polveri, quali licopodio e carbonella [35], per questa polvere la combinazione di una regressione logistica e la raccolta dei dati in maniera casuale non ha funzionato. Ciò potrebbe essere dovuto al fatto che la polvere testata è chimicamente diversa e ha un diverso meccanismo di innesco, oltre ad avere un PEI più elevato. Inoltre la distribuzione dei dati simulati con i dati reali a disposizione non è ancora una normale nelle regioni in cui si vuole investigare la l'AIT.

### *6.8 Sviluppo di nuove metodologie di raccolta dai dati sperimentali*

Contrariamente a quanto teoricamente ipotizzato, effettuare una raccolta di dati sperimentali che si basa su un numero di prove elevate agli estremi del PEI, non si è rivelata una strategia ottimale per utilizzare un modello di regressione logistico. Tale strategia sarebbe stata molto efficace nel caso di regressione lineare, per la quale avere un maggior numero di punti sperimentale agli estremi comporta una stima decisamente migliore.

Per ovviare a questo problema, si è cercato di individuare quale fosse la strategia migliore di raccolta dei dati. Da una prima analisi si è osservato come avere un numero elevato di dati nelle regioni in cui le probabilità di innesco risultano bassa, inferiore al 25% circa, o elevate, superiore al 90%, non apporta un sostanziale miglioramento delle successive stime. Invece, avere una taglia campionaria elevata nella regione centrale dei PEI appare una soluzione soddisfacente. Bisogna, tuttavia, tenere presente che una raccolta dei dati fatta in questo modo deve essere di tipo sequenziale, e non più con una sequenza random definita a priori. Ossia, l'ottimizzazione della raccolta dei dati dovrà essere basata sui risultati delle prove precedenti, in maniera simile a quanto avviene nella procedura descritta dalla norma

CEI EN 50281-2-1:1999 [15], però con una quantità di dati sperimentali nettamente superiore.

Per fare una prima stima del metodo migliore di raccolta dei dati, sono stati sviluppate e provate, tramite simulazione con il software r-project, alcune possibili sequenze di prove. Una sequenza di prova è il numero di prove che devono essere effettuate per ogni valore di temperatura. Le temperature variano da 310 a 380, con intervalli regolare di 5°C, e per ogni valore corrisponde una posizione nel vettore delle prove, per cui per 15 valori di temperature vi sono 15 posizione, ad esempio T=310°C corrisponde alla posizione 1, T=315°C alla posizione 2, T=320°C alla posizione 3, ecc. Per ogni sequenza di prove sono state realizzate 405 prove.

Le sequenze di prove valutate sono state come segue:

- Sequenza 1: uniforme: c(rep(1,5),rep(57,7),rep(1,3))
- Sequenza 2: concava: c(rep(1,5),90,65,38,11,38,65,90,rep(1,3))
- Sequenza 3: convessa: c(rep(1,5),25,45,75,107,75,45,25,rep(1,3))
- Sequenza 4: decrescente: c(rep(1,5),95,78,70,60,40,30,24,rep(1,3))

Dove per “rep(a,b)” si intende ripetere “a” per “b” volte. Ad esempio, nella sequenza 1, si esegue 1 prova per i primi 5 valori di temperatura, quindi da 310 a 330°C. Poi si eseguono 57 prove per le temperature corrispondenti alle posizioni che vada da 6 fino a 12. Ed infine si esegue una prova per gli ultimi 3 valori di temperatura da 370°C,375°C e 380°C. Per la sequenza 2 si procede in maniera simile alla sequenza 1. Si esegue una prova per le prime 5 temperature, poi in sequenza si eseguono 90 prove per la temperatura corrispondente alla posizione 6, 65 prove per la temperatura corrispondenti alla posizione 7, ecc. Nella tabella 6.9 vengono mostrate le temperature e le posizioni corrispondenti nel vettore delle prove.

**Tabella 6.9.** Valori di temperatura delle sequenze e rispettive posizioni nel vettore delle prove.

Temperatura	310	315	320	325	330	335	340	345	350	355	360	365	370	375	380
Posizione	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15

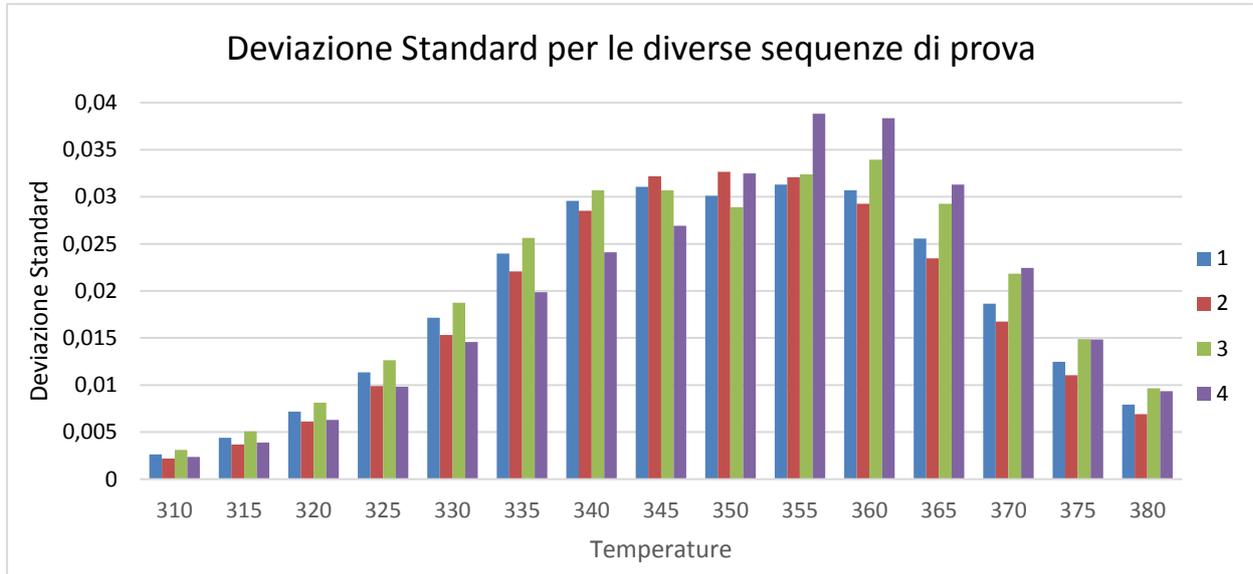
Per tutte le sequenze studiate è stato effettuato un numero di prove minimo, pari a 1, per valori di temperatura nei quali la probabilità è inferiore al 10% e superiori al 90%. Per determinare quale sequenza sia la migliore sono stati confrontati i valori di deviazione standard. Nella tabella 6.10 e 6.11 sono presentati i valori di deviazione standard per i diversi valori di temperatura. I risultati sono riassunti nella figura 6.2.

**Tabella 6.10.** Valori di deviazione standard per le diverse sequenza per ogni valore di temperatura.

Temp.	310	315	320	325	330	335	340	345
Prob.	0.003863	0.007632	0.015019	0.029348	0.056562	0.106248	0.190755	0.318521
1	0.002646	0.004394	0.007170	0.011365	0.017169	0.023969	0.029551	0.031045
2	0.002182	0.003689	0.006129	0.009907	0.015319	0.022064	0.028530	0.032164
3	0.003126	0.005079	0.008125	0.012642	0.018753	0.025646	0.030704	0.030703
4	0.002372	0.003904	0.006298	0.009839	0.014584	0.019876	0.024096	0.026921

**Tabella 6.11.** Valori di deviazione standard per le diverse sequenza per ogni valore di temperatura.

Temp.	350	355	360	365	370	375	380
<b>Prob.</b>	0.480999	0.647598	0.784661	0.878422	0.934753	0.965994	0.982556
<b>1</b>	0.030097	0.031301	0.030691	0.025577	0.018648	0.012469	0.007909
<b>2</b>	0.032661	0.032087	0.029275	0.0234530	0.016739	0.011031	0.006910
<b>3</b>	0.028888	0.032378	0.033928	0.029259	0.021822	0.014891	0.009646
<b>4</b>	0.032468	0.038836	0.038345	0.031310	0.022439	0.014839	0.009352



**Figura 6.2:** Confronto delle deviazioni standard delle diverse sequenze di prova in funzione della temperatura.

Dai risultati ottenuti dalle simulazioni si evince che la sequenza che presenta una deviazione standard minore, per le temperature con probabilità di innesco inferiore al 50%, è la sequenza 4 (decescente). Per cui negli studi futuri sulla determinazione della temperature di autoaccensione sarà possibile sviluppare e ottimizzare delle procedure di raccolta dei dati basate su tali sequenze.



## 7. CONCLUSIONI

Il lavoro svolto in questa tesi è stato incentrato sulla determinazione di una nuova definizione temperatura di autoaccensione di una polvere metallica combustibile dispersa in nube basata sul concetto di probabilità di innesco. Per raggiungere tale scopo si è utilizzato di un modello statistico di regressione logistica, tramite il quale è anche stato possibile verificare la dipendenza della temperatura autoaccensione dalle condizioni di prova, come le condizioni del forno precedente alle prove, la temperatura e l'umidità ambientale.

La necessità di determinare una temperatura di autoaccensione di tipo probabilistico è stata evidenziata dal lavoro svolto con l'utilizzo della norma CEI EN 50281-2-1 [15], per la determinazione della temperatura minima di innesco di polveri in nube. La quale fornisce come risultati dei valori della MIT di tipo conservativo, con una accuratezza bassa e quindi non del tutto idonea ad un utilizzo per studi scientifici.

La polvere metallica utilizzata nella sperimentazione, ricavata dagli scarti di un processo di granigliatura di pezzi in alluminio, ha una composizione di circa il 90% di ferro e il 3% di alluminio oltre a contenere ossidi e altri composti, silicio e manganese, in quantità inferiore. Il campione utilizzato per il primo calcolo della MIT è formato da particelle con dimensione inferiori a 500  $\mu\text{m}$ . La MIT per questo campione è risultata pari a 280°C e le prove sono state effettuate con una massa di campione di 0,3 g e una pressione dell'aria di 0,3 bar.

Per verificare l'influenza della granulometrica e della composizione, il campione di partenza è stato separato in 4 frazioni, in base alla granulometria, per misurare separatamente il valore delle MIT. Le 4 frazioni separate sono:

- Frazione A con dimensione inferiori a 75  $\mu\text{m}$ .
- Frazione B con dimensioni comprese tra 75  $\mu\text{m}$  e 125  $\mu\text{m}$ ;
- Frazione C con dimensioni comprese tra 125  $\mu\text{m}$  e 250  $\mu\text{m}$ ;
- Frazione D con dimensioni comprese tra 250  $\mu\text{m}$  e 500  $\mu\text{m}$ .

Per le due frazioni più grossolane C e D, è stata fatta la procedura descritta dalla norma per la determinazione MIT e non si è verificato alcun innesco fino a temperature di 700°C.

Per le frazioni più fini A e B la temperatura minima di innesco si è attestata 340°C. Siccome la composizione della frazione A è circa la stessa dal campione di partenza, non si è riusciti a trovare una correlazione che spiegasse l'aumento di 40°C del valore della MIT. Perciò è possibile presumere che oltre alla granulometria vi sia qualche altro tipo di interazione tra particelle di dimensioni differenti, che comporta un abbassamento della MIT.

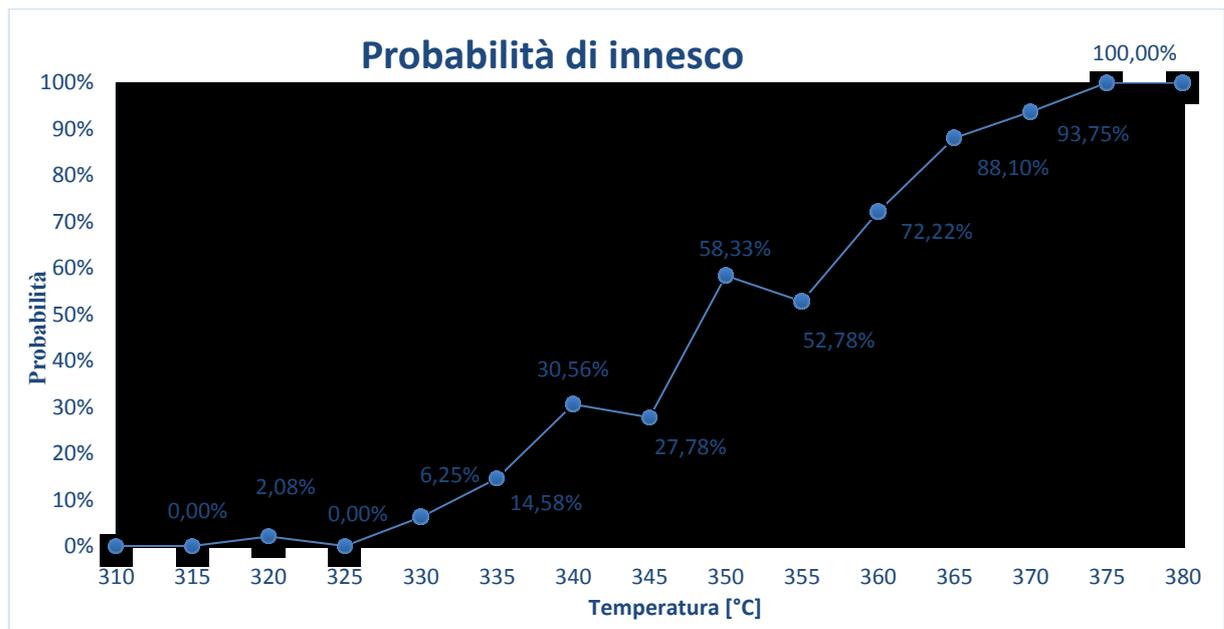
Come evidenziato da diversi studi [30, 34] e verificato nel corso degli esperimenti, l'andamento della probabilità d'innesco di un campione di polvere rispetta alla temperatura non è caratterizzato da una transizione netta dalla condizione in cui si è sicuri che l'accensione avvenga ad una condizione in cui l'accensione sicuramente non avviene. Esiste un intervallo di temperatura nel quale la probabilità che avvenga un innesco passa da 0 a

100%, ossia esiste un valore di temperatura  $T_1$  tale che se  $T_i < T_1$  l'innesco non avviene mai, e analogamente esiste un valore di temperatura  $T_2$  tale che se  $T_i > T_2$  l'innesco si verifica sempre. Tale intervallo di temperatura viene definito PEI (*Probability Escalation Interval*).

Per valutare la probabilità di innesco si è scelto come valore di probabilità accettabile 5 %, come anche suggerito, per la determinazione della temperatura dell'energia di innesco, da Bernard et al. [37]. Il modello matematico scelto per valutazione dei risultati è tipo Lineare Generalizzato, ossia GLM, con funzione di collegamento logit, mostrata nella formula 7.1

$$g(p) = \log \frac{p}{1-p} \quad (6.10)$$

Per la raccolta dei dati sperimentali è scelto di effettuare un numero di prove elevate utilizzando una temperatura di minima 310°C e una temperatura massima di 380°C, in modo da avere una quantità di test sufficiente per poter ricavare una distribuzione della probabilità di innesco. Le prove sono state effettuate ad intervalli di 5°C conducendo 3 prove consecutive per ogni temperatura secondo una sequenza random, in modo da eliminare gli eventuali fenomeni di inerzia del forno G-G. Sono state realizzate in totale 654 prove, durante le quali la temperatura ambientale ha oscillato tra un minimo di 18,6°C e un massimo di 29,8°C. L'umidità ambientale era compresa nel range 35-58%. I risultati delle prove vengono presentati nel grafico 7.1.



**Figura 7.1:** Andamento della probabilità di innesco in funzione della temperatura.

Dalle simulazioni fatte e dai valori si AIC ottenuti si è visto che l'unica covariata che influenza la probabilità di innesco è la temperatura, mentre le covariate secondarie come pulizia del forno, temperatura e umidità ambientale con influenzano il modello. Per cui è preferibile utilizzare un modello semplificato, evitando così di incorrere nel fenomeno dell'overfitting, ossia alla tendenza del sistema di adattarsi a parametri che non sono significativi.

Il nuovo valore di AIT stimato è stato di 325,8085°C. Tuttavia il modello ha presentato delle criticità, data data dal fatto che non si è adattato perfettamente alla raccolta dei dati

random adottata. Ciò è dovuto al fatto che la distribuzione non è una log-normale nelle regioni in cui si vuole investigare la l'AIT.

Dalle simulazioni effettuate emerge per ottenere un valore di AIT, con una probabilità di innesco del 5% e in intervallo di confidenza del 95%, sarebbe opportuno un campionamento dei dati con una logica diversa da quella adottata in questo lavoro di tesi. Infatti, simulando campionamenti diversi, ad es. andamento concavo, convesso o decrescente rispetto all'intervallo di misura, e confrontandone le deviazioni standard rispetto alla probabilità di innesco si è osservato che la strategia migliore sarebbe quella di raccogliere pochi dati agli estremi della curva, ossia per probabilità di innesco inferiore al 25% e superiori al 90%, e concentrare il campionamento nella regione in cui la probabilità di innesco varia da 30 al 50%. Inoltre, risulta particolarmente efficace adottare una strategia di campionamento con andamento decrescente per quanto riguarda il numero di prove effettuate.



## Bibliografia

- [1] Echhoff, R. K., 2003, *Dust explosions in the process industry*. 3<sup>rd</sup> edition, Boston; MA. Gulf Professional Publishing/Elsevier
- [2] <https://www.chimica-online.it/download/triangolo-del-fuoco.htm> (data ultima visita 20/10/2018)
- [3] Norma UNI EN 1127-1- Atmosfere esplosive- Prevenzione e protezione contro l'esplosione – Parte 1: Concetti fondamentali e metodologie (2011)
- [4] Ibarreta, A. F., Myers, T. J., 2017, Mitigating fire and explosion hazards of powdered metals. *Metal Powder Report Volume 72*, Number 1.
- [5] Abbasi, T., S. A. Abbasi, 2007. Dust explosions-Cases, causes, consequences, and control. *Journal of Hazardous Materials* 140, 7-44.
- [6] Decreto legislativo del 09 aprile del 2008, n.81. Testo coordinato con il D.Lgs del 3 agosto 2009, n. 106. Testo unico sulla salute e sicurezza sul lavoro. Rev. Giugno 2016.
- [7] Taveau, J., Vingerhoets, J., Snoeys, J., Going, J., Farrell, T., 2015, Suppression of metal dust deflagration. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 36, 244-125;
- [8] Cashdollar, K. L., 2000, Overview of dust explosibility characteristics. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 13, 183-199.
- [9] [https://it.wikipedia.org/wiki/Esplosione\\_di\\_polveri](https://it.wikipedia.org/wiki/Esplosione_di_polveri) (data ultima visita 30/10/2108)
- [10] [http://www1.mat.uniroma1.it/people/piccinni/TFA059-1415/Esercizi\\_attachments/supvol.pdf](http://www1.mat.uniroma1.it/people/piccinni/TFA059-1415/Esercizi_attachments/supvol.pdf) (ultima visita 02/11/2018)
- [11] Man, C.K., Harris, M.L., 2014, Participation of large particles in coal dust explosions. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 27, 49-54.
- [12] Amyotte, P. R., Eckhoff, R. K., 2010, Dust explosion causation, prevention and mitigation: *An overview*. *Journal of Chemical Health and Safety, Volume 17, issue 1, pages 15-28*.
- [13] [http://sintef.us111.toscana.it/portale\\_empoli\\_new/attachments/article/202/mat%20did%20Tommasini%202.pdf](http://sintef.us111.toscana.it/portale_empoli_new/attachments/article/202/mat%20did%20Tommasini%202.pdf) (data ultima visita 02/11/2018)
- [14] Dufaud, O., Perrin, L., Bideau, D., Laurent, A., 2102, When solids meet solids: A glimpse into dust mixture explosions. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 25, 853-861.
- [15] Norma CEI EN 50281-2-1- *Costruzioni elettriche destinate all'uso in ambienti con presenza di polveri e combustibili* – Parte 2.1: Metodi di prova – Metodi per la determinazione della temperatura minima di accensione della polvere - Data pubblicazione 1999.
- [16] Piccinini, N., Cardillo, P., Gas, vapori e polveri a rischio esplosioni e incendio. Politecnico di Torino.
- [17] La Prevenzione delle esplosioni da polvere. Caso studio: le attività molitorie. ARPA Piemonte. Luglio 2015.

- [18] Marmo, L., Riccio, D., Danzi, E., 2017, Explosibility of metallic waste dusts. *Process Safety and Environmental Protection* 107, 69-80.
- [19] Taveau, J., Hochgreb, S., Lemkowitz, S., Roekaerts, D., 2018, Explosion Hazards of aluminium finishing operations. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 51, 84-93.
- [20] NFPA 484, 2015, Standard for Combustion Metals Nations Fire Protection Association, Quincy, MA, USA
- [21] CBS, Investigation Report, COMBUSTIBLE DUST HAZERD STUDY, U. S. Chem. Saf. Hazard Investig. Board. (2010). REPORT NO. 2006-H-1.
- [22] 2018 Mid-Year Combustible Dust Incident Report, DustEx Research Ltd.
- [23] Nikifu, M., Matsuda, T., Enomoto, H., 2000. Recent development of standardization of testing methods for dust explosions in Japan. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, vol 13, pp 243-251.
- [24] Marmo, L., Piccinini, N., Danzi, E., 2015, Small magnitude explosion of aluminium powder in an abatement plant: A telling case. *Process Safety and Environmental Protection*. 98, 221-230.
- [25] Marmo, L., Cavallero, D., Debernardi, M.L., 2004, Aluminum dust explosion risk analysis in metal workings. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, vol. 17, pp. 449-465.
- [26] UNI CEI EN ISO/IEC 80079-20-2: 2016. Atmosfere esplosive – Parte 20-2: Caratteristiche dei materiali – Metodi di prova per polveri combustibili.
- [27] Zhong, Y.P., Xu, D., Li, G., Yuan, C.M., Chen, B.Z., 2009, Measurement of minimum ignition temperature for magnesium dust cloud. *Explosion Shock Wave*. 29, 429-433.
- [28] Mishra, D. P., Azam, S., 2018, Experimental investigation on effects of particles sizes, dust concentration and dust-dispersion-air pressure on minimum ignition temperature and combustion process of coal dust clouds in a G-G furnace. *Fuel* 227, 424-433.
- [29] Amyotte, P. R., Soundararajan, R., Pegg, M. L., 2003, An investigation of iron sulphide dust minimum ignition temperature. *Journal of Hazardous Materials* A97, 1-9
- [30] Zhang, J., Xu, P., Sun, L., Zhang, W., Jin, J., 2018, *Factors influencing and a statistical method for describing dust explosion parameters: A review*. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 56, 386-410.
- [31] Wu, D., Norman, F., Verplaetsen, F., Bulck, E., 2016, Experimental study on the minimum ignition temperature of coal dust clouds in oxy-fuel combustion atmospheres. *Journal Hazard Materials* 307, 274-280.
- [32] Addai, E. K., Gabel, D., Krause, U., 2016, *Experimental investigation on the minimum ignition temperature of hybrid mixtures of dust and gases or solvents*. *Journal of Hazardous Materials* 301, 314-326.
- [33] Danzi, E., Marmo, L., Riccio, D., 2015, *Mimimum Ignition Temperature of layer and cloud dust mixtures*. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, vol. 36, pp. 326-334.
- [34] Bibbona, E., et al. Discussion of autoignition probability of dust clouds. *11<sup>th</sup> International Symposium on Hazards, Prevention, and mitigation of industrial explosions 24-29 July 2016*. Dalian.

- [35] Danzi, E., Bibbona, E., Di Benedetto, A., Sanchirico, R., Di Sarli, V., Marmo, L., 2018, A statistical approach to determine the autoignition temperature of dust clouds. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 56, 181-190.
- [36] McCullagh, P., Nelder, J. A., 1989, Generalized Linear Models, Second ed. Chapman and Hall.
- [37] Bernard, S., Lebecki, K., Gillard, P., Youinou, L., Baudry, G., 2010, Statistical method for the determination of the ignition energy of dust cloud-experimental validation. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 23, 404-411.



## **Ringraziamenti**

Giunto al termine di questo percorso, voglio ringraziare tutti coloro che mi hanno sostenuto ed incoraggiato in questi anni.

Ringrazio la mia famiglia, ed in particolare mia zia Carmela per il sostegno, la disponibilità e l'affetto dimostrati.

Un grazie di speciale a Serena per il suo costante ed enorme supporto (oltre che per l'illimitata pazienza) e per aver reso tutto più bello.

Ringrazio inoltre i miei amici, in modo speciale Alessio con il quale ho condiviso questa l'avventura.

