



(ID Modèle = 454913)

Ineris - 203887 - 2717529 - v2.0

20/07/2021

Protocole expérimental pour déterminer le caractère solide liquéfiable combustible ou liquide combustible d'un produit

PRÉAMBULE

Le présent document a été réalisé au titre de la mission d'appui aux pouvoirs publics confiée à l'Ineris, en vertu des dispositions de l'article R131-36 du Code de l'environnement.

La responsabilité de l'Ineris ne peut pas être engagée, directement ou indirectement, du fait d'inexactitudes, d'omissions ou d'erreurs ou tous faits équivalents relatifs aux informations utilisées.

L'exactitude de ce document doit être appréciée en fonction des connaissances disponibles et objectives et, le cas échéant, de la réglementation en vigueur à la date d'établissement du document. Par conséquent, l'Ineris ne peut pas être tenu responsable en raison de l'évolution de ces éléments postérieurement à cette date. La mission ne comporte aucune obligation pour l'Ineris d'actualiser ce document après cette date.

Au vu de ses missions qui lui incombent, l'Ineris, n'est pas décideur. Les avis, recommandations, préconisations ou équivalents qui seraient proposés par l'Ineris dans le cadre des missions qui lui sont confiées, ont uniquement pour objectif de conseiller le décideur dans sa prise de décision. Par conséquent, la responsabilité de l'Ineris ne peut pas se substituer à celle du décideur qui est donc notamment seul responsable des interprétations qu'il pourrait réaliser sur la base de ce document. Tout destinataire du document utilisera les résultats qui y sont inclus intégralement ou sinon de manière objective. L'utilisation du document sous forme d'extraits ou de notes de synthèse s'effectuera également sous la seule et entière responsabilité de ce destinataire. Il en est de même pour toute autre modification qui y serait apportée. L'Ineris dégage également toute responsabilité pour chaque utilisation du document en dehors de l'objet de la mission.

Nom de la Direction en charge du rapport : Direction Générale

Rédaction : TRUCHOT BENJAMIN

Vérification : PIQUETTE BERNARD

Approbation : Document approuvé le 20/07/2021 par PIQUETTE BERNARD

Liste des personnes ayant participé à l'étude : -

Table des matières

1	Introduction	4
2	Essais préliminaires.....	5
2.1	Détermination de la température de fusion	5
2.2	Détermination du PCI	5
3	Essai de détermination à grande échelle du caractère liquide combustible ou solide liquéfiable combustible	7
3.1	Caractéristiques requises de l'installation expérimentale	7
3.2	Dispositif expérimental	7
3.3	Métrologie et mesures attendues	8
3.4	Critères de succès	8
4	Références	10

1 Introduction

Suite à l'incendie survenu sur le site de Normandie Logistique et Lubrizol en septembre 2019, l'arrêté du 24/09/2020 a introduit la notion de liquides combustibles (LC) et solides liquéfiables combustibles (SLC). Ces produits sont définis dans cet arrêté par :

- une température de fusion inférieure à 80°C ;
- un pouvoir calorifique inférieur (PCI) supérieur à 15 MJ/kg ;
- sont exclus de cette définition :
 - les liquides inflammables (PE inférieur à 93°C), emballages et contenants ;
 - les produits non susceptibles de générer une nappe enflammée lors d'un incendie.

L'objet de ce document est de présenter une première version du protocole expérimental visant à permettre d'exclure un produit de cette dénomination. La première partie de ce document, chapitre 2, présente les appareillages permettant de déterminer les PCI et la température de fusion. La deuxième partie, chapitre 3, présente le protocole à grande échelle permettant de démontrer l'absence de nappe enflammée en cas d'incendie. La séquence des essais pour conduire à considérer qu'un produit LC/SLC peut être schématisé comme représenté sur la Figure 1. A noter que, par défaut, à l'issue des tests à petite échelle, si les conditions sont réunies, le produit sera classé LC/SLC. La réalisation du test à grande échelle permet le déclassement. Ce protocole est susceptible d'être révisé à la suite des essais qui seront réalisés.

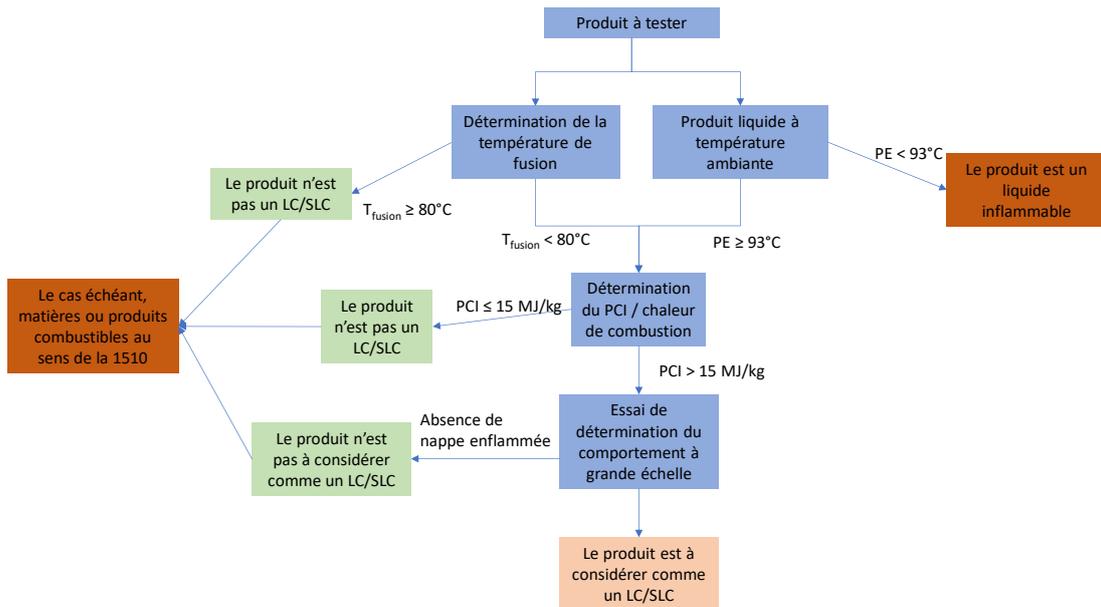


Figure 1 : Logigramme de la séquence d'essai pour déterminer si le produit est à considérer comme LC/SLC

En synthèse du document, une liste de produit est présentée avec un positionnement sur leur caractère LC/SLC ou non.

2 Essais préliminaires

2.1 Détermination de la température de fusion

La mesure de la température de fusion peut être réalisée au moyen de différentes méthodes. Cela peut être par exemple réalisée par l'analyse calorimétrique différentielle selon la norme ISO 11357-3 [3] ou autre méthode conforme à une norme reconnue.

Les essais devront être doublés pour la détermination de la température de fusion. La valeur retenue sera la moyenne des mesures sous réserve d'un écart inférieur à 10% entre les deux mesures. Si l'écart est supérieur à 10%, une troisième mesure sera réalisée et devra se situer à $\pm 10\%$ de l'une des deux précédentes mesures. Si tel est le cas, la valeur retenue sera la moyenne des deux mesures cohérentes. Dans le cas contraire, cela invalide l'approche retenue et une autre méthode de mesure devra être utilisée pour la détermination de la température de fusion.

2.2 Détermination du PCI

La détermination du PCI ou de la chaleur de combustion du produit peut être réalisée à l'échelle du laboratoire au moyen de différents dispositifs :

- bombe calorimétrique, selon l'annexe A de la norme ISO 1716 [4], pour le calcul du PCI ;
- calorimètre de laboratoire, cône calorimètre, selon la norme ISO 5660 [4] ou FPA (Fire Propagation Apparatus) norme ISO 12136 [5].

Pour les essais de détermination du PCI, les essais seront doublés et le PCI retenu sera la moyenne des mesures sous réserve d'un écart inférieur à 10% entre les deux mesures. Si l'écart est supérieur à 10%, une troisième mesure sera réalisée et devra se situer à $\pm 10\%$ de l'une des deux précédentes mesures. Si tel est le cas, la valeur retenue sera la moyenne des deux mesures cohérentes. Dans le cas contraire, cela invalide l'approche retenue et une autre méthode de mesure devra être utilisée pour la détermination du PCI.

Lors des essais au cône calorimètre ou au FPA, il conviendra de déterminer également la vitesse de combustion du produit en vue de la validation du bon comportement à grande échelle. Si le PCI est déterminé au moyen de l'essai en bombe calorimétrique, un test complémentaire au cône calorimètre ou FPA devra permettre la détermination de la vitesse de combustion, voir paragraphe 3.4 sur les critères de succès de l'essai à grande échelle.

La Figure 2 présente, à des fins d'illustration de l'échelle de travail, une photographie du dispositif FPA, tel que décrit dans la norme ISO 12136.



Figure 2 : Photo de l'installation expérimentale

3 Essai de détermination à grande échelle du caractère liquide combustible ou solide liquéfiable combustible

3.1 Caractéristiques requises de l'installation expérimentale

Les essais devront être réalisés dans une chambre fermée permettant le contrôle des entrées d'air et la canalisation des fumées pour les mesures de calorimétrie. Les dimensions de la chambre seront suffisantes pour permettre un éloignement de 2 m au minimum entre le dispositif expérimental et les parois de la chambre. Cet éloignement a pour objet d'éviter toutes interactions entre le développement de l'incendie et les parois du dispositif.

Le débit de ventilation de la chambre doit être fixé pour permettre les mesures nécessaires à la calorimétrie, CO, CO₂ et O₂.

3.2 Dispositif expérimental

Pour l'essai de caractérisation du comportement du produit en situation réelle, l'échantillon à utiliser sera représentatif des conditions du stockage sur site, c'est-à-dire le produit dans son contenant typique GRV (Grand Réceptier Vrac), fûts, bidon ou tout autre type de contenant. L'échelle de tests pour les différents contenant est l'échelle de la palette (0,5 à 1 m³ environ de produit).

L'échantillon sera placé dans un bac de 6 m² de surface, bac auquel doit être ajoutée une excroissance de 50 cm de largeur et 2 m de longueur, soit une surface additionnelle de 1 m². La hauteur du bac sera adaptée au volume de liquide présent dans l'échantillon. L'excroissance doit être conçue avec une pente de l'ordre de 5% pourcents avec, pour point bas, l'extrémité de l'excroissance. La hauteur des parois du bac doit être dimensionnée pour contenir la totalité du volume contenu dans l'échantillon.

Une photographie d'un tel dispositif est reproduite sur la Figure 3 pour l'exemple d'un GRV.



Figure 3 : Photographie du dispositif expérimental

Pour initier l'incendie, douze palettes bois, préalablement séchées, sont disposées en quinconce à proximité de l'échantillon (20 cm environ), face à la partie faible des contenants (par ex. côté vanne pour un GRV muni d'une vanne), positionnée en opposition à l'excroissance. La mise à feu est réalisée au moyen d'un bac d'heptane, d'environ 0,025 m² de surface contenant 0,5 l d'heptane, placé au centre des palettes bois. Un essai préliminaire avec le seul bucher bois sera présenté afin de justifier des caractéristiques de ce bucher.

A noter que, pour des raisons de sécurité les éléments de fermeture des contenants pourront être manipulés (bouchon haut d'un GRV ouvert, cerclage des fûts retirés voir bouchons des bidons desserrés).

La Figure 4 montre un schéma du dispositif expérimental.

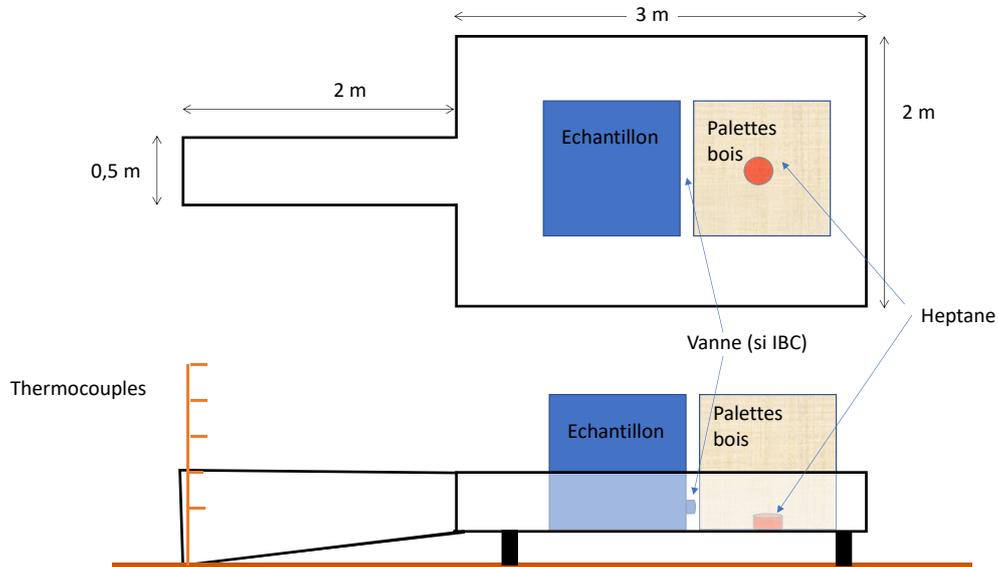


Figure 4 : Schémas du dispositif expérimental, vue de dessus (haut) et de côté (bas)

3.3 Métrologie et mesures attendues

L'objectif de l'essai est de confirmer ou infirmer la présence d'une nappe inflammable en cas d'incendie, la métrologie est donc dimensionnée en ce sens. Il convient pour cet essai de disposer :

- une mesure de température par thermocouple au niveau de l'extrémité de l'extension avec, a minima, 5 thermocouples répartis sur une ligne verticale allant de la demi-hauteur du bac à 2 fois cette hauteur, voir Figure 4 ;
- deux caméras dans le domaine visible avec un angle de vue permettant de visualiser la surface de l'incendie ;
- une mesure des concentrations des gaz de combustion et la mesure du débit massique de ventilation pour détermination, par calorimétrie, OC (Oxygen Consumption) ou CDG (Carbon Dioxide Generation) [7], de la puissance instantanée de l'incendie.

Les différents appareils de mesure utilisés devront disposer de certificat d'étalonnage ou équivalent. Une évaluation des incertitudes de mesure sera réalisée et présentée dans le rapport d'essai.

3.4 Critères de succès

Pour que le produit puisse être exclu des produits LC/SLC, tous les critères suivants doivent être vérifiés :

- aucune température supérieure à 500°C au niveau des thermocouples positionnés à l'extrémité de l'excroissance ;
- confirmation visuelle par analyse des vidéos de l'absence de nappe enflammée dans l'excroissance ;
- le rapport de la puissance de l'incendie, P , à la puissance surfacique déterminée pour le combustible sur la base des grandeurs mesurées à l'échelle du laboratoire, P_{surf} , (chaleur et vitesse de combustion) doit rester strictement inférieur à 3,5¹, soit une surface de feu inférieure à 50% de la surface du bac.

¹ Pour un bac de 7 m² de surface totale (bac + excroissance)

L'atteinte de l'un au moins des trois critères conduit au classement du produit comme LC/SLC.

Le Tableau 1 présente la synthèse du classement pour les produits en fonction des résultats obtenus sur les différents critères. Ce tableau s'entend bien évidemment pour les produits avec PCI supérieur à 15 MJ/kg et avec une température de fusion inférieure à 80°C.

Thermocouples	Image vidéo	Rapport mesure de puissance	Bilan
Tous les thermocouples restent inférieurs à 500°C	Pas de flamme détectée dans l'excroissance	$P/P_{surf} < 3,5$	Produit classé comme combustible
Un ou plusieurs TC dépasse(nt) 500°C	Pas de flamme détectée dans l'excroissance	$P/P_{surf} < 3,5$	Produit classé LC/SLC
Tous les thermocouples restent inférieurs à 500°C	Détection visuelle de flamme dans l'excroissance	$P/P_{surf} < 3,5$	Produit classé LC/SLC
Tous les thermocouples restent inférieurs à 500°C	Pas de flamme détectée dans l'excroissance	$P/P_{surf} > 3,5$	Produit classé LC/SLC
Un ou plusieurs TC dépasse(nt) 500°C	Détection visuelle de flamme dans l'excroissance	$P/P_{surf} < 3,5$	Produit classé LC/SLC
Un ou plusieurs TC dépasse(nt) 500°C	Pas de flamme détectée dans l'excroissance	$P/P_{surf} > 3,5$	Produit classé LC/SLC
Tous les thermocouples restent inférieurs à 500°C	Détection visuelle de flamme dans l'excroissance	$P/P_{surf} > 3,5$	Produit classé LC/SLC
Un ou plusieurs TC dépasse(nt) 500°C	Détection visuelle de flamme dans l'excroissance	$P/P_{surf} > 3,5$	Produit classé LC/SLC

Tableau 1 : Synthèse du classement des produits en fonction de la réussite des différents tests et critères associés

4 Références

- [1] Arrêté du 24/09/20 modifiant l'arrêté ministériel du 11 avril 2017 relatif aux prescriptions générales applicables aux entrepôts couverts soumis à la rubrique 1510, y compris lorsqu'ils relèvent également de l'une ou plusieurs des rubriques 1530, 1532, 2662 ou 2663 de la nomenclature des installations classées pour la protection de l'environnement, ainsi que les arrêtés de prescriptions générales applicables aux installations classées soumises à enregistrement sous les rubriques nos 1511, 1530, 1532, 2662 et 2663.
- [2] Arrêté du 24 septembre 2020 relatif au stockage en récipients mobiles de liquides inflammables, exploités au sein d'une installation classée pour la protection de l'environnement soumise à autorisation
- [3] ISO 11357-3:2018 Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization.
- [4] ISO 1716:2018 : Reaction to fire tests for products — Determination of the gross heat of combustion (calorific value)
- [5] ISO 5660-1:2015 Reaction-to-fire tests — Heat release, smoke production and mass loss rate — Part 1: Heat release rate (cone calorimeter method) and smoke production rate (dynamic measurement)
- [6] ISO 12136:2011 Reaction to fire tests — Measurement of material properties using a fire propagation apparatus
- [7] FMRC 0R0J4, A. Tewarson, Generation of heat and fire products, Technical report FM Global.

