



RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE

*Liberté
Égalité
Fraternité*

Inspection générale de l'environnement
et du développement durable
Bureau d'enquêtes et d'analyses
sur les risques industriels



Rapport d'enquête

Sur l'incendie survenu au sein du
site exploité par SAIPOL à Sète
(34) le 10 avril 2024

Bordereau documentaire

Organisme auteur : Bureau d'enquêtes et d'analyses sur les risques industriels (BEA-RI)

Titre du document : rapport d'enquête sur l'incendie survenu au sein du site exploité par SAIPOL à Sète (34) le 10 avril 2024

N° : MTE-BEARI-2026-04

Date du rapport : 30/07/2026

Proposition de mots-clés : incendie, explosion, maintenance, auto échauffement, facteurs humains et organisationnels

Avertissement

L'enquête technique faisant l'objet du présent rapport est réalisée dans le cadre des articles L. 501-1 à L. 501-19 du Code de l'Environnement.

Cette enquête a pour seul objet de prévenir de futurs accidents. Sans préjudice, le cas échéant, de l'enquête judiciaire qui peut être ouverte, elle consiste à collecter et analyser les informations utiles, à déterminer les circonstances et les causes certaines ou possibles de l'évènement, de l'accident ou de l'incident et, s'il y a lieu, à établir des recommandations de sécurité. Elle ne vise pas à déterminer des responsabilités.

En conséquence, l'utilisation de ce rapport à d'autres fins que la prévention pourrait conduire à des interprétations erronées.

Au titre de ce rapport on entend par :

- Cause de l'accident : toute action ou événement de nature technique ou organisationnelle, volontaire ou involontaire, active ou passive, ayant conduit à la survenance de l'accident. Elle peut être établie par les éléments collectés lors de l'enquête, ou supposée de manière indirecte. Dans ce cas le rapport d'enquête le précise explicitement.
- Facteur contributif : élément qui, sans être déterminant, a pu jouer un rôle dans la survenance ou dans l'aggravation de l'accident.
- Enseignement de sécurité : élément de retour d'expérience tiré de l'analyse de l'évènement. Il peut s'agir de pratiques à développer car de nature à éviter ou limiter les conséquences d'un accident, ou à éviter car pouvant favoriser la survenance de l'accident ou aggraver ses conséquences.
- Recommandation de sécurité : proposition d'amélioration de la sécurité formulée par le BEA-RI, sur la base des informations rassemblées dans le cadre de l'enquête de sécurité, en vue de prévenir des accidents ou des incidents. Cette recommandation est adressée, au moment de la parution du rapport définitif, à une personne physique ou morale qui dispose de deux mois à réception, pour faire part au BEA des suites qu'elle entend y donner. La réponse est publiée sur le site du BEA-RI.

Synthèse

Le 10 avril 2024, le site SAIPOL de Sète (34) est en cours d'arrêt annuel programmé de son atelier d'estérification. En fin d'après-midi, alors que les opérateurs de maintenance ont quitté le bâtiment, des détonations sont entendues en provenance de cet atelier, suivies d'un incendie qui se propage rapidement en son sein. Le plan d'opération interne (POI) est déclenché et les services d'incendie et de secours de l'Hérault sont alertés. À leur arrivée, les sapeurs-pompiers se trouvent confrontés à l'indisponibilité simultanée du réseau de sprinklage et des poteaux incendie dans la zone sinistrée. Le feu est circonscrit à 19h48, après rétablissement du système d'extinction automatique. Le bilan humain est d'un blessé grave. Les dégâts matériels sont très importants : une grande partie de l'atelier est détruite, avec des déformations structurelles menaçant la stabilité du bâtiment et une remise en état estimée à plusieurs années. Sur le plan environnemental, le panache de combustion s'est orienté vers la mer sans pollution de la darse portuaire ; les eaux d'extinction ont été retenues dans le bassin de rétention.

Au vu des circonstances et du contexte de l'accident, le directeur du bureau d'enquêtes et d'analyses sur les risques industriels (BEA-RI) a décidé l'ouverture d'une enquête le 12 avril 2024. Les échanges ainsi que les investigations menées, complétées par des essais en laboratoire réalisés par l'INERIS, ont permis d'établir que l'accident résulte de l'inflammation d'une atmosphère explosive (ATEX) constituée dans une capacité qui n'avait pas été totalement vidée et inertée lors de la préparation de l'arrêt, et qui était reliée à une autre capacité au sein de laquelle un processus d'auto-échauffement s'est développé.

Le BEA-RI retient comme facteurs contributifs de l'accident : la méconnaissance de l'état réel de l'installation par les entreprises intervenantes et l'indisponibilité concomitante des deux réseaux incendie du site. Il retient également des insuffisances dans les conditions d'élaboration du mode opératoire de mise à disposition de l'installation, le maintien involontaire en fonctionnement du traçage électrique du coalesceur pendant la phase de maintenance, et l'absence de contrôle de réception formel de la mise à disposition. Le contexte organisationnel du site (sortie d'une période de quasi-fermeture, recrutements massifs, cohabitation de personnels expérimentés et d'encadrants nouvellement arrivés, programme de maintenance plus dense que les arrêts précédents) est par ailleurs retenu comme facteur contributif transverse.

Dans le cadre de cette enquête, le BEA-RI formule des enseignements de sécurité relatifs à la connaissance des propriétés des intermédiaires de réaction, à la prise en compte des situations de maintenance dans la conception des installations, et à l'implication nécessaire d'une équipe pluridisciplinaire dans la réalisation d'une analyse de risque préalable à une opération de maintenance notable.

Le BEA-RI émet les recommandations suivantes à l'attention de l'exploitant SAIPOL :

- **Développer la connaissance des caractéristiques des intermédiaires de réaction et en tenir compte dans les procédures de conduite et de maintenance des installations ;**
- **Dans le cadre de la préparation des arrêts : veiller à ce que l'analyse de risque couvre la disponibilité des moyens de surveillance de protection et d'intervention et leur adéquation avec l'état de l'installation pendant les différentes phases de l'opération de maintenance (mise à disposition, déroulement des travaux, essais et remise en service). Des mesures compensatoires doivent être mises en place le cas échéant et les conclusions de cette analyse doivent être intégrés aux différents documents encadrant les travaux (plan de prévention, zonage ATEX, etc.) ;**
- **Veiller à toujours disposer d'une vue d'ensemble des opérations de maintenance et de leurs interfaces, en particulier concernant leurs impacts potentiels sur les utilités du site (réseaux électrique, incendie, etc.) ;**
- **S'assurer de la disponibilité en continu de moyens de lutte contre l'incendie sur l'ensemble du site ou prévoir des moyens compensatoires en cas de défaut de l'un deux ;**
- **Proposer aux services de secours publics un protocole d'information en cas d'indisponibilité partielle et ponctuelle des moyens de lutte contre l'incendie ;**
- **Revoir la procédure de conduite de l'installation pour préciser ses modalités d'arrêt partiel, en abordant notamment la nécessité de vidange des capacités, l'inertage et l'isolement des tuyauteries, les consignations à réaliser ;**
- **Lors de travaux de maintenance impliquant des entreprises extérieures : veiller à ce que leur soit communiqué en amont toutes les informations nécessaires sur l'état de l'installation, et s'assurer qu'il en soit bien tenu compte dans les analyses de risque réalisées par les entreprises extérieures ;**
- **Dans le cadre de la reconstruction de l'unité : veiller à la mise en œuvre de moyens d'isolement et de vidange de l'ensemble des capacités, en cohérence avec la procédure de conduite et de maintenance de l'installation.**

Sommaire

I.	Rappel sur l'enquête de sécurité.....	8
II.	Constats immédiats et engagement de l'enquête	8
II.1	Les circonstances de l'accident	8
II.2	Le bilan de l'accident	9
II.3	Les mesures prises après l'accident.....	10
II.4	L'engagement et l'organisation de l'enquête	10
III.	Contextualisation	10
III.1	Établissement SAIPOL de Sète (34).....	10
III.2	Atelier d'estérification	11
III.3	Unité de transestérification (unité 10)	13
III.4	Séparateur 10D02	14
III.5	Coalesceur 10D02.1	15
III.6	Grand arrêt de l'atelier	15
III.6.1	Préparation amont.....	15
III.6.2	Intervenants, organisation et traçabilité	15
IV.	Déroulement de l'évènement.....	16
IV.1	Situation de l'atelier au moment de l'évènement	16
IV.2	L'intervention des secours publics.....	18
V.	Compte-rendu des investigations menées.....	19
V.1	Reconnaissance de terrain	19
V.2	Analyse des documents transmis et entretiens	24
V.2.1	Contexte relatif à l'activité du site.....	25
V.2.2	Préparation du grand arrêt.....	25
V.2.3	Déroulement de l'arrêt	28
V.2.4	Données fournies par l'instrumentation.....	30
V.3	Investigations complémentaires.....	31
VI.	Conclusions sur le scénario de l'évènement.....	34
VI.1	Facteurs contributifs	39
VI.1.1	Méconnaissance de la situation de l'installation par les entreprises intervenantes.....	39
VI.1.2	Réseau incendie non fonctionnel	39
VI.1.3	Le cadre d'élaboration du mode opératoire de mise à disposition de l'installation	39
VI.1.4	Maintien actif du traçage électrique.....	40
VI.1.5	Absence de contrôle de réception de la mise à disposition	40
VI.1.6	Contexte organisationnel du site	40
VII.	Enseignements de sécurité.....	41
VII.1	Propriété des intermédiaires de réaction	41
VII.2	Prise en compte des situations de maintenance dans la conception des installations.....	41

VII.3 L'implication nécessaire d'une équipe pluridisciplinaire dans la réalisation d'une analyse de risque préalable à une opération de maintenance notable	42
VIII. Recommandations de sécurité	42
VIII.1 À destination de l'exploitant SAIPOL	42
IX. Annexes	44
Annexe 1 Rapport Ineris	45

Rapport d'enquête

Sur l'incendie survenu au sein du site exploité par SAIPOL à Sète (34) le 10 avril 2024

I. Rappel sur l'enquête de sécurité

L'enquête technique faisant l'objet du présent rapport est réalisée dans le cadre des articles L. 501-1 à L. 501-19 du Code de l'Environnement. Cette enquête a pour seul objet de prévenir de futurs accidents. Sans préjudice, le cas échéant, de l'enquête judiciaire qui peut être ouverte, elle consiste à collecter et analyser les informations utiles, à déterminer les circonstances et les causes certaines ou possibles de l'évènement, de l'accident ou de l'incident et, s'il y a lieu, à établir des recommandations de sécurité. Elle ne vise pas à déterminer des responsabilités. La gestion post accidentelle des conséquences de l'accident ne relevant pas à proprement parler de l'enquête technique du BEA-RI, ce sujet ne sera pas détaillé davantage dans le présent rapport.

L'utilisation de ce rapport à d'autres fins que la prévention pourrait conduire à des interprétations erronées.

II. Constats immédiats et engagement de l'enquête

II.1 Les circonstances de l'accident

L'accident survient pendant une période d'arrêt de production du site SAIPOL de Sète (34). Cet arrêt annuel était programmé depuis plusieurs mois pour la réalisation de travaux de maintenance au sein de l'unité d'estérification.

Le vendredi 10 avril 2024, vers 16h40, après que les opérateurs chargés des opérations de maintenance aient quitté le bâtiment, des bruits forts ressemblant à des détonations sont entendus par les personnels présents au sein de l'usine, en provenance de l'unité d'estérification. Les témoins observent des flammes sur cette unité qui gagnent rapidement de l'importance. Le plan d'opération interne (POI) est déclenché et le Service Départemental d'Incendie et de Secours de l'Hérault est alerté. À leur arrivée sur site, les sapeurs-pompiers sont informés d'un problème pour la mise à disposition d'eau d'extinction par le réseau d'eau incendie du site. Le feu sera dans un premier temps contenu par les sapeurs-pompiers, avec usage de leurs moyens propres, puis maîtrisé à 19h48, après la remise en service du système d'extinction automatique à 18h20.

II.2 Le bilan de l'accident

Sur le plan humain, on dénombre un blessé grave parmi le personnel du site.

Les dégâts matériels sont importants avec la perte d'une grande partie de l'atelier d'estérification (perte de capacités et réseaux, déformations structurelles de l'atelier menaçant sa stabilité). Les travaux de remise en état seront estimés à plusieurs années et se conjuguent avec une perte d'exploitation.

Sur le plan environnemental, le panache de combustion s'est déployé vers la mer. Aucune pollution de la darse du port de Sète-Frontignan n'a été relevée. Les eaux d'extinction sont restées contenues dans le bassin de rétention prévu à cet effet.



Photographie 1 : déformation structurelle d'un pilier de soutènement de l'atelier



Photographie 2 : capacité éventrée, chemins de câbles affaiblis

II.3 Les mesures prises après l'accident

À la suite de l'accident, l'unité d'estérification a été maintenue en l'état pour permettre le bon déroulement des expertises diligentées dans le cadre des différentes procédures administratives et judiciaires. L'installation était au moment de l'incendie déjà à l'arrêt pour maintenance.

L'exploitant a fait intervenir des entreprises spécialisées dans le contrôle et le confortement des structures. Ces examens ont conclu que la mise en place de confortements était un préalable nécessaire à la réalisation des opérations de vidange de certaines capacités encore remplies en tout ou partie, et au démarrage de certains démontages.

En parallèle, la décision a été prise de reconstruire l'atelier.

II.4 L'engagement et l'organisation de l'enquête

Au vu des circonstances et du contexte de l'accident, le directeur du bureau d'enquêtes et d'analyses sur les risques industriels (BEA-RI) a décidé le 12 avril 2024 de l'ouverture d'une enquête.

Les enquêteurs techniques du BEA-RI se sont rendus sur le site à plusieurs reprises : les 23 avril, 26 juin, 17 juillet, 28 et 29 octobre 2024, et 2 avril 2025 en raison notamment des restrictions d'accès liées à la stabilité de la structure qui ont rendu nécessaires plusieurs déplacements afin qu'ils puissent accéder à l'ensemble des équipements impactés.

Ils ont rencontré lors de ces différents déplacements les représentants de la société SAIPOL, les participants à l'expertise judiciaire civile ainsi que l'inspection des installations classées, et le service départemental d'incendie et de secours de l'Hérault.

Les enquêteurs ont recueilli les témoignages des acteurs impliqués dans l'évènement et dans sa gestion. Ils ont eu, consécutivement à ces entretiens, communication des pièces et documents nécessaires à leur enquête.

III. Contextualisation

III.1 Établissement SAIPOL de Sète (34)

La société SAIPOL est spécialisée dans la trituration¹ des graines oléagineuses, le raffinage et l'estérification des huiles végétales.

La société SAIPOL fait partie du groupe AVRIL dont la stratégie industrielle est mise en œuvre grâce à des filiales spécialisées et détenues majoritairement par le groupe AVRIL, en partenariat avec des acteurs importants des secteurs concernés. On retrouve ses filiales industrielles dans les domaines suivants : la

¹ Les activités de trituration de graines sont des opérations de broyage par friction (frottement et friction) destinées à l'extraction de l'huile issue de graines oléagineuses, elles peuvent être complétées dans ce cas par une extraction par solvant.

grande consommation, les solutions pour l'agriculture, les premières transformations et énergies durables et la chimie verte.

SAIPOL représente aujourd'hui (chiffres 2023) :

- 5 usines propriétés du groupe, pour conduire les activités intégrées de trituration, raffinage, et estérification (Grand-Couronne, Le Mériot, Bassens, Lezoux et Sète) ;
- 2,9 millions de tonnes de graines de colza et tournesol transformées en France ;
- 1,6 millions de tonnes de tourteaux pour l'alimentation animale ;
- 1,2 millions de tonnes d'énergies renouvelables produites en France ;
- 0,9 millions de tonnes d'huiles végétales raffinées et prétraitées.

L'établissement SAIPOL de Sète se situe dans la zone industrielle du port de Sète, dans le département de l'Hérault (34). Cette zone est localisée sur la partie Est de la commune de Sète, non loin de la limite avec la commune de Frontignan. Le site donne directement sur le bassin portuaire de Sète et s'étend sur une surface totale de 9 hectares.

L'usine est spécialisée dans la transformation de graines de colza d'import et transforme plus de 600 000 tonnes de colza en huiles végétales brutes, biodiesel, tourteaux de colza, et glycérine végétale brute.

Administrativement, l'installation est réglementée au titre des installations classées pour la protection de l'environnement. L'établissement relève du statut SEVESO seuil bas pour les rubriques 4722 concernant le méthanol et 4130 concernant le méthylate de sodium. Plusieurs autres rubriques soumises aux régimes d'autorisation, d'enregistrement et de déclaration avec contrôle périodique sont recensées.

III.2 Atelier d'estérification

L'atelier d'estérification, dit « Ester 2 », est une unité de fabrication d'ester méthylique d'huiles végétales qui fait partie de l'unité de fabrication de diester. Il est alimenté par de l'huile de colza, du méthanol et un catalyseur (méthanolate de sodium) et produit du biodiesel (ester méthylique) et de la glycérine.

Les équipements de cet atelier proviennent du déplacement d'un atelier qui a fonctionné sur un autre site du groupe situé dans le nord de la France de 2008 à fin 2013. Il a été mis en service en 2016 sur le site de Sète en remplacement de l'unité "Ester 1", moins performante.

L'atelier est implanté sur une superficie de ~500 m² et développe une élévation globale de ~30 m comportant 5 niveaux de circulation (RdC, +5m et +10m sur la superficie totale, +15m et +20m partiels autour de certains équipements).

Il est constitué de :

- Une unité de transestérification, de récupération du méthanol et de lavage de l'ester méthylique (unité 10) dont les équipements principaux sont :
 - Deux réacteurs (10D01 et 10D03) de 92 m³ ;
 - Deux séparateurs ester/glycérine (10D02 et 10D04) de 28 m³ ;
 - Une colonne de distillation de méthanol (10D07) afin de le recycler ;
 - Une colonne de lavage de l'ester (10D08) ;
- Une unité de déshydratation de l'ester méthylique (unité 11) ;
- Une unité de conditionnement du mélange glycérine / eau (unité 12) ;
- Une unité de concentration du mélange glycérine / eau (unité 14) ;
- Divers ballons process, capteurs.

Son fonctionnement global est décrit sur la Figure 1 ci-dessous.

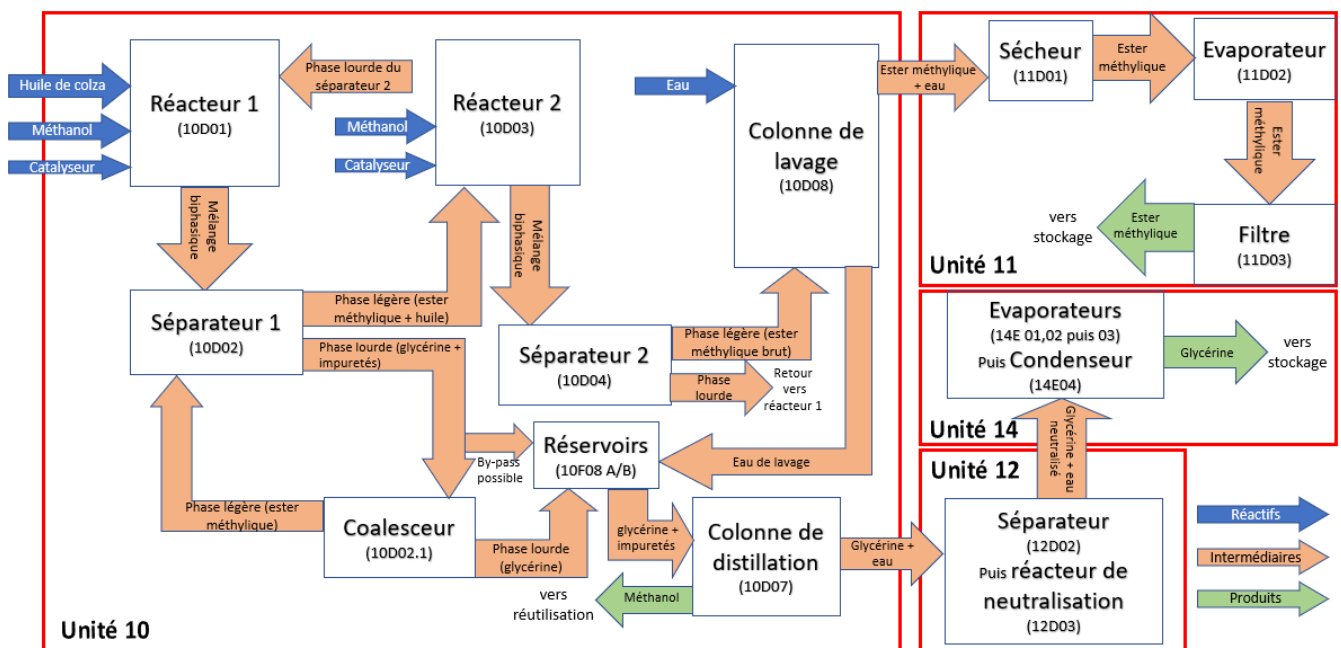


Figure 1 - Schéma de principe simplifié de l'atelier d'estérification

L'ensemble de l'atelier est associé à une rétention et équipé d'un système de sprinklage de type déluge permettant la pulvérisation d'eau additionnée d'un émulseur. Des poteaux incendie sont par ailleurs positionnés autour de l'installation.

III.3 Unité de transestérification (unité 10)

L'huile de colza alimente en continu le réacteur n°1 (10D01) et réagit avec les flux de méthanol et de méthanolate de sodium, ce dernier étant utilisé comme catalyseur basique dans la réaction. Dans cette première étape, 70 à 80% de l'huile est déjà transformée en biodiesel. Le mélange réactionnel devient biphasique, la phase lourde étant principalement constituée de glycérine, de traces de méthanol, de catalyseur, et de traces de composés saponifiés. L'ester méthylique, qui résulte de la réaction entre le méthanol et l'huile, se retrouve dans la phase légère. Le mélange réactionnel est dirigé en sortie de réacteur vers un séparateur (10D02) où les deux phases sont séparées par décantation.

La phase légère contient le produit de la réaction de la transestérification, l'ester méthylique, ainsi que l'huile qui n'a pas réagi. Elle est redirigée vers un deuxième réacteur (10D03) où elle est mélangée avec un flux de méthanol et de catalyseur. Cette étape doit servir à pousser la réaction de transestérification en convertissant la fraction d'huile qui n'a pas réagi dans le premier réacteur. La réaction de transestérification atteint un taux de conversion supérieur à 99%.

La phase lourde issue du séparateur 1 (10D02) (glycérine) est évacuée vers le réservoir 10 F08 A ou transportée à travers le refroidisseur (10 E02.1)² dans le coalesceur (10 D02.1) où les restes d'ester méthylique sont séparés. La phase lourde dans le coalesceur (10 D02.1) est évacuée dans le réservoir 10 F08 A tandis que la phase légère s'écoule par surverse dans le réservoir du séparateur de phases 10 D02.

Le mélange issu du deuxième réacteur (10D03) est dirigé vers un second séparateur (10D04), où les phases ester méthylique (= légère) et glycérine (= lourde) sont séparées par décantation. La phase glycérine est redirigée vers le premier réacteur (10D01).

La phase légère en sortie du second séparateur (10D04) est dénommée « Ester méthylique brut ». Cette phase contient également des reliquats de méthanol, de glycérine, d'eau, de catalyseur, et de composés saponifiés. Elle est lavée dans une colonne de lavage (10D08).

L'eau injectée rencontre à contre-courant de l'ester méthylique qui est introduit à la base de la colonne. L'ester méthylique est récupéré en tête de colonne ; il contient principalement un reliquat d'eau qui sera séparé dans une étape ultérieure de déshydratation dans l'unité 11.

La phase lourde du premier décanteur est riche en glycérine et contient du méthanol en grandes proportions. Elle est dirigée, avec l'eau de lavage issue de la colonne de lavage, ainsi que d'autres flux liquides contenant du méthanol et de la glycérine, vers deux réservoirs (10F08 A/B).

Le mélange ainsi constitué est dirigé vers une colonne de distillation (10D07) où le méthanol est récupéré en tête de colonne. Ce flux de méthanol est redirigé vers la réaction de transestérification pour une nouvelle utilisation.

Le pied de colonne est constitué de glycérine, d'eau, d'impuretés organiques (acides gras et reliquats d'ester méthylique). Ce courant doit subir ultérieurement une étape de purification pour séparer puis concentrer la glycérine dans les unités 12 puis 14³.

² Non représenté sur la figure 1 - schéma de principe simplifié de l'atelier d'estérification

³ Il n'y a pas d'unité 13

III.4 Séparateur 10D02

Le séparateur 10D02 sert à séparer par décantation, au travers d'un passage dans des médias filtrants une phase lourde chargée en glycérine et une phase légère chargée en ester méthylique. Il est composé de 2 compartiments séparés par une cloison de surverse. En marche normale de l'installation, il fonctionne sous balayage d'azote

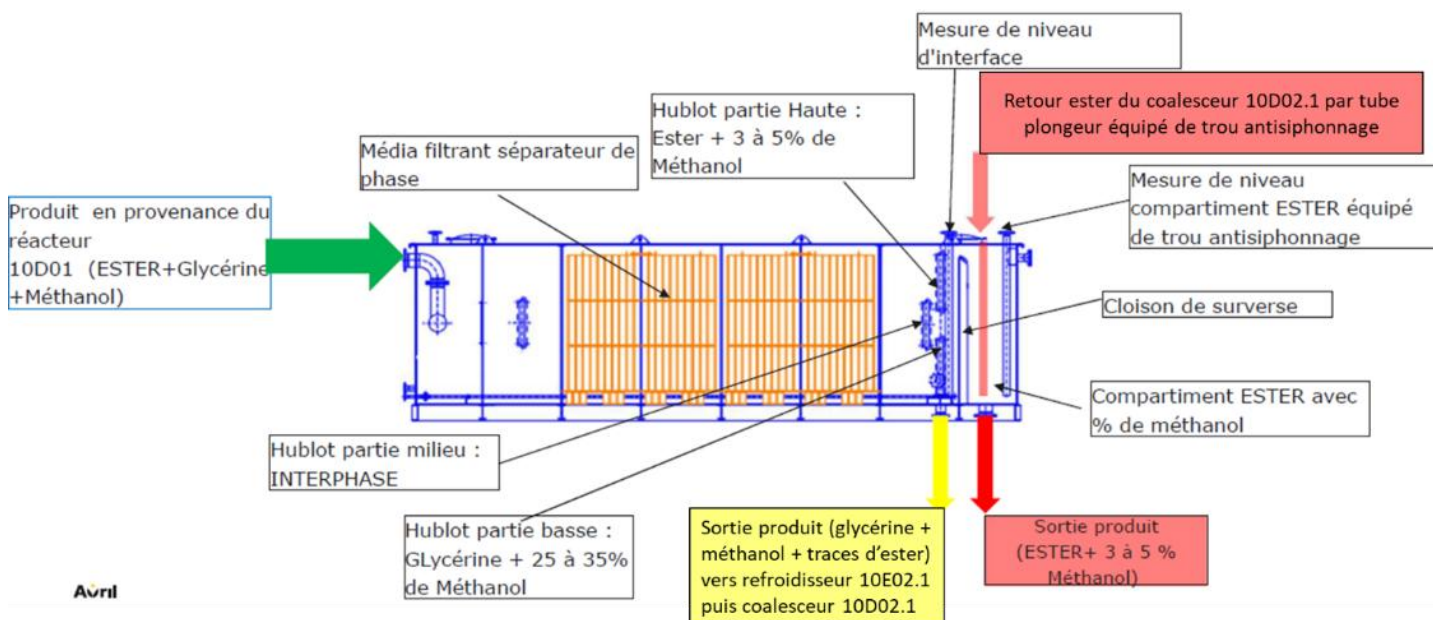


Figure 2 - schéma du séparateur 10D02.1 – Source SAIPOL

En fonctionnement établi, la répartition des constituants du mélange se fait comme représenté ci-dessous :

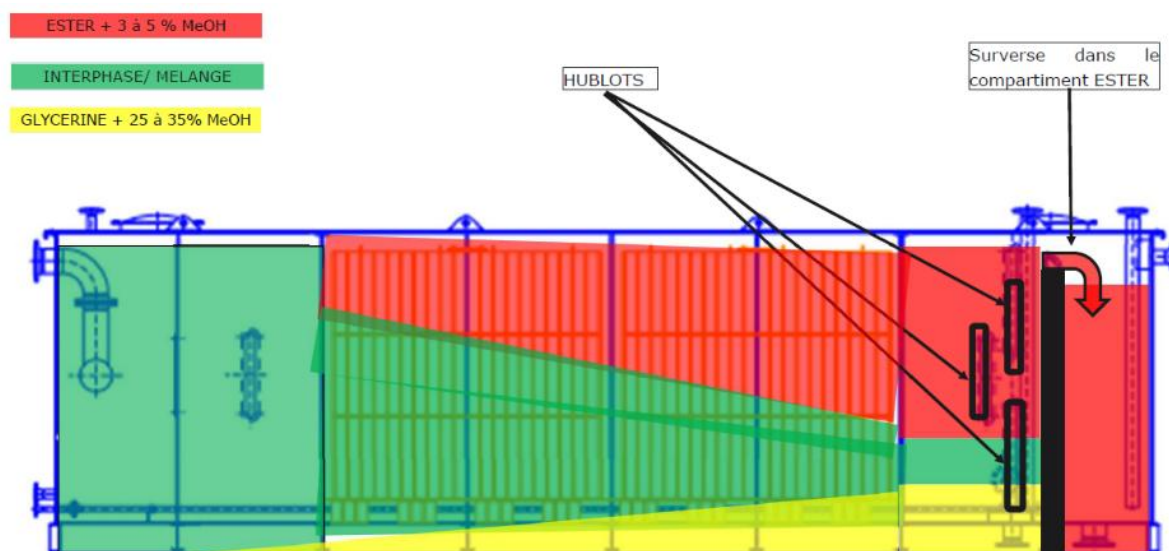


Figure 3 - schéma conceptuel d'un séparateur en production – Source SAIPOL

III.5 Coalesceur 10D02.1

Le filtre coalesceur permet de parfaire la séparation entre l'ester et la glycérine. La sortie « glycérine » du séparateur 10D02 est relié en entrée du coalesceur, la fraction légère (ester) en sortie du coalesceur est réinjectée dans le compartiment de surverse du séparateur. La fraction lourde (glycérine) est, quant à elle, stockée dans le réservoir 10F08 A/B.

Le filtre est constitué d'une enveloppe cylindrique en acier muni d'un traçage électrique et d'un filtre, appelé matelas dévésiculeur, constitué d'un treillis métallique (cf. photos ci-après au chapitre V.)

III.6 Grand arrêt de l'atelier

À une fréquence allant d'un an à 18 mois, un grand arrêt des ateliers est programmé pour réaliser simultanément les gros travaux d'entretien (contrôles, réparations, nettoyages...).

III.6.1 Préparation amont

La préparation d'un arrêt débute plusieurs mois avant celui-ci. L'ensemble des travaux à réaliser sont recensés au sein des différents services de la société et concaténés numériquement dans un document unique permettant à l'ensemble des services de suivre leur avancement.

Ils sont repris dans les documents de consultation des entreprises afin de contractualiser les prestations auprès de plusieurs entreprises en fonction de la nature des travaux à réaliser (nettoyage, réparation de fuites, contrôles).

Il existe un manuel d'opération des unités 10, 11, 12 et 14 (révision 8 de mars 2015), établi au moment du déménagement de l'unité, et qui est décliné spécifiquement lors de l'arrêt.

En amont des travaux, c'est le service production qui réalise les actions définies dans la procédure d'arrêt de l'installation pour mettre à disposition les installations au bénéfice des intervenants (maintenance interne et entreprises sous-traitantes).

L'arrêt de l'atelier d'estérification était programmé du 6 au 21 avril 2024.

III.6.2 Intervenants, organisation et traçabilité

Le rôle de SAIPOL, défini dans les cahiers des charges des prestations contractualisées avec les entreprises sous-traitantes comprend les fonctions suivantes (pour autant la responsabilité des entreprises dans ces domaines demeure) :

- assurer le respect des procédures et consignes de sécurité, hygiène et environnement ;
- assurer la coordination des travaux ;
- contrôler l'état d'avancement, valider les points d'arrêt ;
- vérifier la bonne exécution des travaux dans les règles de l'art ;

- servir d'intermédiaire entre les responsables des entreprises et les autres services SAIPOL (inspection, exploitation).

Un plan de prévention est établi et les sous-traitants de leur côté rédigent leurs propres modes opératoires et analyses de risques pour les différents travaux à réaliser.

Des permis de feu sont réalisés en cas de besoin. Une réunion de chantier pilotée par l'exploitant se tient chaque fin d'après-midi pour faire un bilan et présenter les travaux du lendemain. Des courriels sont envoyés en parallèle par l'exploitant pour informer l'ensemble des acteurs concernés de certains événements particuliers à connaître ou anticiper (coupures de réseaux, tirs radiologiques de contrôles non destructifs, retards, blocages...).

IV. Déroulement de l'évènement

IV.1 Situation de l'atelier au moment de l'évènement

Le jour de l'incendie, le mercredi 10 avril 2024, l'atelier d'estérification était à l'arrêt pour maintenance lourde depuis le début de la semaine. Les opérations de mise à disposition de l'atelier avaient été réalisées par l'équipe de la production pendant le week-end précédent.

En début de journée, le réseau de sprinklage est désactivé, comme la veille, compte tenu de l'opération de nettoyage de l'échangeur 10E02.1. Il est prévu de le réactiver à la fin des travaux de la journée.

Plusieurs chantiers sont en cours, impliquant différents sous-traitants, en divers endroits de l'atelier, sur des activités de contrôle, nettoyage et réparation de fuites. Des travaux par points chauds sont prévus en divers endroits de l'atelier. Ces chantiers ainsi que ceux à proximité du cœur de l'évènement sont représentés sur les deux figures ci-dessous.

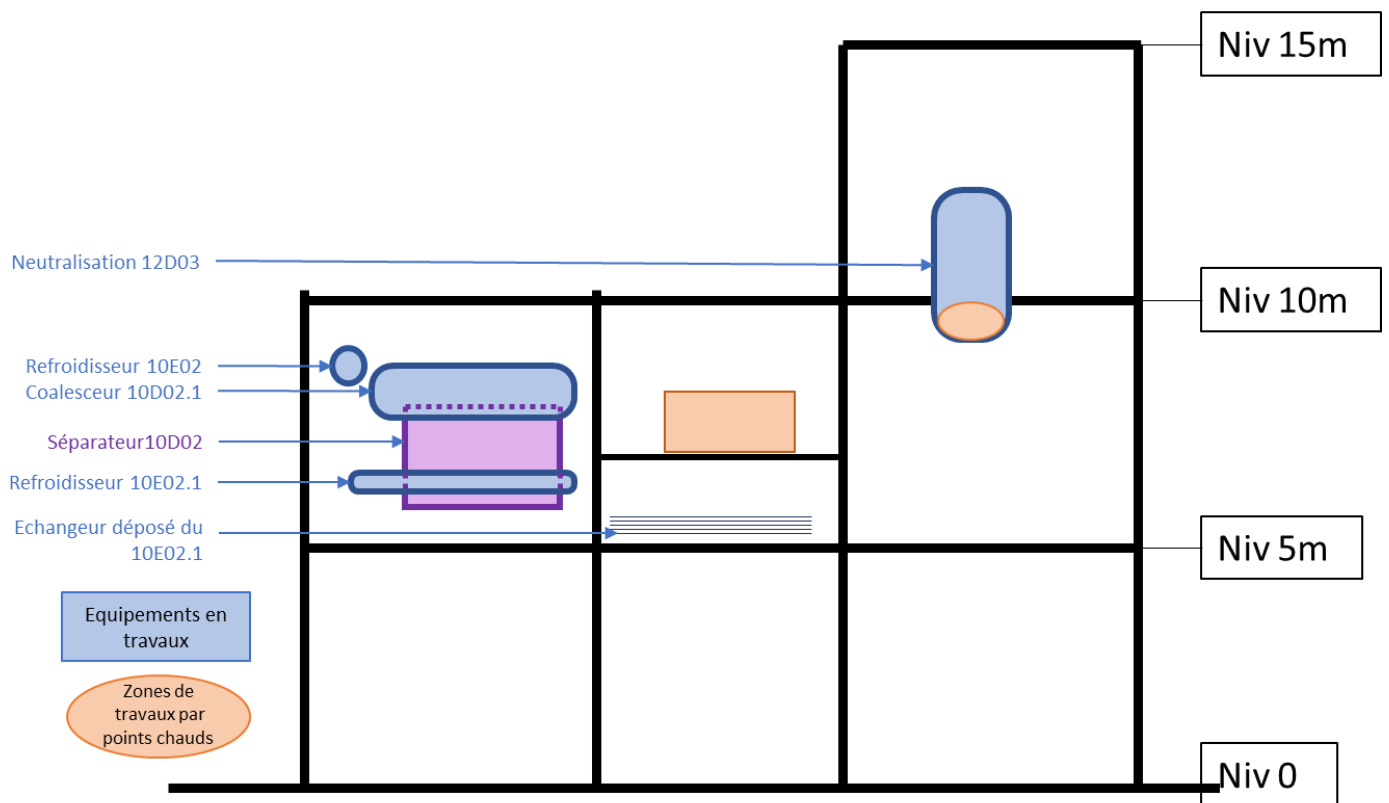


Figure 4 - : Vue latérale de l'implantation des chantiers le 10 avril

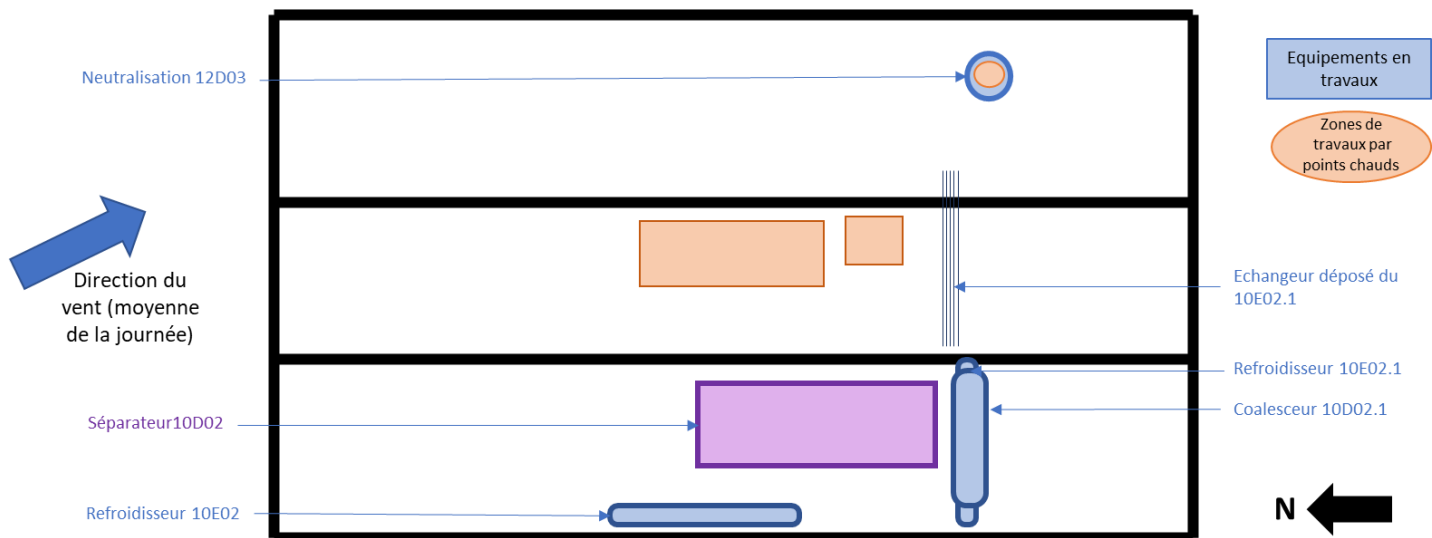


Figure 5 - Vue de dessus de l'implantation des chantiers le 10 avril – niveau 5m

L'ensemble des sous-traitants quittent le chantier à l'issue de leur journée de travail. Les derniers opérateurs quittent l'atelier vers 16h00. Certains chantiers de maintenance ont vocation à se poursuivre les jours suivants et du matériel est laissé démonté : capacités ouvertes (notamment le coalesceur), calorifugeages démontés, bâches, poste à souder.

L'atelier est sous tension, certains traçages électriques⁴ et l'ensemble des capteurs instrumentant l'installation sont fonctionnels.

Vers 16h45, un opérateur du site réalise une ronde de contrôle deux heures après la fin d'un chantier avec permis de feu (travaux sur la cuve de neutralisation 12D03) et se trouve au deuxième étage de la structure (niveau +10m) au moment où l'incendie prend naissance.

Deux membres du personnel sont alors en route vers l'atelier pour réenclencher le système de sprinklage après la réunion de bilan des chantiers du jour et entendent un bruit en provenance de l'atelier. Ils observent des flammes qu'ils situent au niveau 5m, plutôt vers le centre Sud de l'atelier. Le POI est déclenché.

Le feu prend rapidement de l'ampleur. L'opérateur qui se trouvait au niveau +10m parvient à s'extraire du brasier en utilisant l'échelle à crinoline située à l'angle Sud-Ouest de l'atelier. Il se dirige vers le poste de garde où il est pris en charge par les services de secours publics qui arrivent alors sur le site.

L'alimentation en eau du site n'est pas fonctionnelle au niveau de l'atelier et les sapeurs-pompiers doivent commencer à intervenir avec des moyens en eau extérieurs au site. L'alimentation du système d'extinction incendie est rétablie vers 18h20, permettant d'atteindre vers 19h40 la maîtrise de l'incendie jusque-là contenu par les services de secours.

Le POI est levé à 20h15 et une surveillance est assurée pendant la nuit pour traiter les reliquats de points chauds sur l'installation.

IV.2 L'intervention des secours publics

Les services d'incendie et de secours sont alertés à 16h48. Les premiers intervenants arrivent sur le site à 17h10. Le centre opérationnel départemental (COD) de la préfecture de l'Hérault est activé à 17h20 afin de superviser les opérations de secours. Il sera désactivé à 20h00.

À leur arrivée sur site, les services de secours prennent en charge la victime et sont rapidement informés que l'alimentation en eau des systèmes d'extinction à proximité de l'atelier d'estérification ne sont pas opérationnels. Par ailleurs, dans un premier temps, les quantités et qualités des produits présents dans l'atelier et susceptibles d'être soumises aux effets thermiques ne sont pas connues avec précision et ne peuvent être communiquées aux services de secours. En parallèle, la communication avec la cellule dirigée par l'exploitant, localisée sur une autre partie du site, s'avère difficile. Néanmoins, les services de secours qui se rendent régulièrement sur le site pour des exercices, le connaissent, ce qui facilite l'intervention. Un important dispositif de secours est déployé. Un bateau-pompe mis à disposition par le port de Sète permettra l'alimentation en eau des services de secours jusqu'à la réalimentation en eau de l'atelier.

⁴ Système de maintien en température d'une tuyauterie, d'un réservoir ou d'un équipement industriel. Un câble chauffant électrique est installé le long de la tuyauterie ou de la capacité, sous l'isolant thermique. Il compense les pertes de chaleur vers l'environnement extérieur pour maintenir le fluide à une température cible, dans le cas présent afin de préserver la fluidité des produits circulants.

À 18h20, un membre du personnel du site est équipé et escorté par les services de secours pour accéder à un bâtiment situé à proximité de l'atelier d'estérification, sous le vent par rapport à l'incendie. Cette opération permet de réenclencher l'arrivée d'eau sur l'atelier.

Le feu est maîtrisé à 19h48. La présence de points chauds persistants sous calorifuge nécessitera l'intervention continue des sapeurs-pompiers qui éteindront définitivement le feu à 1h00 du matin. Les sapeurs-pompiers resteront sur le site jusqu'à 10h le samedi 11 avril afin de surveiller la zone sinistrée. Le dispositif des secours publics sera levé à cette même heure.



Figure 6 – Orientation des fumées pendant l'évènement

V. Compte-rendu des investigations menées

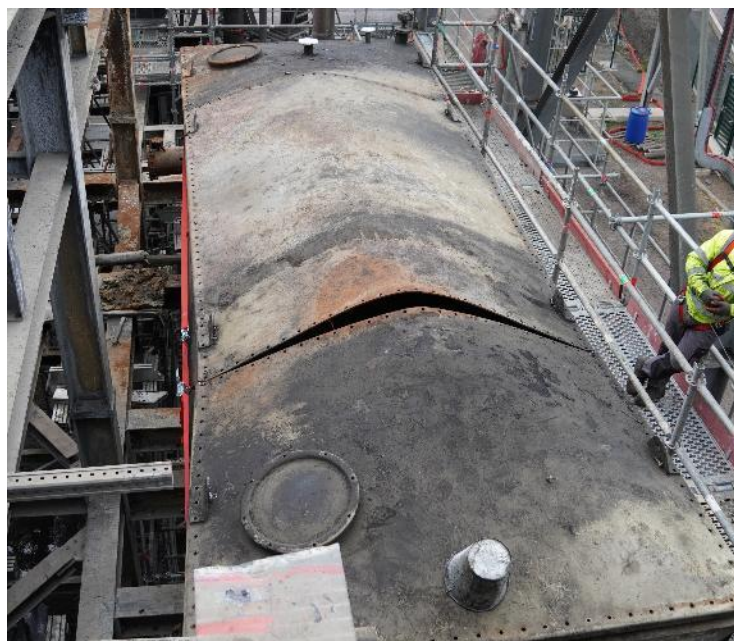
V.1 Reconnaissance de terrain

Les enquêteurs du BEA-RI se sont rendus sur site les 23 avril, 26 juin, 17 juillet, 28 et 29 octobre 2024 et le 2 avril 2025. L'interdiction, pour raison de sécurité, d'accéder à certaines zones non sécurisées a complexifié les investigations, mais les constats suivants ont pu être réalisés. Les photographies prises lors des opérations de démantèlement portent la mention « avril 2025 »



Photographie 3

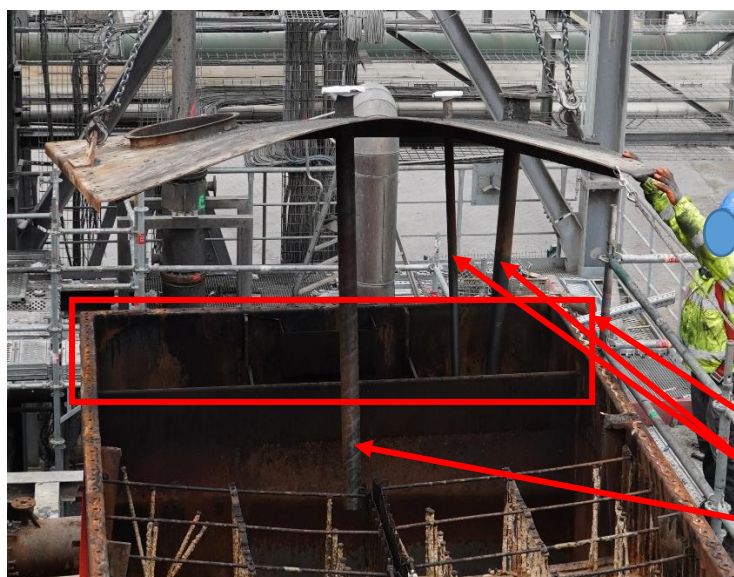
Le séparateur 10D02, dont le toit est normalement plat, présente une déformation avec rupture des boulons à la jonction de deux plaques. Cette déformation témoigne d'un phénomène de surpression s'étant déroulé dans le séparateur.



Photographie 4 (avril 2025)

Vue du toit du séparateur 10D02 au cours des opérations de démantèlement de l'installation (étage supérieur, capteurs et tuyauteries de raccordement retirées).

La déformation et l'ouverture du toit du séparateur sont bien visibles.

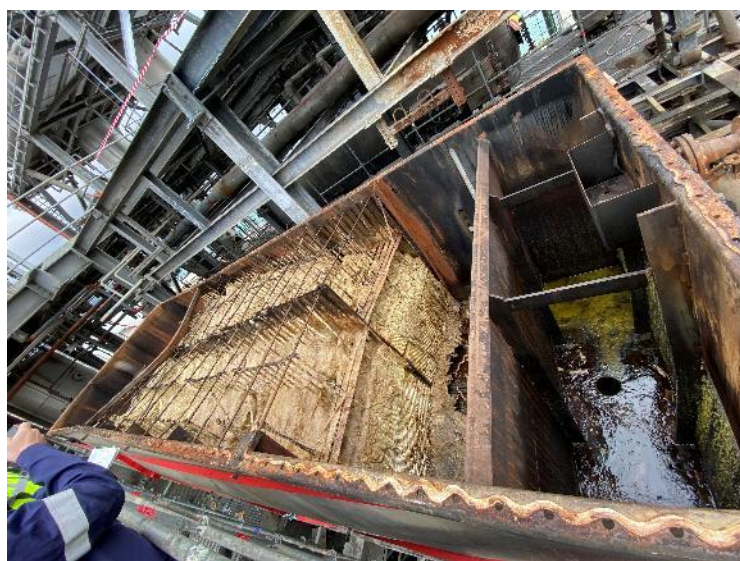


Photographie 5 (avril 2025)

Retrait de la dernière plaque de toit du séparateur. Les tubes plongeurs sont visibles : 2 tubes de mesure de niveau (un dans le corps et un dans le compartiment surverse) et un tube pour le retour d'ester en provenance du coalesceur (dans le compartiment surverse) – voir Figure 2

Compartiment surverse

Tubes plongeurs



Photographie 6 (avril 2025)

Vue de l'intérieur du séparateur (à droite le compartiment surverse). Le média filtrant (voir Figure 2) est en place, avec des déformations dues à l'explosion survenue à l'intérieur du séparateur.



Photographie 7

En façade du séparateur 10D02, trois hublots permettent de vérifier les niveaux des différentes phases du séparateur.

Le hublot du bas est cassé, les deux supérieurs sont fendus.

La rupture du hublot inférieur peut expliquer l'alimentation du feu pendant l'incendie.

La dépose du calorifugeage a permis de constater une déformation de la paroi sur laquelle les hublots sont fixés. La rupture et la fissuration des hublots peuvent être imputés à un phénomène de surpression dans le séparateur.



Photographie 8

Le refroidisseur 10E02 est déconnecté de la canalisation le reliant au séparateur sans mise en place d'une obturation de la canalisation.

 Coalesceur 10D02.1 Avant nettoyage Photo du 09 et 10/04 matin	<i>Photographie 9 – source SAIPOL</i> Le dôme (fond) du coalesceur 10D02.1 a été ouvert le mardi 9 avril. Les ouvriers n'avaient alors pas pu extraire le matelas dévésiculeur, coincé dans cette capacité. Des photos du matelas en position dans le coalesceur ont été prises par le personnel de SAIPOL le mardi 9 avril au soir et le mercredi 10 au matin. On observe un écoulement de résidu huileux.
	<i>Photographie 10</i> Après l'incendie, le matelas a été retrouvé hors de son logement. Cette expulsion du matelas dévésiculeur pourrait s'expliquer par un phénomène de surpression dans le coalesceur. <i>Photographie 11</i> Une trace qui peut correspondre à un phénomène de combustion sur le matelas dévésiculeur est visible sur la face qui était orientée vers l'intérieur du coalesceur.



Photographie 12

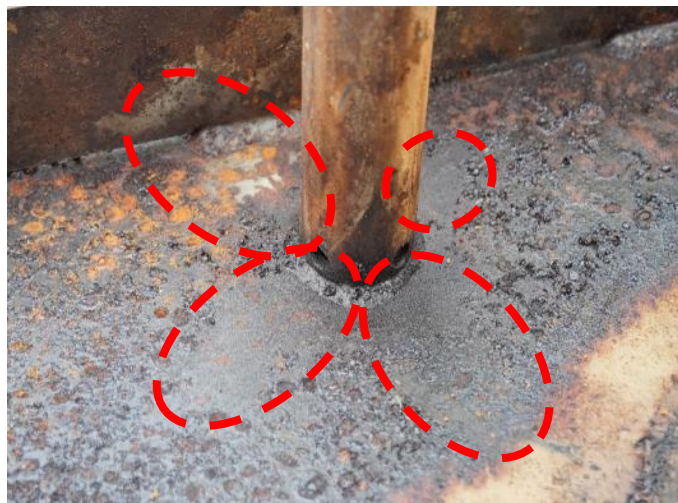
Le coalesceur 10D02 est équipé d'un système de traçage, fonctionnel le jour de l'accident, permettant de chauffer la capacité afin de fluidifier son contenu lorsque l'installation est en fonctionnement. Les lignes de traçage apparaissent ici partiellement sous les parties de calorifugeage ouvertes.

Ligne de traçage



Photographie 13 (avril 2025)

Au cours du démantèlement de l'installation, le coalesceur a été déposé et décalorifugé. Les lignes de traçage sont visibles le long de l'équipement.



Photographie 14 (avril 2025)

Vue de la zone de raccordement du tube de retour d'ester au compartiment de surverse du séparateur. Sur cette image, le couvercle est retourné (vue du dessous du couvercle).

On distingue, à la base du tube, les ouvertures du dispositif anti-siphonnage. Autour de ces ouvertures, la surface métallique présente des plages localement lisses, dépourvues des concrétions carbonisées qui recouvrent le reste du toit. Ces zones nettes, contrastant avec les dépôts environnants, témoignent d'un flux thermique localisé : la chaleur dégagée au droit des ouvertures a empêché l'accumulation ou provoqué la combustion des dépôts, laissant apparaître le métal sous-jacent. Ce phénomène est caractéristique d'une diffusion thermique par les gaz chauds ou les flammes s'échappant par ces orifices lors de l'événement.

En parallèle des expertises réalisées sur site, les enquêteurs ont sollicité l'appui de l'INERIS pour procéder à des essais sur des échantillons représentatifs du produit contenu dans le séparateur au moment de l'évènement, sur certains matériaux représentatifs de ceux présents sur le site, ainsi que sur certains capteurs.

V.2 Analyse des documents transmis et entretiens

L'analyse des documents transmis et les entretiens réalisés ont permis aux enquêteurs du BEA-RI d'identifier les éléments suivants.

V.2.1 Contexte relatif à l'activité du site

La fermeture du site SAIPOL de Sète a été envisagée pendant plusieurs années. Puis, le maintien de l'activité a finalement été décidé en 2021 et suivi par une augmentation rapide du volume d'activité et des recrutements massifs.

Les recrutements se sont inscrits dans une démarche d'évolution visant à amener les différentes unités à fonctionner sur des standards organisationnels renforcés en cohérence avec le classement Seveso du site.

Les personnels présents de plus longue date sur le site n'ont pas fait preuve de réticences vis-à-vis de cette démarche mais ont paradoxalement constaté un surcroît d'activité à leur niveau. En effet, compte tenu de leur expérience et donc de leur positionnement en tant que « sachants », ils se sont retrouvés sollicités dans de nombreux processus :

- Dans le cadre du compagnonnage et de la formation des nouveaux arrivants ;
- Dans le cadre du fonctionnement du site dans un contexte de relance d'activité faisant suite à une baisse d'activité ;
- Pour les travaux de maintenance qui nécessitent une technicité et une connaissance de l'installation accrue ;
- Dans le cadre de la validation technique de l'ensemble des différentes analyses de risque mises en place.

V.2.2 Préparation du grand arrêt

La préparation d'un grand arrêt débute plusieurs mois avant ledit arrêt. Dans le cas présent, cet arrêt était programmé 18 mois après le précédent et comportait plus d'actions à réaliser que ce dernier. Une part importante des acteurs impliqués dans la préparation de cet arrêt n'en avaient encore vécu aucun sur ce site et s'appuyaient sur les connaissances des personnels en place, sans les remettre en question.

L'opération de nettoyage du coalesceur n'avait encore jamais été réalisée. Elle avait été jugée nécessaire suite au constat d'un colmatage important qui avait nécessité de le by-passer en partie depuis plusieurs mois.

La procédure de mise à disposition de l'installation a quant à elle été laissée à la main du service production, y compris pour ce qui concerne l'appréciation des risques associés.

Sur le plan documentaire, le manuel de fonctionnement du séparateur précisait qu'en situation de maintenance ou d'arrêt, une ventilation adaptée devait être mise en place pour éviter la formation d'une atmosphère explosive. Cette ventilation n'a pas été mise en place.

Le manuel d'opération des unités 10, 11, 12 et 14 (document établi au moment du déménagement de l'unité en 2015) contenait une section relative aux arrêts avec deux sous-sections courte et longue durée, sans donner de critère pour différencier les arrêts « courte et longue durée ». Néanmoins, la sous-section "longue durée" débutait par la mention suivante *"Dans le cas où les unités 10, 11, 12, 14 doivent être nettoyées, la totalité de l'installation doit être arrêtée et les périphériques / tuyaux vidés et nettoyés."* et est suivie par un ensemble d'actions à réaliser pour arrêter et vidanger l'ensemble de l'installation. Cette

procédure n'est néanmoins pas exhaustive. Elle ne traite en particulier pas du traçage électrique du coalesceur ou de la manière de gérer l'ensemble des produits à extraire des capacités.

En parallèle, un document intitulé "arrêt atelier estérification" a été transmis aux enquêteurs. Il est basé sur un extrait du manuel d'opération et retient une partie des opérations prévues dans la section arrêt longue durée. Il constitue la déclinaison du manuel d'opération des unités pour cet arrêt.

Pour la mise à disposition de l'installation, la vidange complète était considérée comme plus dangereuse que le fait de laisser du produit dans les capacités, pour des raisons de mise en œuvre (modalités de vidange et de stockage des produits inflammables). Le mode opératoire de mise à disposition, déjà utilisé sur de précédents arrêts a donc été reconduit, sans spécifier de disposition particulière compte tenu du fait que certains travaux n'avaient encore jamais été réalisés. De manière factuelle, les travaux de mise à disposition se sont déroulés le week-end précédant l'arrêt et cette durée n'aurait pas permis aux opérateurs de réaliser la vidange complète des installations.

Les phases « glycérine » et l'interphase ont été soutirées du séparateur (cf. Figure 3). La phase « Ester + méthanol » est, elle, laissée dans le séparateur, sans inertage à l'azote ni ventilation. Une proportion de 3 à 5 % de méthanol est estimée dans cet intermédiaire de réaction.

Les enquêteurs ont eu accès au corpus documentaire développé pour les travaux devant être réalisés par des entreprises sous-traitantes. Ces documents appellent les remarques suivantes.

Document	Commentaire
CCTP Nettoyage - SAIPOL (31p)	Le cahier des charges technique, établi par SAIPOL présente les travaux à réaliser, l'organisation et la répartition des actions entre SAIPOL et l'entreprise extérieure. On note que : - Les éléments fournis ne permettent pas de savoir que certaines capacités de l'atelier ne seront pas vidées pendant les travaux ; - La directive ATEX 2014/34/EU est mentionnée ; - Les consignations sont à la charge de SAIPOL ; - Les obturateurs ou tampon plein pour la fermeture des lignes et piquage lors de l'ouverture de l'appareil sont à la charge de l'entreprise extérieure ; - La prestation "obturation des piquages et tuyauteries" est identifiée dans la liste des prestations mais est la seule à n'être attribuée ni à SAIPOL ni à l'entreprise extérieure.

Analyse préliminaire des risques pour l'opération sur l'échangeur 10E02 (38p) Document établi par l'entreprise extérieure retenue sur la prestation de nettoyage	Le document fourni ne porte pas de visa pour sa rédaction, sa validation et son approbation. On note que : - Aucune action d'obturation de piquage et tuyauterie n'est mentionnée ; - La connexion de l'équipement avec le séparateur 10 D 02 n'est pas évoquée, et l'état "non vide" de ce dernier non plus ; - Le risque ATEX n'est pas évoqué, le détecteur 4 gaz n'est pas requis pour les EPI des intervenants, aucun permis feu n'est prévu.
Analyse préliminaire des risques pour l'opération sur le coalesceur 10D02.1 (14p) Document établi par l'entreprise extérieure retenue sur la prestation de nettoyage	Le document fourni ne porte pas de visa pour sa rédaction, sa validation et son approbation. On note que : - Aucune action d'obturation de piquage et tuyauterie n'est mentionnée ; - La connexion de l'équipement avec le séparateur 10 D 02 n'est pas évoquée, et l'état "non vide" de ce dernier non plus ; - Le risque ATEX n'est pas évoqué, le détecteur 4 gaz n'est pas requis pour les EPI des intervenants, pas de permis feu mentionné.
Mode opératoire de sécurité pour l'ouverture / fermeture d'appareil pour la dépose / repose des boîtes, fond et accessoires d'échangeurs (2p) Document établi par l'entreprise extérieure retenue sur la prestation de nettoyage	Le document fourni ne porte pas de visa pour sa rédaction, sa validation et son approbation. On note que : - Aucune action d'obturation de piquage et tuyauterie n'est mentionnée ; - Document générique ne faisant pas de lien avec les travaux sur le site de SAIPOL ; - Le risque ATEX n'est pas évoqué, le détecteur 4 gaz n'est pas requis pour les EPI des intervenants, pas de permis feu prévu.
Mode opératoire Montage et démontage internes appareil – dépose d'anneaux ou matelas (6p) Document établi par l'entreprise extérieure retenue sur la prestation de nettoyage	Le document fourni ne porte pas de visa pour sa rédaction, sa validation et son approbation. On note que : - Le document est générique et porte également la mention d'analyse préliminaire des risques ; - Il n'est pas précisé à qui est destiné ce document et qui doit le mettre en œuvre ; - Le lien avec les travaux sur le coalesceur n'est pas totalement établi car le repérage du lieu d'intervention est une référence qui ne correspond pas à l'atelier d'estérification et le document cible des travaux dans des locaux confinés ;

- Dans les locaux confinés, il est prévu un contrôle de l'exécution du platinage ou isolement conformément au plan, mais aucun plan n'est référencé dans le document. Cette action est positionnée comme relevant à la fois de SAIPOL et de l'entreprise extérieure. La mise en œuvre des platinages et isolement n'est par contre pas évoquée.

V.2.3 Déroulement de l'arrêt

L'arrêt de l'atelier a débuté le 8 avril, après réception de la mise à disposition. L'accident s'est produit le 10 avril en fin d'après-midi.

L'unité était à l'arrêt, mais une partie de l'instrumentation était toujours active. Le traçage de la canalisation reliant le séparateur et le coalesceur ainsi que le corps du coalesceur est notamment resté en fonctionnement, la température de consigne étant de 45°C.

Les enregistrements montrent une montée en température le 9 avril jusqu'à la température de consigne suivie d'une baisse de la température. Le 10 avril, la température de consigne est atteinte vers midi mais n'est pas suivie d'une baisse comme la veille. La température continue de monter jusqu'à la perte du signal au moment de l'accident alors qu'elle atteint environ 50°C.

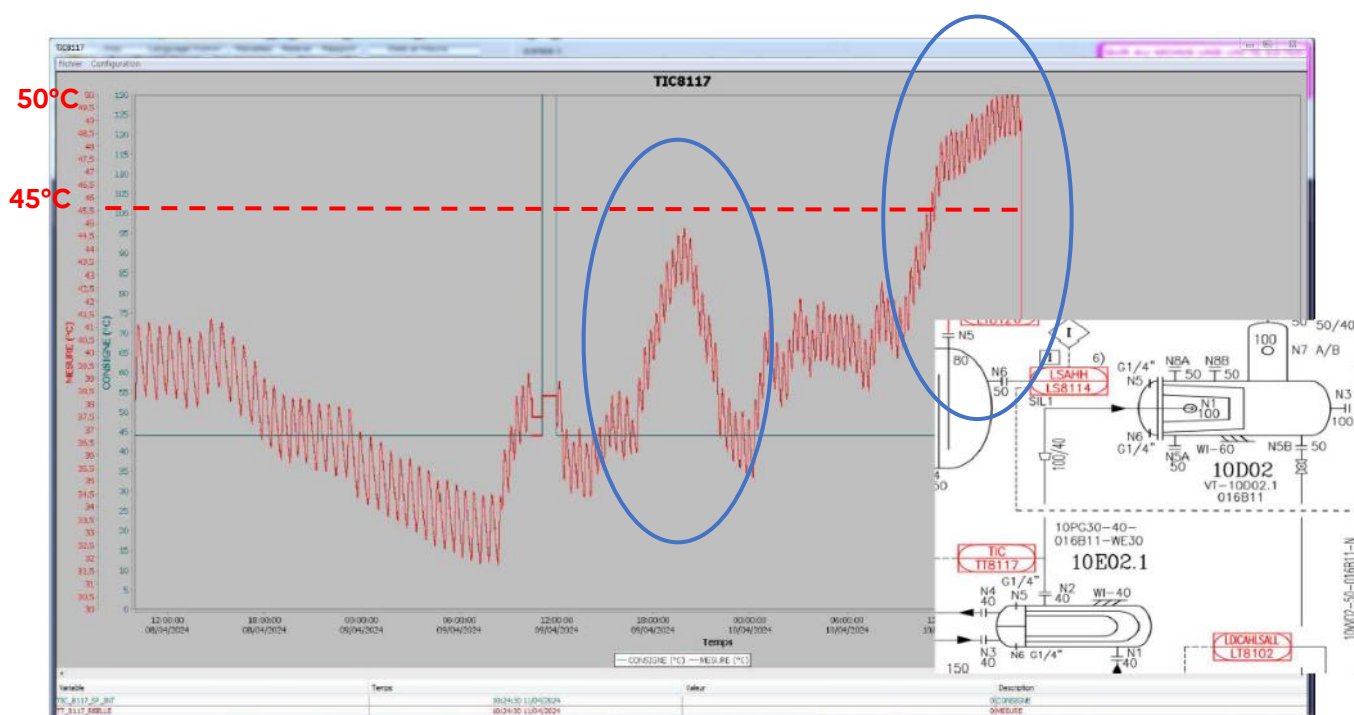


Figure 7 : Montées en température observées sur la canalisation

Le coalesceur est directement relié au séparateur, sans obturation de la canalisation de liaison. La connexion des ciels gazeux se fait par le dispositif anti-siphonnage.

Plusieurs mises à l'air du ciel gazeux du séparateur ont été réalisées du fait de la dépose ou de l'ouverture de capacités reliées réalisées le 9 et 10 avril. Elles sont reprises sur la Figure 8.

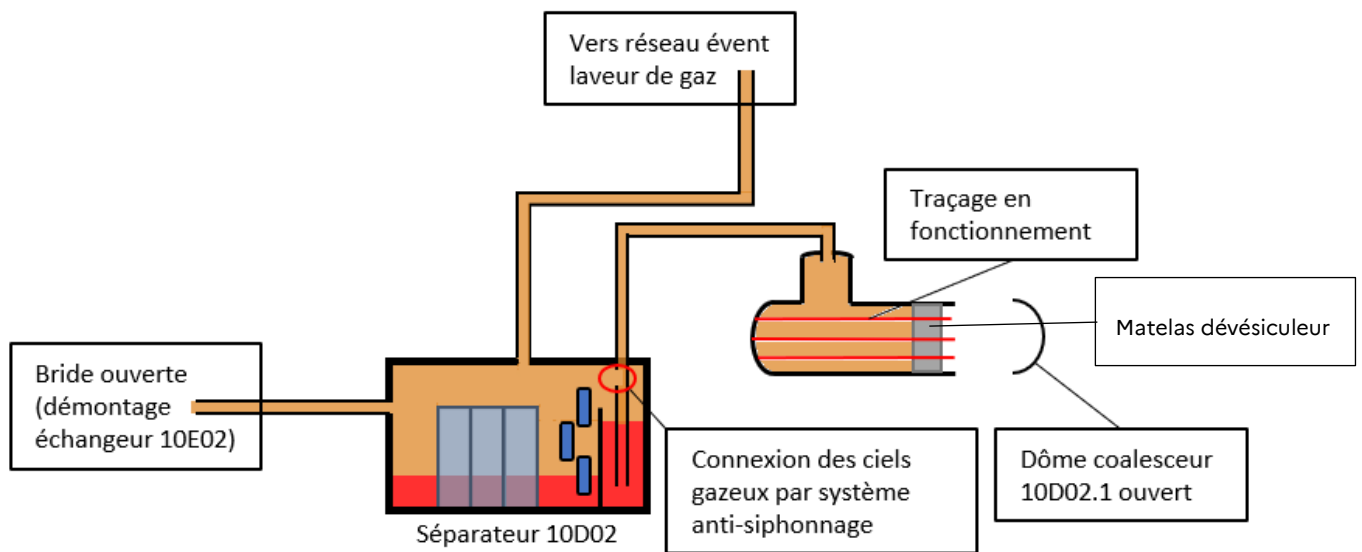


Figure 8 - Mises à l'air libre et communication des ciels gazeux

Pendant la période de l'arrêt, des réunions de chantier se tenaient le matin et c'est à ce moment-là que les permis de feu étaient signés. Les réunions de coordination journalières se tenaient en fin de chantier entre 16h30 et 17h00 pour faire le point sur les travaux menés dans la journée et ceux prévus le lendemain.

Les 9 et 10 avril, le sprinklage avait été neutralisé afin de ne pas entraver les travaux sur le refroidisseur 10E02.1, une tête de sprinklage risquant d'être percutée lors de la sortie de l'élément échangeur. Le protocole prévoyait une remise en fonctionnement du sprinklage à l'issue de chaque journée de travaux, après les réunions d'avancement.

Le 9 avril, ce protocole a été respecté et le sprinklage a été remis en fonctionnement en fin de journée. Le 10 avril, l'événement est survenu avant que cette remise en fonctionnement n'ait pu être effectuée, le sprinklage se trouvant donc encore neutralisé au moment des faits.

En parallèle, le 10 avril, les poteaux incendie n'étaient pas fonctionnels dans la zone de l'événement, compte tenu de travaux programmés sur le réseau électrique.

L'indisponibilité de chacun des deux moyens de secours incendie (réseau de sprinklage et poteaux incendie) avait été identifiée mais constituait deux informations distinctes diffusées de manière différente, ce qui ne faisait pas ressortir la problématique de la simultanéité des deux indisponibilités. Aucune mesure compensatoire n'avait été mise en œuvre, et le service d'incendie et de secours public n'avait pas été alerté de cette situation.

V.2.4 Données fournies par l'instrumentation

L'instrumentation de l'atelier étant restée en fonctionnement, il a été possible de retracer les quelques évènements suivants :

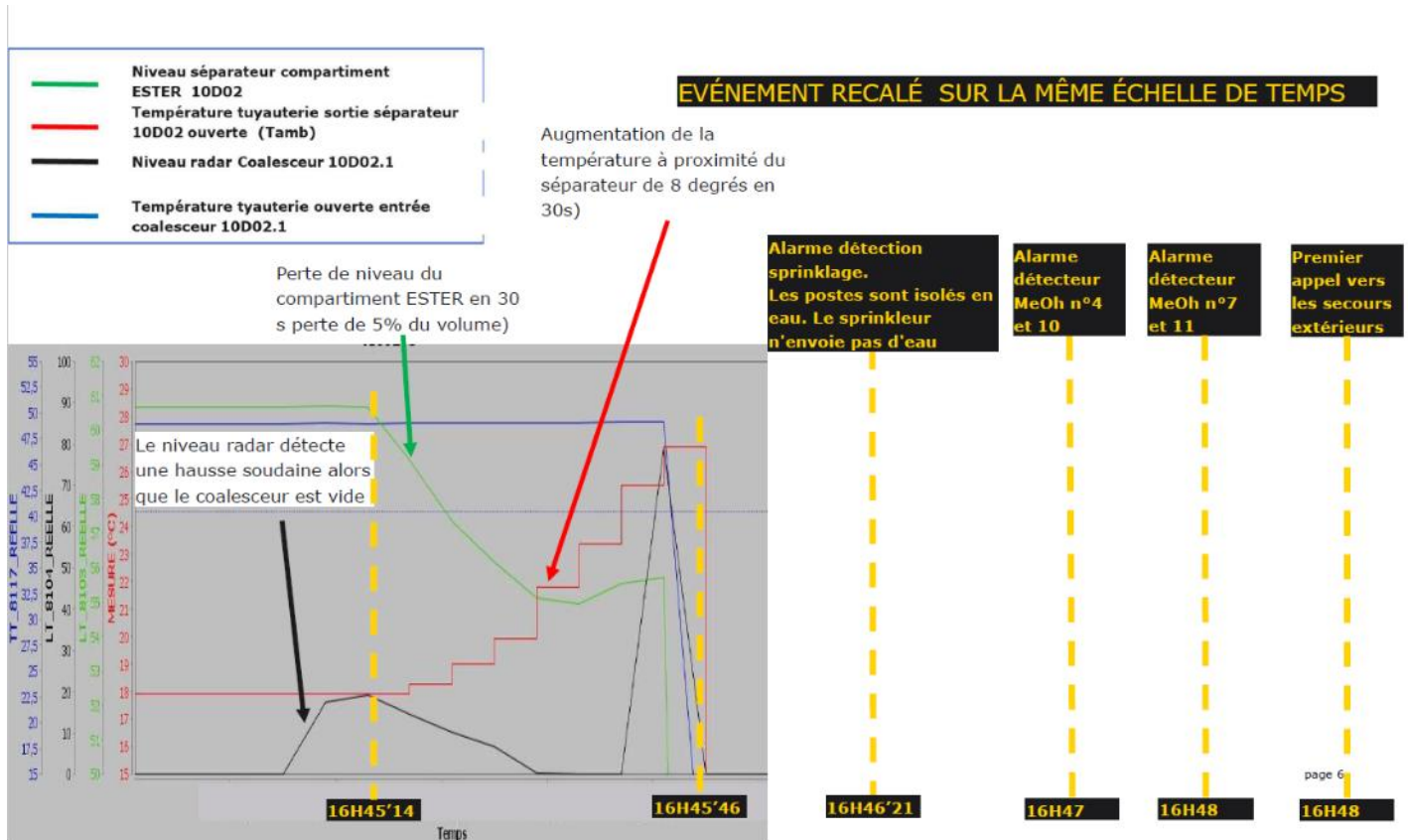


Figure 9 - Suivi des enregistrements au moment du déclenchement de l'évènement (source SAIPOL)

On observe un premier évènement (hausse soudaine de niveau) au niveau du coalesceur 10D02.1, sans qu'il soit possible de déterminer sa nature.

Ce premier évènement est immédiatement suivi par une perte de volume de produit dans le séparateur 10D02 couplé à une élévation rapide (8°C en 30 secondes) de température dans son voisinage.

Les témoins ont déclaré avoir observé des flammes dans une localisation correspondant à l'emplacement du séparateur 10D02.

Ce jour-là, la météo était la suivante : à midi, la température avait atteint 15°C et au fil de la journée, elle a continué à monter pour atteindre environ 18°C au moment de l'évènement. Le vent de son côté a forci, atteignant 25km/h en moyenne au moment de l'accident avec des rafales à plus de 60km/h venant du Nord-Nord-Ouest. Ces données sont retracées sur les figures 10 et 11 ci-dessous.

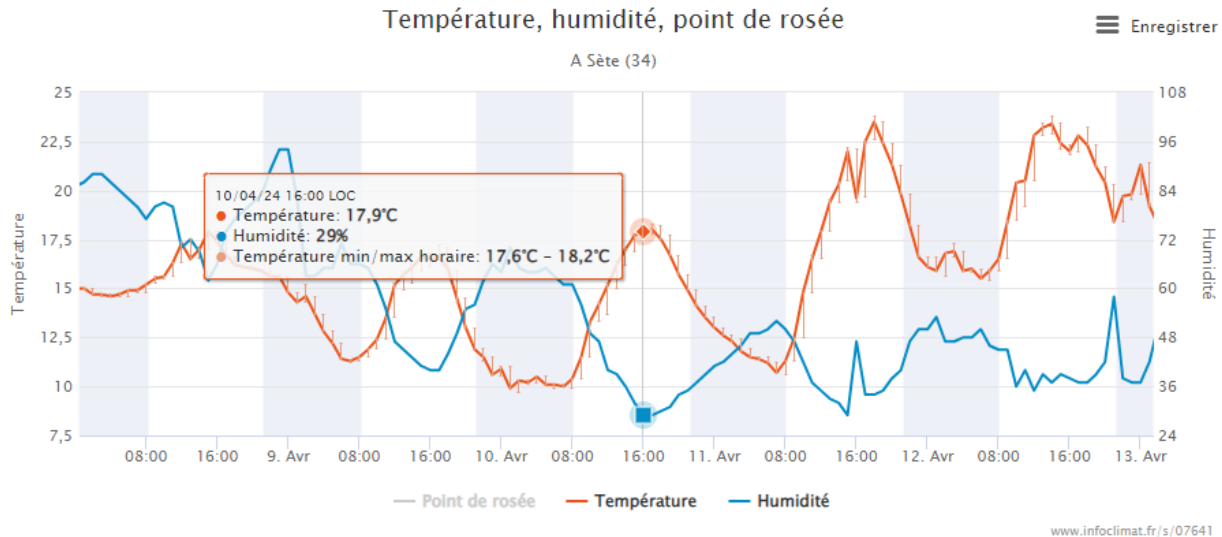


Figure 10 - Température, humidité à Sète du 9 au 12 avril 2024 (source www.infoclimat.fr)

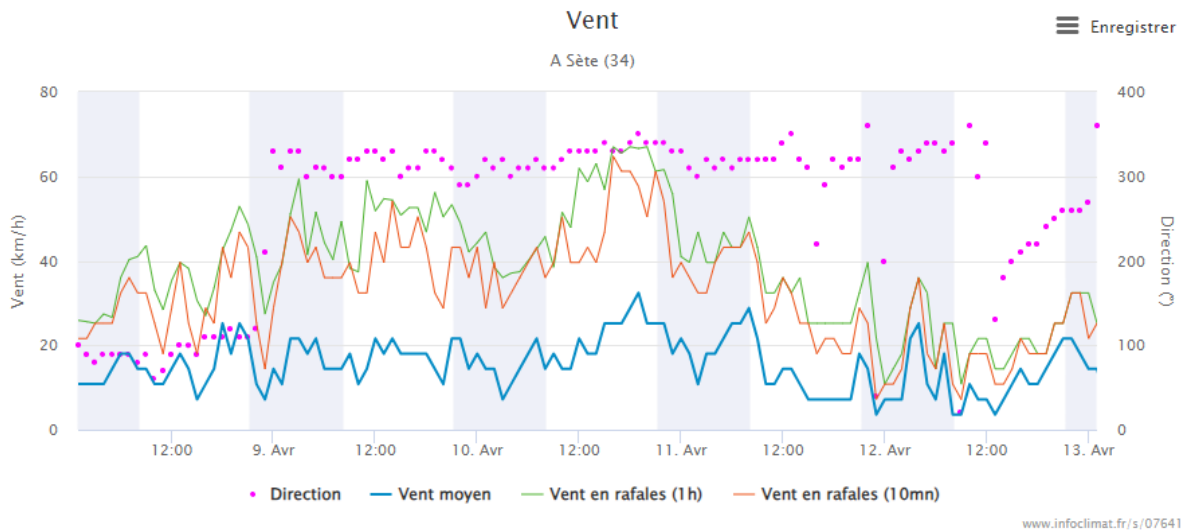


Figure 11 - Vent à Sète du 9 au 12 avril 2024 (source www.infoclimat.fr)

V.3 Investigations complémentaires

Le BEA-RI a sollicité l'appui de l'INERIS au travers des questionnements suivants :

- Concernant le mélange ester / méthanol, déterminer, en se basant sur des expérimentations menées sur 3 concentrations permettant d'encadrer l'intervalle d'incertitude de la composition du mélange :
 - les points d'éclair ;
 - les points inférieurs d'explosion ;
 - les limites inférieures d'explosivité ;
 - les pressions de vapeur saturante ;

- l'énergie minimale d'activation en fonction du mode d'activation.
- Concernant les capteurs :
 - sur la base des documents transmis, examiner la sécurité intrinsèque des matériels et de leur installation au regard de leurs conditions d'utilisation ;
 - sur la base des matériels transmis, rechercher d'éventuels défauts ou conditions d'utilisations susceptibles d'enflammer une ATEX telle que définie ci-dessous.
- Concernant la possibilité d'auto échauffement : déterminer la capacité à l'auto-échauffement du produit contenu dans le filtre coalesceur.

Compte tenu des circonstances de l'évènement, le mélange (ester + méthanol) a été recréé en laboratoire à partir de produits fournis par l'exploitant. Les conditions de mélange sont considérées à la température de 20°C et ce, pour trois mélanges : 2%, 4% et 6% volumique de méthanol. L'exploitant estime que le mélange dans le séparateur présentait une concentration en méthanol de 3 à 5 %. Sa sensibilité à l'auto-échauffement au sein du média filtrant a été testée et caractérisée.

Le rapport de l'INERIS reprenant la description des essais réalisés et les résultats obtenus figure en **annexe 1** du présent rapport.

Concernant la caractérisation du mélange, les essais incluent la détermination du point d'éclair (PE)⁵, du point inférieur d'explosion (PIE)⁶, de la limite inférieure d'explosivité (LIE)⁷, et de la pression de vapeur saturante (PVS)⁸.

Ces essais intègrent une caractéristique non systématiquement mesurée, le PIE. L'intérêt de déterminer le PIE réside dans le fait que les conditions d'essais représentent mieux le cas d'un stockage ou d'une capacité où des vapeurs peuvent s'accumuler contrairement au point d'éclair. Par ailleurs, l'INERIS indique que les mesures de point d'éclair dépendent de la norme utilisée, de la méthode, de l'opérateur et les volumes de substance sont plus faibles. Ces facteurs jouent sur la fiabilité des mesures en comparaison à celle du PIE.

⁵ Température minimale de la prise d'essai, ramenée à la pression barométrique de 101,3 kPa, à laquelle la mise en contact d'une source d'allumage provoque l'inflammation momentanée de la vapeur de cette prise d'essai et la propagation du feu sur toute la surface du liquide, dans les conditions d'essai spécifiées.

⁶ Température d'un liquide inflammable à laquelle la concentration de vapeur saturée en mélange dans l'air est égale à la limite inférieure d'explosivité.

⁷ Plus faible concentration de gaz ou de vapeur à laquelle la substance peut prendre feu ou exploser en présence d'une étincelle ou d'une flamme.

⁸ Pression qui s'établit au-dessus d'un liquide dans le vide à une température donnée.

Les principales conclusions issues du rapport de l'INERIS sont les suivantes :

- Le méthanol a un impact important sur la température de point d'éclair du mélange. En augmentant la concentration en méthanol de 2% à 6 % en volume, la température de point d'éclair diminue de 27°C à 14°C ;
- Les mesures de PIE sont inférieures aux mesures de points d'éclair pour les 3 mélanges. Dans des conditions de stockage comparables à celles du jour de l'événement, nous pouvons considérer que ce type de mélange présente des risques d'inflammation à partir de 10,0°C si la concentration en méthanol ne dépasse pas 6% en volume dans la phase liquide. Cette température était largement atteinte le jour de l'accident ;
- Les LIE mesurées sont particulièrement basses (inférieures à 2%) démontrant la dangerosité vis-à-vis de l'explosion de ce mélange ;
- Le mélange explosible (ATEX) présent dans le ciel du séparateur, constitué de méthanol et d'ester, présentait une température d'auto-inflammation (TAI) de 250 °C ;
- L'expertise des capteurs de niveaux du coalesceur n'identifie pas de scénario possible d'inflammation ayant pour origine le capteur à flotteur et pas de scénario d'inflammation avec certitude ayant pour origine le capteur à lames ;
- Enfin, le scénario de l'auto-inflammation du filtre (matelas dévésiculeur) du coalesceur suite à un phénomène d'auto-échauffement semble possible voire fortement probable dans les conditions de l'accident.

VI. Conclusions sur le scénario de l'événement

L'usine SAIPOL de Sète avait décidé la réalisation d'un grand arrêt. Lors de la préparation de cet arrêt, une équipe pluridisciplinaire avait été constituée. Elle avait concentré ses efforts sur les travaux à réaliser et la logistique des travaux. La mise à disposition de l'installation avait été confiée à l'équipe de production.

Cette mise à disposition conditionnait l'état initial de l'installation, y compris le contenu des capacités pendant les travaux.

Cette phase préparatoire a été menée dans un contexte de forte activité et de montée en puissance de la nouvelle organisation du site qui se mettait en place avec de nouveaux personnels récemment recrutés. Les évolutions en cours sur le site visaient à améliorer la productivité et la sécurité, à intensifier la maintenance préventive et à améliorer la traçabilité des opérations.

En se basant sur le fait que des opérations de ce type avaient déjà été menées sans problème notable sans vidange complète des capacités, ce mode opératoire a été reconduit.

Le programme de travaux à réaliser était plus conséquent et plus dense que celui du précédent arrêt.

Les investigations menées, les essais réalisés, et l'analyse des éléments recueillis sur le terrain conduisent le BEA-RI à retenir la séquence accidentelle suivante :

1/ Constitution d'une atmosphère explosive dans le séparateur 10D02 (Figure 12)

Le week-end précédant le début des travaux relatifs à l'arrêt, la mise à disposition est réalisée par du personnel SAIPOL. Les travaux suivants sont notamment réalisés : les deux phases les plus lourdes sont soutirées du séparateur, laissant un mélange de diester avec une proportion de méthanol estimée entre 3 et 5 % et les vannes d'isolement existantes sont fermées. Le traçage du coalesceur est involontairement maintenu en fonctionnement, avec une consigne de 45°C, et l'arrêt du balayage à l'azote.

Dans la journée du 9 avril, plusieurs mises à l'air libre du ciel gazeux du séparateur sont réalisées :

- Déconnexion de l'échangeur 10E02 sans mise en place de tampons d'obturation des canalisations reliant l'échangeur au séparateur ;
- Ouverture du coalesceur en vue de retirer le matelas dévésiculeur.

Ces ouvertures (déconnexion de l'échangeur 10E02.1 sans pose de tampons d'obturation, et ouverture du coalesceur 10D02.1) ont rompu le confinement des ciels gazeux et mis à l'air libre des espaces jusqu'alors balayés à l'azote. Le séparateur contenait alors un mélange résiduel d'ester méthylique et de méthanol, dont la fraction volatile est susceptible de former, en présence d'air, une atmosphère explosive (ATEX) en tenant compte des conditions atmosphériques favorables à ce développement.

1 bis/ Auto-échauffement dans le matelas dévésiculeur du coalesceur (Figure 12)

En parallèle de la constitution de l'atmosphère explosive, un phénomène d'auto-échauffement s'initie dans le matelas dévésiculeur du coalesceur. Ce matelas, constitué d'un treillis métallique imprégné de résidus de glycérine et d'ester méthylique, était maintenu à une température de 45 °C par le traçage électrique du coalesceur, resté actif après l'arrêt de l'unité. Les conditions réunies — imprégnation du matelas par des composés organiques combustibles, maintien en température par le traçage et exposition à l'air — ont pu favoriser ce mécanisme tel que démontré par les essais réalisés par l'Ineris.

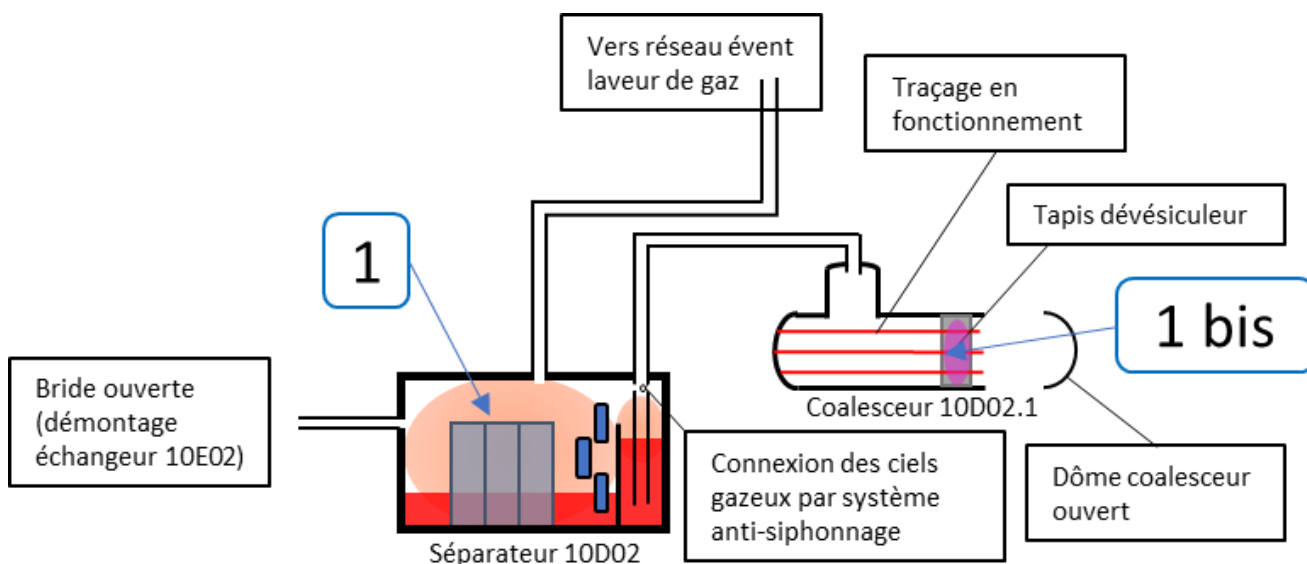


Figure 12 – étapes 1 et 1 bis

2/ Inflammation de l'ATEX : deux hypothèses

Les étapes 1 et 1 bis décrivent deux phénomènes distincts et potentiellement simultanés : la présence d'une atmosphère explosive dans le séparateur 10D02, et un foyer d'auto-échauffement actif dans le matelas dévésiculeur du coalesceur 10D02.1. Le séparateur et le coalesceur communiquent par une tuyauterie de retour d'ester équipée d'un dispositif anti-siphonnage.

Deux zones d'inflammation de l'ATEX sont envisageables :

- soit les gaz chauds produits par l'auto-échauffement ont migré du filtre du coalesceur vers le séparateur et y ont directement initié l'inflammation, sans que l'ATEX se soit nécessairement propagée jusqu'au coalesceur (hypothèse 2.A) ;
- soit l'ATEX s'est préalablement propagée vers le coalesceur, où elle a été enflammée par le matelas en auto-échauffement, la flamme remontant ensuite vers le séparateur (hypothèse 2.B).

Ces deux hypothèses sont jugées plausibles au regard des constatations de terrain et sont exposées ci-après.

Hypothèse 2.A — Inflammation dans le séparateur par transfert de gaz chauds (Figure 13)

2.A.1 — Émission de gaz chauds par le matelas dévésiculateur

L'auto-échauffement dans le matelas dévésiculateur du coalesceur provoque l'émission de gaz chauds au sein du coalesceur.

2.A.2 — Transfert des gaz chauds vers le séparateur

Ces gaz chauds se propagent depuis le coalesceur vers le séparateur 10D02 par la tuyauterie de retour d'ester, équipée d'un dispositif anti-siphonnage. Les traces d'impact thermique relevées au droit des ouvertures de ce dispositif (zones lisses, dépourvues de concrétions carbonisées) sont cohérentes avec le passage de gaz chauds par ces orifices en direction du séparateur.

2.A.3 — Inflammation de l'ATEX dans le séparateur

Les gaz chauds ainsi transférés ont constitué une source d'énergie d'activation suffisante pour enflammer l'atmosphère explosive présente dans le séparateur 10D02.

2.A.4 — Remontée de l'onde de surpression et éjection du matelas dévésiculateur

L'inflammation de l'ATEX dans le séparateur a généré une onde de surpression qui s'est propagée en sens inverse par la même tuyauterie vers le coalesceur, provoquant l'éjection du matelas dévésiculateur, constatée sur le terrain.

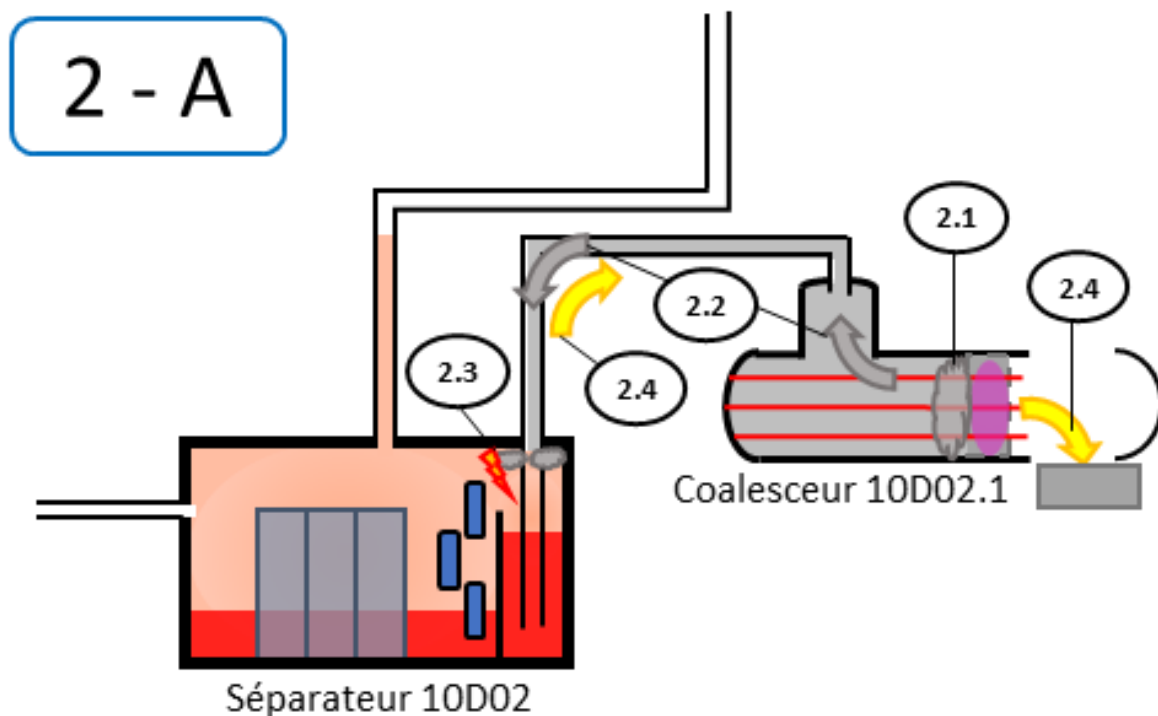


Figure 13 – Etape 2 (hypothèse A) en flèches grises, le sens de propagation des fumées chaudes produites par le phénomène ponctuel d'auto-échauffement, en flèches jaunes, le sens de propagation de l'explosion

Hypothèse 2.B — Inflammation dans le coalesceur et remontée de flamme vers le séparateur (Figure 14)

2.B.1 — Propagation de l'ATEX vers le coalesceur

Le séparateur 10D02 et le coalesceur 10D02.1 sont reliés et leurs ciels gazeux communiquent. L'atmosphère explosive constituée dans le séparateur s'est progressivement propagée vers le ciel gazeux du coalesceur.

2.B.2 — Inflammation de l'ATEX dans le coalesceur et éjection du matelas dévésiculeur

Lorsque la température du matelas dévésiculeur a atteint le seuil d'inflammation au contact de l'ATEX présente dans le coalesceur, une première explosion s'est produite dans cet équipement, provoquant l'éjection du matelas dévésiculeur — constatée sur le terrain. Cette séquence est cohérente avec le premier signal détecté par le capteur localisé au niveau du coalesceur.

2.B.3 — Remontée de flamme vers le séparateur

La déflagration a généré une onde de surpression et une flamme qui se sont propagées par la tuyauterie de retour d'ester vers le séparateur 10D02. Les traces d'impact thermique relevées au droit des ouvertures du dispositif anti-siphonnage sont également cohérentes avec cette propagation de flamme.

2.B.4 — Inflammation de l'ATEX dans le séparateur

La flamme ainsi propagée a atteint l'atmosphère explosive constituée dans le séparateur 10D02 et l'a enflammée.

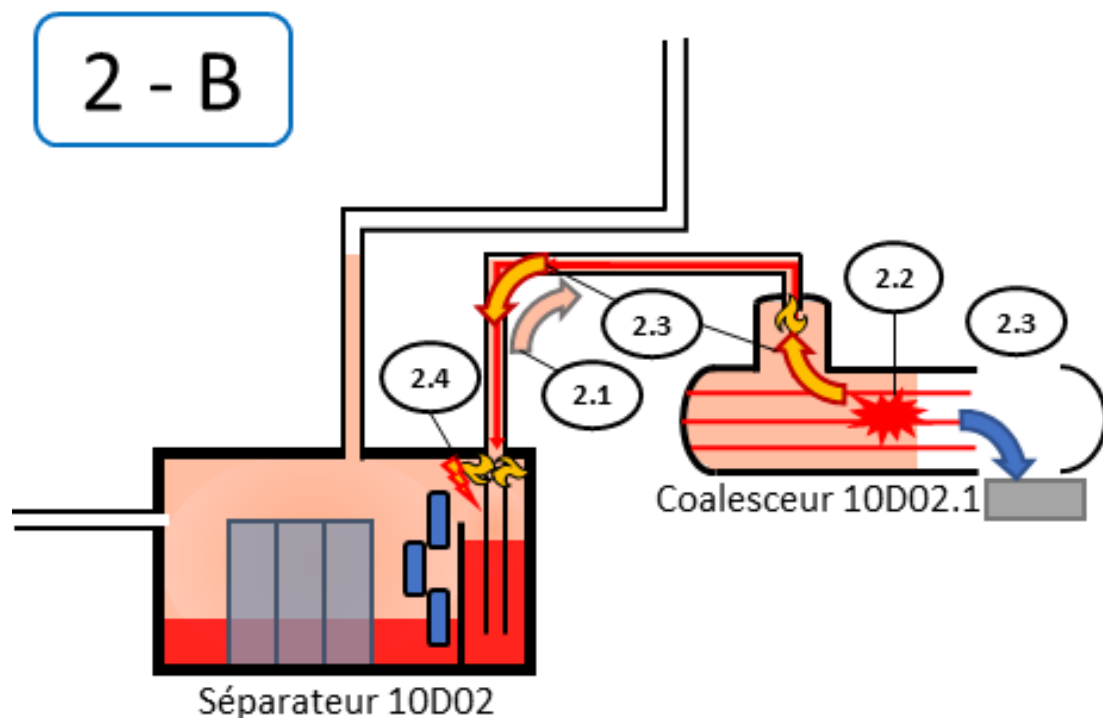


Figure 14 – étape 2 (hypothèse B)

3/ ouverture de la capacité (Figure 15)

L'inflammation de l'ATEX dans le séparateur 10D02 — quelle que soit l'hypothèse retenue — a provoqué une explosion dont les effets sont cohérents avec les constatations de terrain : ouverture du toit du séparateur, déformations des parois et rupture du hublot de contrôle de niveau bas.

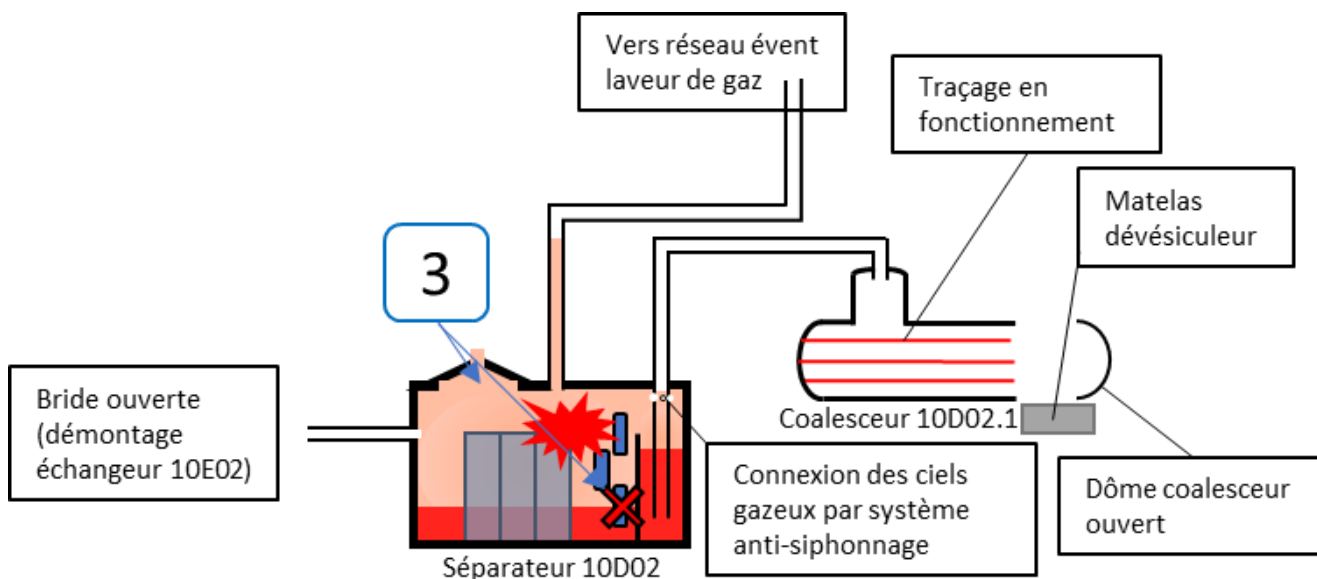


Figure 15 – Etape 3

4/ Écoulement du contenu enflammé et incendie généralisé (Figure 16)

La rupture du hublot bas a permis l'écoulement du contenu liquide enflammé du séparateur (mélange ester méthylique + méthanol) dans la rétention de l'atelier. Cet écoulement a alimenté un incendie qui s'est rapidement généralisé à l'ensemble de l'unité d'estérification, aggravé par l'indisponibilité concomitante du système de sprinklage.

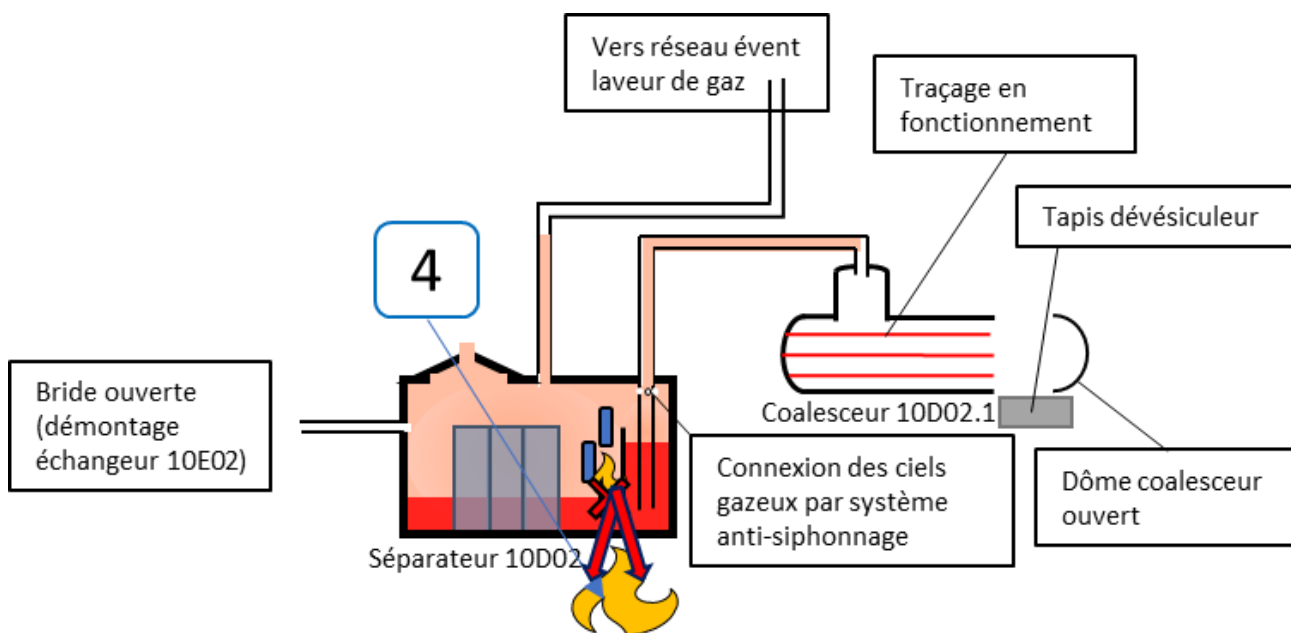


Figure 16 – Etape 4

VI.1 Facteurs contributifs

Un facteur contributif est un élément qui, sans être déterminant, a pu jouer un rôle dans la survenance ou dans l'aggravation de l'accident mais aussi dans la mitigation des effets de cet accident.

VI.1.1 Méconnaissance de la situation de l'installation par les entreprises intervenantes

Les opérations de maintenance ont débuté alors que le séparateur n'avait pas été vidangé, ni inerté. Il n'était pas non plus isolé du reste de l'installation. Le personnel n'avait pas conscience de la possibilité d'une atmosphère explosive dans la capacité. Des permis feux ont été délivrés pour des travaux à proximité de la capacité sans mesures particulières. Ces informations n'ont donc pas été intégrées à l'analyse de risque développée par le prestataire en charge des opérations de nettoyage

VI.1.2 Réseau incendie non fonctionnel

Deux indisponibilités du réseau incendie (réseau de sprinklage et poteaux incendie) ont été programmées en parallèle pour la même période et pour permettre des travaux distincts, alors qu'une programmation des travaux tenant compte de la nécessité de maintenir un des deux réseaux actifs en permanence aurait permis de faciliter l'intervention des services de secours et de limiter les dégâts.

Par ailleurs, la limitation de la neutralisation du sprinklage à la stricte période rendant cette coupure nécessaire aurait également pu limiter l'extension de l'incendie.

Enfin, les services de secours publics n'avaient pas été informés en amont des indisponibilités sur le réseau incendie. Cette information aurait pu leur permettre d'anticiper un train de départ plus adapté dès le déclenchement de l'alerte et une conduite opérationnelle adaptée à la situation du site à leur arrivée.

VI.1.3 Le cadre d'élaboration du mode opératoire de mise à disposition de l'installation

Le mode opératoire de mise à disposition est un document non daté qui ne comporte aucune mention de vérification ou d'approbation. Il s'appuie sur le manuel d'opération de l'atelier pour certaines étapes mais s'affranchit de la vidange complète du séparateur sans faire mention de précautions particulières à associer à cette situation (isolement, inertage...). C'était la première fois que le personnel organisait une opération de maintenance conséquente sur cette installation et n'avait donc pas d'expérience de ce type d'opération. L'élaboration de ce document dans un cadre plus robuste de concertation, de vérification et d'approbation aurait pu permettre la prise en compte des risques associés à cette situation.

VI.1.4 Maintien actif du traçage électrique

Le traçage électrique du coalesceur 10D02.1 et de la canalisation le reliant au séparateur est resté actif après l'arrêt de l'unité, avec une consigne de température maintenue à 45°C. Ce maintien en fonctionnement n'était pas prévu.

En situation de maintenance, avec le coalesceur ouvert et son matelas imprégné de résidus organiques exposé à l'air, ce maintien en température a constitué un facteur d'entretien de l'auto-échauffement du matelas dévésiculeur, contribuant ainsi à la séquence accidentelle.

Cet événement révèle une insuffisance dans la gestion des utilités lors des arrêts de maintenance. Une liste de vérification exhaustive des utilités à mettre hors service aurait constitué un filet de sécurité supplémentaire lors de la mise à disposition de l'installation, indépendamment de l'expérience des opérateurs en charge de cette opération.

VI.1.5 Absence de contrôle de réception de la mise à disposition

La mise à disposition a été réalisée par l'équipe de production le week-end précédant l'arrêt, sans qu'un contrôle formel de l'état de l'installation n'ait été réalisé avant le démarrage des travaux. L'absence d'une étape de vérification contradictoire, impliquant notamment les prestataires et le service HSE, entre la mise à disposition et l'ouverture des premiers chantiers, constitue un facteur contributif de l'événement : une telle étape aurait pu faire émerger la vidange partielle et l'absence d'inertage du séparateur, le maintien en fonctionnement du traçage, ainsi que l'absence d'obturation des tuyauteries.

VI.1.6 Contexte organisationnel du site

Le site SAIPOL de Sète a traversé une période de transition majeure : après l'annonce de sa fermeture quelques années avant l'événement, qui avait conduit dans un premier temps à un arrêt des investissements, le site a connu un regain d'activité orienté vers des métiers plus techniques et plus complexes. Cette inflexion a entraîné une campagne d'embauche massive de cadres, sans que ceux-ci puissent s'appuyer sur des prédécesseurs expérimentés pour découvrir l'installation. S'y ajoutent de nombreux prestataires extérieurs à rotation rapide, de sorte que le site concentre peu de personnels sachants et beaucoup de personnels nouvellement arrivés, pas encore formés.

Ce contexte de transition a réuni deux cultures professionnelles complémentaires : des opérateurs expérimentés, disposant d'une connaissance approfondie de l'installation, et des encadrants nouvellement arrivés, chargés d'accompagner l'évolution du site vers des modes de production plus performants, plus complexes et plus encadrés. La constitution d'une équipe soudée à partir de ces deux profils a naturellement conduit chacun à valoriser la contribution de l'autre et à lui faire confiance. Si cette dynamique était nécessaire à la cohésion de la nouvelle organisation, elle a simultanément limité l'exercice d'un regard critique réciproque : les encadrants, encore en phase de découverte de l'installation, n'étaient pas en mesure de questionner des pratiques opérationnelles bien ancrées ; les opérateurs expérimentés, de leur côté, n'ont pas eu l'occasion de faire évoluer leurs pratiques vers les standards de rigueur et de traçabilité que la nouvelle organisation visait à introduire.

Enfin, la charge de travail importante — héritée d'un programme de maintenance plus dense que lors des arrêts précédents — s'est révélée peu propice à la transmission du savoir. Le personnel historique, contraint de prioriser ses missions, n'a pas eu le temps de transmettre son expérience ni de prendre du recul sur ses propres pratiques. Les encadrants nouvellement arrivés, de leur côté, n'étaient pas en mesure de porter un regard critique sur les opérations réalisées ou programmées.

VII. Enseignements de sécurité

VII.1 Propriété des intermédiaires de réaction

Le mélange laissé dans le séparateur est un intermédiaire de réaction dont la composition est estimée par l'exploitant. Seuls les produits entrants et les produits finaux commercialisés semblent faire l'objet d'une caractérisation détaillée. Pourtant, considérant les risques potentiels associés à certains mélanges et les volumes potentiellement en jeu dans les ateliers, la caractérisation des intermédiaires de réaction apporte un éclairage indispensable dans les situations suivantes :

- Analyse des risques de la conduite des procédés ;
- Préparation des interventions de maintenance sur les ateliers ;
- Information des services de secours en cas d'intervention.

VII.2 Prise en compte des situations de maintenance dans la conception des installations

Les opérations de maintenance doivent être considérées comme présentant un risque potentiel d'accident. Elles révèlent souvent une difficulté à intervenir sur un équipement après que celui-ci ait été mis en service :

- Difficultés à réaliser des vidanges compte tenu de la disposition des piquages, de l'indisponibilité de pompes adaptées et de capacités permettant de recueillir les produits ;
- Durées nécessaires aux opérations de mise à disposition de l'installation avant les travaux ;
- Absence de vannes permettant de sectionner certaines tuyauteries ;
- Complexité de mise en œuvre des systèmes d'inertage ;
- Difficulté d'accès à certains équipements dont le démontage peut être rendu impossible.

Les modalités pratiques d'intervention pour maintenance sur les installations doivent être intégrées dès la conception des installations et documentées, en distinguant si possible les maintenances opérationnelles du quotidien et les maintenances lourdes.

VII.3 L'implication nécessaire d'une équipe pluridisciplinaire dans la réalisation d'une analyse de risque préalable à une opération de maintenance notable

Une opération de maintenance lourde fait intervenir de nombreux acteurs sur un même site industriel. Cette multiplicité d'acteurs crée des interfaces favorables à la dilution des informations et à induire des imprécisions sur les rôles de chacun.

La constitution d'équipes pluridisciplinaires pour analyser les risques associés aux opérations de maintenance est un levier important pour la consolidation de la culture de sécurité dans les établissements.

VIII. Recommandations de sécurité

VIII.1 À destination de l'exploitant SAIPOL

Le BEA-RI émet les recommandations suivantes vis-à-vis de l'exploitant :

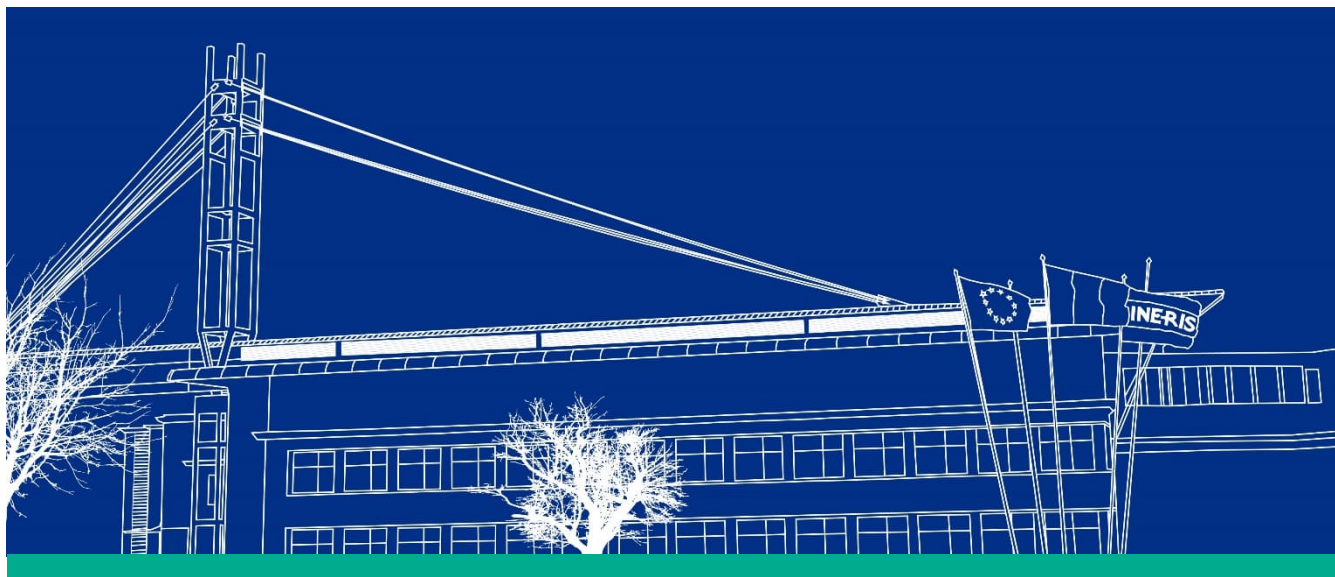
- Développer la connaissance des caractéristiques des intermédiaires de réaction et en tenir compte dans les procédures de conduite et de maintenance des installations ;
- Dans le cadre de la préparation des arrêts : veiller à ce que l'analyse de risque couvre la disponibilité des moyens de surveillance de protection et d'intervention et leur adéquation avec l'état de l'installation pendant les différentes phases de l'opération de maintenance (mise à disposition, déroulement des travaux, essais et remise en service). Des mesures compensatoires doivent être mises en place le cas échéant et les conclusions de cette analyse doivent être intégrés aux différents documents encadrant les travaux (plan de prévention, zonage ATEX, etc.) ;
- Veiller à toujours disposer d'une vue d'ensemble des opérations de maintenance et de leurs interfaces, en particulier concernant leurs impacts potentiels sur les utilités du site (réseaux électrique, incendie, etc.) ;
- S'assurer de la disponibilité en continu de moyens de lutte contre l'incendie sur l'ensemble du site ou prévoir des moyens compensatoires en cas de défaut de l'un deux ;
- Proposer aux services de secours publics un protocole d'information en cas d'indisponibilité partielle et ponctuelle des moyens de lutte contre l'incendie ;
- Revoir la procédure de conduite de l'installation pour préciser ses modalités d'arrêt partiel, en abordant notamment la nécessité de vidange des capacités, l'inertage et l'isolement des tuyauteries, les consignations à réaliser ;
- Lors de travaux de maintenance impliquant des entreprises extérieures : veiller à ce que leur soit communiqué en amont toutes les informations nécessaires sur l'état de l'installation, et s'assurer qu'il en soit bien tenu compte dans les analyses de risque réalisées par les entreprises extérieures ;

- Dans le cadre de la reconstruction de l'unité : veiller à la mise en œuvre de moyens d'isolement et de vidange de l'ensemble des capacités, en cohérence avec la procédure de conduite et de maintenance de l'installation.

IX. Annexes

Annexe 1	Rapport Ineris	45
----------	----------------------	----

Annexe 1 Rapport Ineris



(ID Modèle = 454913)

Ineris - 229722 - 2852925 - v1.0

12/05/2026

**Appui à l'enquête technique de l'incendie
survenu le 10 avril 2024 au sein de l'atelier
d'estérification de l'établissement exploité par
SAIPOL à Sète**

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 équivalent 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 INCENDIE, DISPERSION, EXPLOSION

Rédaction : PAILLERY Esteban, GOMES JULIEN; GOY BENJAMIN; PHILIPPE MARIE

Vérification : BINOTTO GHISLAIN; CHAUMETTE SYLVAIN; COTTIN OLIVIER; STOUVENEL MICKAEL; COLLET MARTIN; GENTILHOMME OLIVIER

Approbation : BOUET REMY - le 12/05/2026

Table des matières

Glossaire.....	5
1 Introduction.....	5
1.1 Déontologie	5
1.2 Contexte	5
2 Description de l'installation concernée et informations sur l'événement.....	6
3 Réponses aux questions posées par le BEA-RI	6
3.1 Caractéristiques générales associées à l'inflammabilité du mélange ester méthanol	6
3.2 Expertise des capteurs de niveaux	7
3.3 Capacité à l'auto-échauffement du produit contenu dans le filtre coalesceur	8
4 Conclusion	8
5 Annexes	9

Pour citer ce document, utilisez le lien ci-après :

Institut national de l'environnement industriel et des risques, Appui à l'enquête technique de l'incendie survenu le 10 avril 2024 au sein de l'atelier d'estérification de l'établissement exploité par SAIPOL à Sète : Ineris - 229722 - 2852925 - v1.012/05/2026.

Glossaire

ATEX : Atmosphère explosive

EMAG : Esters méthyliques d'acide gras

EMI : Energie minimale d'inflammation

LIE : Limite inférieure d'explosivité

PIE : Point inférieur d'explosion

TAI : Température d'auto-inflammation

1 Introduction

1.1 Déontologie

En dehors de la participation des salariés de SAIPOL et plus généralement du groupe AVRIL dont fait partie SAIPOL, aux formations animées par l'Ineris, l'Ineris a réalisé quelques études pour le groupe AVRIL depuis 5 ans concernant la caractérisation d'inflammabilité et d'explosion de produits sans rapport avec le mélange mis en cause dans l'évènement objet de cette expertise.

1.2 Contexte

Le 10 avril 2024, une explosion suivie d'un incendie s'est déclarée au sein du site SAIPOL de Sète.

Le BEA-RI a ouvert une enquête et a sollicité l'appui de l'Ineris sur les 3 points suivants formulés dans la lettre de mission figurant en Annexe 1 :

- Concernant le mélange ester méthanol, de déterminer en se basant sur des expérimentations menées à des concentrations à préciser au regard du process de fabrication (3 concentrations permettant d'encadrer l'intervalle d'incertitude de la composition du mélange) :
 - o les points d'éclair,
 - o les points inférieurs d'explosion,
 - o les limites inférieures d'explosivité,
 - o les pressions de vapeur saturante,
 - o l'énergie minimale d'activation en fonction du mode d'activation.
- Concernant les capteurs :
 - o sur la base des documents transmis, d'examiner la sécurité intrinsèque des matériels et de leur installation en regard de leurs conditions d'utilisation,
 - o sur la base des matériels transmis, de rechercher d'éventuels défauts ou conditions d'utilisations susceptibles d'enflammer une ATEX telle que définie au point précédent.
- Concernant la possibilité d'auto-échauffement :
 - o Déterminer la capacité à l'auto-échauffement du produit contenu dans le filtre coalesceur.

Les réponses aux demandes du BEA-RI sont développées dans le §3 de ce rapport.

2 Description de l'installation concernée et informations sur l'événement

Le vendredi 10 avril 2024, vers 16h40, après que les opérateurs chargés des opérations de maintenance aient quitté le bâtiment d'estérification au sein de l'établissement SAIPOL à Sète, des bruits forts sont entendus par les personnels présents au sein de l'usine, en provenance de cette unité. Les premières flammes sont immédiatement visibles et le feu est circonscrit 3h plus tard.

L'unité d'estérification produit du biodiesel (ester méthylique) par réaction du méthanol sur l'huile de colza. L'unité en cause comprend en outre les réacteurs un ensemble d'élément de filtration / séparation destinée d'une part à la séparation entre diester et glycérine issue de la réaction et d'autre part à la récupération du méthanol non consommé dans la réaction. Cette partie comprend deux séparateurs et deux filtres coalesceurs permettant de parfaire la séparation glycérine diester.

Le BEA-RI a établi que les bruits entendus sont liés à une détonation dans un des deux séparateurs. Au moment de cette détonation le séparateur contient un mélange diester-méthanol. Le filtre coalesceur est relié à la phase vapeur du séparateur (retour des fractions légères ester méthylique). Au moment de l'évènement le filtre est vide, seule subsiste la masse filtrante imprégnée des produits circulants.

3 Réponses aux questions posées par le BEA-RI

Les réponses apportées aux questions posées par le BEA-RI concernant la caractérisation de l'inflammabilité de mélanges ester méthanol, la possibilité que les capteurs de niveaux soient à l'origine de l'inflammation ainsi que la possibilité d'auto-échauffement du produit en présence du filtre coalesceur sont développés dans les paragraphes suivants.

3.1 Caractéristiques générales associées à l'inflammabilité du mélange ester méthanol

Les essais réalisés dans le but de caractériser l'inflammabilité du mélange (annexe 2) ont permis de confirmer le caractère inflammable des différents mélanges testés notamment l'inflammabilité à des températures inférieures à la température ambiante au travers d'essais de point inférieur d'explosion. Pour assurer la sécurité de l'installation, il convient de retenir plutôt les températures de Point inférieur d'explosion (PIE) plutôt que de points d'éclair car celles-ci sont significativement inférieures. Les essais limite inférieure d'explosivité (LIE) ont démontré la capacité des mélanges à générer une atmosphère explosible (ATEX) à partir de faible concentration (inférieure à 2 %).

Le Tableau 1 récapitule les résultats obtenus aux cours des différents essais :

Essai/Mélange	2 %v MeOH	4 %v MeOH	6 %v MeOH
<i>Point d'éclair</i>	27,0°C	21,5°C	14°C
<i>PIE</i>	18,5°C	13,1°C	10,0°C
<i>LIE</i>	0,6 %	0,9 %	1,3 %
<i>Pression de vapeur</i>	50,4 mbar	80,2 mbar	102,0 mbar

Tableau 1 : Récapitulatif des résultats obtenus

Ces essais montrent le caractère inflammable de ces mélanges et leur capacité à s'enflammer à des températures inférieures à la température ambiante, même pour des concentrations faibles en méthanol.

Afin de poursuivre les recherches sur les origines de l'explosion ayant engendré l'accident, le BEA-RI a souhaité que l'Ineris détermine l'énergie minimale d'inflammation (EMI) du mélange à 4 % de méthanol (Annexe 5). Cet essai, non standard, développé au 1er semestre 2025 dans les locaux de l'Ineris a été mis en suspens après échange avec le BEA-RI, à la suite de l'identification d'une nouvelle piste relative à un phénomène d'auto-échauffement, qui aurait pu être causé par un filtre (constitué d'une maille de fils métalliques et de matière polymérique) imbibé d'un mélange d'esters méthyliques d'acide gras (EMAG)/méthanol.

3.2 Expertise des capteurs de niveaux

L'Ineris a réalisé dans un premier temps un examen visuel et documentaires des capteurs de niveaux du coalesceur (niveau à flotteur et niveau à lames). Le détail de cet examen est développé dans l'annexe 3.

Lors de l'examen visuel des capteurs, aucun dommage, de casse ou rupture des éléments sensibles n'a été observé. Toutefois, il a révélé la présence de colorations bleues/violettes sur certaines parties des capteurs en acier inoxydable. Ces colorations sont généralement obtenues pour des échauffements allant de 270°C à 320°C environ. Ces températures ne sont pas compatibles avec le fonctionnement des équipements évalués, même en cas de dysfonctionnements prévisibles ou dysfonctionnements rares.

Le capteur de niveau du coalesceur est composé d'un flotteur et d'une chaîne de suspension, le risque de génération d'étincelles par charge électrostatique doit être maîtrisé sur ce type de matériel. En effet, la continuité de potentiel est dépendante du contact métal/métal de la chaîne induit par la gravité du flotteur. Toutefois, l'absence de liquide dans le coalesceur au moment de l'ignition semble indiquer que les conditions pour la création de charges électrostatiques et donc une décharge par étincelle soient peu probables.

L'ensemble des éléments mis à disposition ne nous permet pas d'infirmer ou d'affirmer que ces équipements seraient à l'origine de l'inflammation d'une ATEX sur le site de SAIPOL. Les colorations bleutées sur les deux appareils ne peuvent être dues à l'exposition rapide d'un front de flamme, et donc une expertise complémentaire sur l'installation électrique en amont des instruments ainsi qu'une série de tests électriques sur des équipements fonctionnels identiques sont nécessaires pour aller plus loin.

En considérant l'absence de liquide dans le coalesceur au moment de l'ignition, rendant peu probable les conditions de création de charges électrostatiques, des investigations complémentaires se sont focalisées sur le capteur de niveau à lames ; Ces investigations ont été menées sur un appareil équivalent, dans le but d'évaluer si ce type de capteur, en situation de fonctionnement dégradé, pouvait constituer une source potentielle d'inflammation. Le détail de ces investigations est développé dans l'annexe 4.

Trois hypothèses de défaillance ont été étudiées :

- Transmission d'une flamme interne à l'extérieur du capteur via le tube prolongateur ;
- Dépassement de la température d'auto-inflammation (TAI) du mélange gazeux suite à une alimentation directe sans limitation de courant ;
- Inflammation par étincelle électrostatique générée par une résine isolante sur le tube du capteur.

Les investigations menées sur le capteur de niveau à lames n'ont permis d'identifier aucun scénario d'inflammation certain parmi les trois hypothèses testées. Les 2 premiers scénarios ont été formellement écartés sur la base de résultats d'essais concrets. Le dernier scénario, bien que théoriquement plausible, reste non confirmé en l'absence d'information sur l'état du revêtement du capteur au moment de l'accident.

3.3 Capacité à l'auto-échauffement du produit contenu dans le filtre coalesceur

Le procédé utilisé par SAIPOL pour produire de l'EMAG fait intervenir une étape de filtration à travers un média poreux composé de deux mailles métalliques et une maille plastique.

Ce média, lors du fonctionnement normal de l'installation, est immergé dans un mélange d'EMAG et de méthanol. Lors de l'accident, le média n'était plus immergé et n'avait pas été lavé. Une couche fine de mélange était donc présente.

Les EMAG naturels étant insaturés, ils sont susceptibles de s'oxyder à température ambiante, quand ceux-ci sont répartis sur de très grande surface, typiquement un filtre, un chiffon, ... la surface d'échange avec l'oxygène, de l'air est démultipliée avec pour effet de possiblement accélérer significativement la vitesse de réaction.

A travers des essais (voir annexe 5) en étuve isotherme adaptés d'une norme pour évaluer l'auto-échauffement de poussières, nous avons pu déterminer par extrapolations (successives) une dimension critique, autrement dit la taille maximale du média poreux pour laquelle, à la température du filtre au moment de l'accident, le risque d'auto-inflammation était avéré.

Cette dimension, dépendant des paramètres d'extrapolation sélectionnés, est au final très proche ou en-dessous de celui du filtre de SAIPOL, ce qui signifie que le scénario de l'auto-inflammation suite à un phénomène d'auto-échauffement semble possible voire, fortement probable dans le cas de l'accident de SAIPOL.

4 Conclusion

Le vendredi 10 avril 2024, une explosion a lieu au sein de l'établissement SAIPOL à Sète. Suite à cet accident, l'Ineris a été sollicité par le BEA-RI afin de les appuyer dans les missions suivantes :

- Déterminer les caractéristiques générales associées à l'inflammabilité du mélange ester méthanol à des concentrations représentatives du process de fabrication ;
- Déterminer si les capteurs de niveau du coalesceur ont pu être à l'origine de l'inflammation ;
- Déterminer la capacité à l'auto-échauffement du produit contenu dans le filtre coalesceur.

Les essais réalisés montrent le caractère inflammable des mélanges ester méthanol et leur capacité à s'enflammer à des températures inférieures à la température ambiante, même pour des concentrations faibles en méthanol.

L'expertise des capteurs de niveaux du coalesceur n'identifie pas de scénario d'inflammation ayant pour origine le capteur à flotteur et pas de scénario d'inflammation avec certitude ayant pour origine le capteur à lames.

Enfin, le scénario de l'auto-inflammation suite à un phénomène d'auto-échauffement semble possible voire fortement probable dans les conditions de l'accident.

5 Annexes

Liste des annexes :

- Annexe 1 : Lettre de mission – 1 page
- Annexe 2 : Caractérisation des mélanges ester + méthanol – 10 pages
- Annexe 3 : Rapport d'investigation visuelle et documentaire des capteurs de niveau du coalesceur – 11 pages
- Annexe 4 : Rapport d'investigations complémentaires du capteur de niveau à lames – 7 pages
- Annexe 5 : Détermination de l'EMI de mélanges EMAG/méthanol et détermination de la capacité à l'auto échauffement du produit contenu dans le filtre coalesceur – 22 pages

ANNEXE 1

-

Lettre de saisine du BEA-RI

Mission conjointe BEA-RI - Ineris

Le BEA-RI a ouvert le 12 avril 2024 une enquête sur l'événement survenu le 10 avril au sein de la société Saipol située à Sète (34). Trois enquêteurs du BEA-RI se sont rendus sur site. Selon les premiers éléments de l'enquête, l'incendie s'est développé à la suite d'une explosion survenue dans un séparateur ester/glycérine, qui contenait un intermédiaire de réaction dont la composition ne peut qu'être estimée.

Dans la continuité des constats dressés lors de cette visite, nous souhaiterions mobiliser l'expertise de l'INERIS, dans le cadre de sa coopération avec le BEA-RI, pour :

- d'une part caractériser l'intermédiaire de réaction qui restait présent dans le séparateur et son énergie d'activation à diverses concentrations de méthanol ;
- d'autre part examiner les composants des capteurs retrouvés sur site et leurs documentations afin de rechercher d'éventuels dysfonctionnements.

En pratique, il est demandé à l'INERIS :

1/ concernant le mélange ester méthanol, de déterminer en se basant sur des expérimentations menées à des concentrations à préciser au regard du process de fabrication (3 concentrations permettant d'encadrer l'intervalle d'incertitude de la composition du mélange) :

- les points d'éclair,
- les points inférieurs d'explosion,
- les limites inférieures d'explosivité,
- les pressions de vapeur saturante,
- l'énergie minimale d'activation en fonction du mode d'activation

2/ concernant les capteurs :

- sur la base des documents transmis, d'examiner la sécurité intrinsèque des matériels et de leur installation en regard de leurs conditions d'utilisation,
- sur la base des matériels transmis, de rechercher d'éventuels défauts ou conditions d'utilisations susceptibles d'enflammer une ATEX telle que définie au 1/

3/ concernant la possibilité d'auto échauffement :

Déterminer la capacité à l'auto échauffement du produit contenu dans le filtre coalescent.

Nous souhaiterions pouvoir disposer de vos conclusions au travers d'une courte note (au format pdf), s'attachant à définir chacun des paramètres étudiés dans le contexte de l'enquête en cours, selon un calendrier qui sera défini entre vos équipes et les enquêteurs en charge de l'affaire.

Fait à la Défense, le 06/05/26



Henri KALTEMBACHER

ANNEXE 2

-

Caractérisation des mélanges ester + méthanol

Caractérisation des mélanges ester + méthanol

L'objectif des travaux est d'évaluer les propriétés intrinsèques (point d'éclair, point inférieur d'explosion, limite inférieure d'explosivité et pression de vapeur saturante) de mélanges de monoester d'huile naturel, également appelé EMAG (Ester Méthylique d'Acide Gras), et de méthanol. Les conditions de mélange sont considérées à la température de 20°C et pour trois concentrations : 2%, 4% et 6% volumique de méthanol.

Les essais réalisés sur 3 mélanges sont les suivants :

- Détermination du point d'éclair en coupelle fermée (Vase Abel, NF EN ISO 13736 :2021) ;
- Détermination du point inférieur d'explosion (NF EN 15794 :2009) ;
- Détermination de la limite inférieure d'explosivité (EN 1839 :2017) ;
- Détermination des pressions de vapeur saturante.

Les échantillons fournis par SAIPOL ont été réceptionnés dans nos laboratoires le 19/06/2024 et ont été identifiés de la façon suivante :

- Référence Saipol « Ester ES1 » - référence Ineris 24AN096 (Figure 1) ;
- Référence Saipol « Méthanol » - référence Ineris 24AN097 (Figure 2).



Figure 1 : Photo des contenants de l'échantillon « ESTER ES1 » - Référence Ineris 24AN096

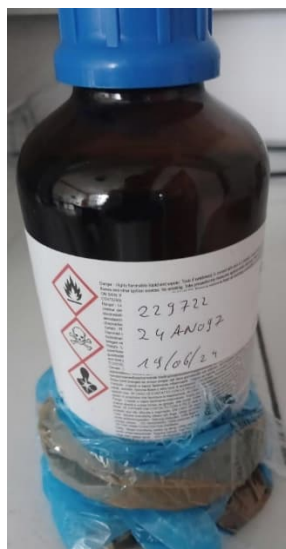


Figure 2 : Photo du conditionnement de l'échantillon « Méthanol » - Référence Ineris 24AN097

Préparation des échantillons

Les mélanges à tester d'EMAG et méthanol ont été préparés à l'Ineris. Les concentrations ont été choisies d'un commun accord entre le BEA-RI et l'Ineris, et sont de 2, 4 et 6 %v de MeOH (Méthanol). Chaque mélange a été préparé en une seule fois pour garantir que le même produit a été testé au cours des différents essais (volume total par mélange : 5 litres).

Tableau1 : Masse et volume des constituants du mélange à préparer.

% volumique MeOH	Volume de MeOH pour 5 l de mélange	Volume d'EMAG pour 5 l de mélange	Masse d'EMAG pour 5 l de mélange
2%	100 mL	4 900 mL	4 317 g
4%	200 mL	4 800 mL	4 229 g
6%	300 mL	4 700 mL	4 141 g

La masse d'EMAG à prélever est calculée à partir de la masse volumique (0,881 g/cm³) inscrite dans la fiche de données de sécurité (FDS) fournie avec les produits. La balance utilisée possède une précision de ± 10 g, l'éprouvette utilisée pour prélever le méthanol a une précision de ± 1 mL.

Les masses et volumes réellement mesurés sont répertoriés dans le tableau 2.

Tableau 2 : Masse et volume mesurés pour la préparation des mélanges

%volumique MeOH	Volume de MeOH mesuré pour 5 L de mélange	Masse d'EMAG mesurée pour 5 L de mélange	%volumique MeOH mesurée
2 %	100 mL	4 320 g	1,99 %
4 %	200 mL	4 230 g	3,99 %
6 %	300 mL	4 160 g	5,98 %

Principe et résultats de détermination de points d'éclairs

Il existe beaucoup de définitions du point d'éclair, légèrement différentes, mais la définition suivante est couramment utilisée dans les méthodes d'essai normalisées. Le point d'éclair est défini comme étant la température minimale de la prise d'essai, ramenée à la pression barométrique de 101,3 kPa, à laquelle la mise en contact d'une source d'allumage provoque l'inflammation momentanée de la vapeur de cette prise d'essai et la propagation du feu sur toute la surface du liquide, dans les conditions d'essai spécifiées. Il est important d'avoir à l'esprit que la valeur de point d'éclair n'est pas une grandeur physique intrinsèque au produit étudié mais le résultat de l'essai de détermination du point d'éclair lequel dépend de l'appareillage utilisé et du mode opératoire appliqué.

Le tableau suivant présente les points d'éclair et pression de vapeur saturante des substances pures (Tableau 3). Ces valeurs sont tirées des FDS.

Tableau 3 : Points d'éclair et pression de vapeur saturante des substances, extraite des FDS respectives.

Substances	Résultats de point d'éclair	Pression de vapeur saturante (20°C)
<i>EMAG</i>	> 101°C	4,2 mbar
<i>Méthanol</i>	9,7°C	128 mbar

L'EMAG possède un point d'éclair très supérieur à celui du méthanol et est également nettement moins volatile. Une pression de vapeur saturante élevée signifie que la substance est volatile et, si inflammable, atteindra plus facilement une concentration suffisante pour permettre une inflammation.

L'Ineris a choisi, dans un premier temps, de réaliser un essai d'estimation à l'aide d'un appareil nommé « Setaflash » utilisant la norme NF EN ISO 3679 et plus précisément le « Mode Opératoire B – Détermination du point d'éclair ». Il s'agit d'une coupelle fermée remplie d'un volume faible d'échantillon (2 ml), l'essai est à un équilibre rapide et la prise d'essai est renouvelée à chaque tentative d'inflammation. Les points d'éclair estimés sont présentés dans le tableau 4.

Tableau 4 : Point d'éclair estimé à l'aide du « Setaflash ».

Concentration du mélange	Résultats
2 %v MeOH	29,5°C
4 %v MeOH	25,5°C
6 %v MeOH	Non mesurable (limité par la température de l'appareil)

Ces premiers résultats indiquent que les mélanges ont des valeurs de points éclairs assez proches, voire, dans le cas du mélange à 6 % v MeOH, probablement inférieures à la température ambiante. On peut également conclure qu'il ne sera pas possible de réaliser des essais en coupelle ouverte car la température de point d'éclair estimée est très inférieure au domaine d'application de la norme (NF EN ISO 2592, 79°C à 400°C).

Il a cependant été possible de réaliser les essais en coupelle fermée en appliquant la méthode décrite par la norme NF EN ISO 13736 et en utilisant l'appareil dit « ABEL » présenté sur la figure 3.



Figure 3 : Photo illustrative de l'appareil automatique « ABEL »

La méthode décrite par la norme NF EN ISO 13736 est une méthode dite hors équilibre. Elle spécifie une méthode manuelle et automatisée de détermination du point d'éclair en vase clos des combustibles liquides dont les points d'éclair sont compris entre $-30,0^{\circ}\text{C}$ et $75,0^{\circ}\text{C}$. La prise d'essai est placée dans le vase d'un appareil Abel et chauffée avec une augmentation constante de la température et sous agitation permanente. À intervalles de température réguliers, une source d'inflammation est présentée devant une ouverture dans le couvercle du vase tout en interrompant simultanément l'agitation. Le point d'éclair à la pression ambiante est relevé comme étant la température la plus basse à laquelle la source d'inflammation provoque l'inflammation des vapeurs au-dessus de la prise d'essai et la propagation d'une flamme à la surface du liquide. La température est ajustée pour tenir compte des variations de la pression atmosphérique (la pression de référence étant de 101,325 kPa) par l'utilisation d'une formule de correction. Les résultats obtenus pour les 3 mélanges sont présentés dans le tableau 5.

Tableau 5 : Points d'éclair mesurés à l'aide du « Vase Abel ».

Concentration du mélange	Résultats
2 %v MeOH	27,0°C
4 %v MeOH	21,5°C
6 %v MeOH	14,0°C

Cet essai a mis en évidence l'impact important du méthanol sur la température de point d'éclair. En effet, en augmentant la concentration en méthanol de 2 %v à 6 %v, la température de point d'éclair diminue de 27°C à 14°C . En comparant ces résultats avec ceux des points d'éclair des substances pures (voir tableau 3), on peut conclure que l'ajout de méthanol impacte grandement la valeur de point d'éclair du mélange EMAG/Méthanol malgré sa faible proportion. Cela s'explique par le fait que cette substance est nettement plus volatile que l'EMAG, autrement dit, sa pression de vapeur saturante est très supérieure. Les trois mélanges sont considérés inflammables au sens de la réglementation CLP.

Principe et résultats de détermination du Point Inférieur d'Explosion (PIE)

Le Point Inférieur d'Explosion est la température d'un liquide inflammable à laquelle la concentration de vapeur saturée en mélange dans l'air est égale à la limite inférieure d'explosivité.

Sur la figure 4 est représentée la courbe de pression d'un liquide pur et les différents paramètres de sécurité déterminés selon des méthodes standardisées.

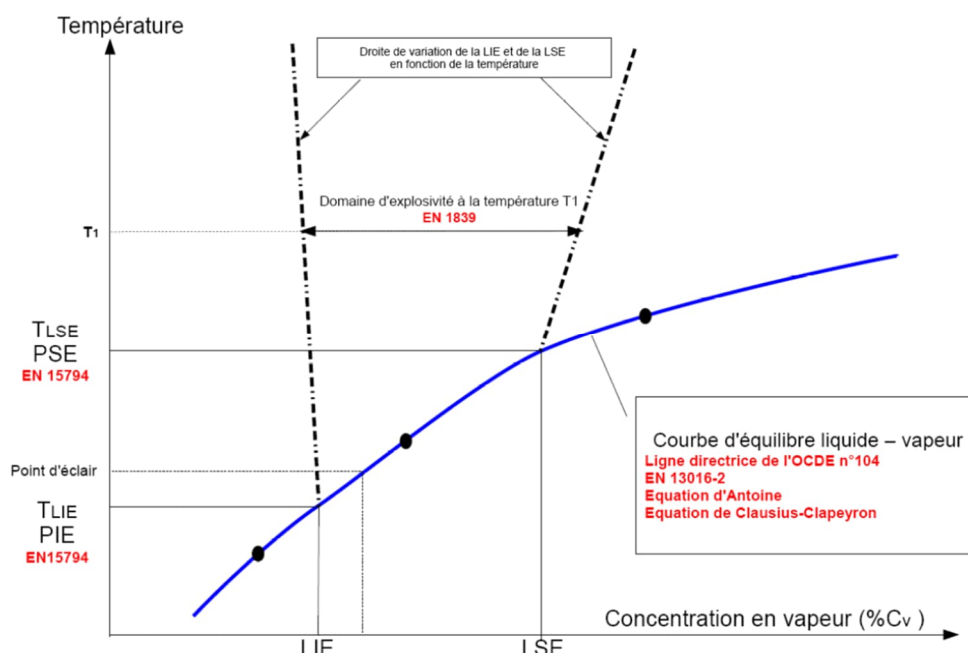


Figure 4 : Courbe de température en fonction de la concentration en vapeur incluant les positions des différents paramètres expérimentaux mesurés

Le PIE et PSE étaient autrefois nommés respectivement températures limites inférieure et supérieure d'explosivité (TLIE et TLSE).

La détermination du PIE est réalisée conformément à la norme française homologuée NF EN 15794 : 2009 : Détermination des points d'explosion des liquides inflammables. Ce document spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer les points d'explosion des liquides inflammables dans l'air. Il s'applique aux liquides inflammables à la pression atmosphérique et à des températures comprises entre -50°C et 300°C.

Le principe de la mesure du point inférieur d'explosion (PIE) est le suivant :

L'échantillon d'essai est placé dans un récipient cylindrique (Figure 5), chauffé jusqu'à une température spécifiée. Lorsque les conditions d'équilibre entre la phase liquide et la phase gazeuse sont atteintes à la température fixée, l'inflammation est amorcée par une série d'étincelles d'induction. On observe alors s'il se produit un détachement de la flamme ou une augmentation de la température. La température de l'appareillage d'essai est augmentée ou diminuée par palier, jusqu'à ce que l'inflammation ne se produise plus.

Le schéma de principe de l'appareillage est reporté sur la figure 6, l'enceinte thermostatique permet de chauffer l'ensemble à la température spécifiée.

Le récipient d'essai est un cylindre en verre à fond plat de diamètre interne égal à 100 mm et de hauteur de 300 mm.

Il est équipé d'un couvercle en acier inoxydable muni :

- de deux électrodes ;
- de deux thermocouples de type K de 1 mm de diamètre, l'un plongé dans le liquide (destiné à la mesure du PIE) et l'autre dans la phase gazeuse ;
- d'un thermocouple de type K de 0,5 mm de diamètre placé à la verticale des électrodes, juste en dessous du couvercle de manière à mesurer une élévation de température ;
- d'une entrée et d'une sortie d'air nécessaire au renouvellement de l'air dans la phase gazeuse après une inflammation ;
- d'une soupape permettant de libérer la pression générée au cours d'une inflammation.



Figure 5 : Photo illustrative du récipient d'essai rempli à hauteur de 20 %

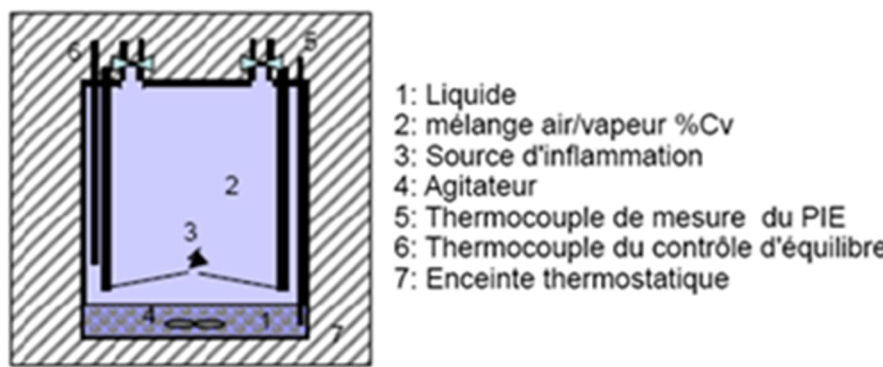


Figure 6 : Schéma de principe de l'appareillage

Le critère d'inflammation est l'observation d'un détachement de flamme (Figure 7) s'apparentant à une combustion auto-entretenue. Ce phénomène se traduit par un mouvement ascendant visible d'une flamme, d'au moins 100 mm par rapport à l'emplacement des électrodes.

Les mélanges vapeur/air ayant une teneur en vapeur légèrement en dehors du domaine d'explosivité peuvent présenter un phénomène, appelé « halo », au-dessus de la source d'inflammation mais sans qu'il y ait de détachement de flamme.

La formation d'un halo n'est pas en soi considéré comme une inflammation, sauf s'il atteint la partie supérieure du récipient d'essai (phénomène noté HALO +).

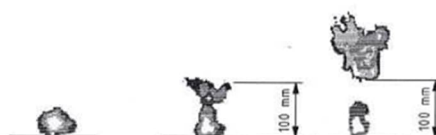


Figure C.1 — Détachement de la flamme



Figure C.2 — Halo (FLAMME NON DÉTACHÉE)

Figure 7 : Illustration du phénomène de détachement de flamme

Remarque : Le point inférieur d'explosion (PIE) d'un liquide est normalement inférieur à son point d'éclair. En ce qui concerne les substances pures, la différence peut atteindre 10 °C. Dans le cas de mélanges, la différence peut atteindre 25 °C.

Les résultats de points inférieurs d'explosion sont présentés dans le tableau 6, en complément sont également présents les points d'éclair mesurés et la différence entre les deux mesures. Les mesures de PIE sont inférieures aux mesures de points d'éclair pour les 3 mélanges. Dans des conditions de stockage, ce type de mélange présente donc des risques d'inflammation à partir de 10,0°C si la concentration en méthanol ne dépasse pas 6 %v dans la phase liquide.

L'intérêt de déterminer le PIE réside dans le fait que les conditions d'essais représentent mieux le cas d'un stockage ou un lieu où des vapeurs peuvent s'accumuler contrairement au point d'éclair. De plus, les mesures de point d'éclair dépendent de la norme utilisée, de la méthode, de l'opérateur et les volumes de substance sont plus faibles, facteurs qui jouent sur la fiabilité des mesures comparée à celle de PIE.

Tableau 6 : Résultats d'essais de détermination des points inférieurs d'explosion et comparaison avec les résultats de points d'éclair

Concentration du mélange	Point inférieure d'explosion	Point d'éclair retenu (Abel)	Delta entre point d'éclair et PIE
2 %v MeOH	18,5°C	27,0°C	8,5°C
4 %v MeOH	13,1°C	21,5°C	8,4°C
6 %v MeOH	10,0°C	14,0°C	4,0°C

Principe et résultats de la détermination des limites inférieures d'explosivité

Les limites d'explosivité du liquide ont été déterminées suivant la méthode dite de la « bombe » (méthode B) décrite dans la norme NF EN 1839.

Les essais sont effectués dans une sphère close de 20 l en acier inoxydable (Figure 8). Elle est équipée d'une double enveloppe destinée à y faire circuler un fluide caloporteur de manière à régler la température d'essai souhaitée et/ou minimale pour évaporer intégralement le liquide injecté.



Figure 8 : Photographie de la sphère de 20 litres et des matériels associés

Le mélange d'essai est préparé dans la sphère par la méthode des pressions partielles. En considérant que les différents gaz du mélange suivent la loi des gaz parfaits, quelle que soit la température d'essai, on obtient la relation qui lie la fraction molaire du constituant y (x_y) dans le mélange (à ?) la pression partielle du constituant y (p_y) dans le mélange et la pression totale du mélange (P_T) :

$$x_y = (p_y / P_T)$$

La source d'inflammation utilisée est un train d'étincelles, d'origine inductive, généré entre deux électrodes positionnées au centre de la sphère.

Le critère d'inflammation est basé sur la mesure de la surpression d'explosion après l'application de la source d'inflammation. Le mélange d'essai est considéré comme inflammable si la surpression d'explosion obtenue est supérieure ou égale à 5 % de la pression initiale.

Par variation pas à pas de la teneur en vapeur de la substance à tester dans le mélange d'essai (air/vapeur), la LIE est déterminée.

Mode opératoire

Les étapes suivantes sont effectuées successivement :

- a) Chauffage de l'enceinte à la température d'essai ;
- b) Mise sous vide partielle de l'enceinte et mesure de pression d'air résiduelle ;
- c) Injection à l'aide d'une seringue d'une quantité de produit nécessaire pour atteindre la pression partielle souhaitée ;
- d) Introduction de l'air ambiant jusqu'à atteindre la pression ambiante ;
- e) Mise au repos du mélange d'essai ;
- f) Démarrage de la mesure de pression d'explosion et activation de la source d'inflammation ;
- g) Nettoyage de l'enceinte (absorption des gaz résiduels et purge à l'air propre) ;
- h) Répétition des étapes a) à h) tant que nécessaire avec des compositions du mélange différentes ou identiques.

Les résultats des essais de détermination des LIE sont présentés dans le tableau 7.

Tableau 7 : Résultats d'essais de détermination des limites inférieures d'explosivité

Concentration du mélange	Limite inférieure d'explosivité
2 %v MeOH	0,6 %
4 %v MeOH	0,9 %
6 %v MeOH	1,3 %

Principe et résultats de la détermination de la pression de vapeur saturante

La mesure est réalisée à l'aide de l'appareil MINIVAP VPXpert-L de Grabner Instruments, dont la gamme de mesure est de 0-100 kPa.

La pression de vapeur absolue (P_{sat}) d'un liquide est définie comme la pression qui s'établit au-dessus d'un liquide dans le vide à une température donnée.

La mesure est réalisée selon la méthode « triple expansion » développée par Grabner Instruments dans leurs appareils type MINIVAP VPXpert. Cette méthode permet de déterminer précisément la pression de gaz totale (P_{tot}) ainsi que la pression de gaz dissous (P_{gaz}), même sans préparation de l'échantillon. La pression de vapeur absolue (P_{sat}) s'écrit :

$$P_{\text{sat}} = P_{\text{tot}} - P_{\text{gaz}}$$

La mesure de pression de vapeur est déterminée à partir d'un échantillon de 10 ml de liquide, 7,5 ml pour le rinçage et 1 ml pour la mesure. La taille de la cellule de mesure est de 5 ml.

La température de la cellule de mesure est contrôlée à $\pm 0,1^\circ\text{C}$ par un module thermo électrique et mesurée par une sonde à résistance de platine (Pt 100).

L'appareil de mesure de pression de vapeur MINIVAP VPXpert-L est vérifié avec de l'hexane de pureté égale à 99,2 % (VWR Chemicals lot 21B034015 – référence : 26608.296). Ce test de vérification est effectué avant et après les mesures réalisées avec le mélange à base de méthanol. Pour information, l'incertitude de mesure -L sur l'hexane est inférieure à $\pm 0,4$ kPa.

Les mesures sont réalisées sur trois échantillons composés d'un mélange d'ester et de méthanol, référencés 24AN096 et 24AN097. Les échantillons n'ont subi aucune préparation initiale avant de réaliser les mesures.

Pour chaque échantillon, trois mesures consécutives sont réalisées à une température de 20°C . La valeur moyenne des mesures de pression de vapeur est retenue.

Les résultats des mesures de pression de vapeur saturante pour les 3 échantillons sont reportés dans le tableau suivant.

Tableau 8 : Résultats des mesures de pression de vapeur

Echantillon : 24AN096 + 24AN097				
Echantillon	Mesures de pression de vapeur (kPa)			Moyenne (mbar)
	1	2	3	
2 % v MeOH	4,9	5,17	5,06	50,4
4 % v MeOH	8,02	8,01	8,03	80,2
6 % v MeOH	10,21	10,17	10,21	102,0

Conclusion

Le tableau 9 récapitule les résultats obtenus aux cours des différents essais :

Tableau 9 : Récapitulatif des résultats obtenus

Essai/Mélange	2 %v MeOH	4 %v MeOH	6 %v MeOH
<i>Point d'éclair</i>	27,0°C	21,5°C	14°C
<i>PIE</i>	18,5°C	13,1°C	10,0°C
<i>LIE</i>	0,6 %	0,9 %	1,3 %
<i>Pression de vapeur</i>	50,4 mbar	80,2 mbar	102,0 mbar

ANNEXE 3

-

Rapport d'investigation visuelle et documentaire des capteurs de niveau du coalesceur

Capteur de niveau du coalesceur - Ref : 10LDT2104

Inspection visuelle du matériel :

Fabricant : FOXBORO ECKARDT

Marquages visibles :

- Marquage ATEX : Ex II2G EEx ib/ia IIB/IIC T4/T6
- Certificat ATEX : PTB 01 ATEX 2044
- Marquage sur bride : température / pression / force

Les marquages ATEX visibles sont ceux du capteur type AI 419.

Le marquage ATEX remis par SAIPOL est le suivant :

- Marquage ATEX : Ex II2G EEx ib/ia IIC T4
- Certificat ATEX : PTB 01 ATEX 2168

Marquage pour transmetteur 144LVD fonctionnant avec capteur type AI 419

Equipment composé d'un flotteur suspendu à une chaîne elle-même connectée à une cellule de mesure intégrée à la bride de connexion DN 80. L'équipement est ensuite équipé d'un système de connexion/déconnexion du capteur à l'amplificateur non présent durant notre expertise.

Sur la partie extérieure de l'équipement : pas de dommage apparent visibles

Sur la partie interne de capteur : coloration violette dans la cellule de mesure.

Nous notons aussi la présence d'un fil en sortie de la cellule de mesure correspond sûrement à la connexion électrique du capteur.



Etude des documents fournis

Nom du fichier	Type de document	Informations notables	Commentaires
144LVD_1PSS_A_001_en	Spécifications fabricant du produit / datasheet	Informations sur les conditions d'installation du capteur. Vue éclatée de l'équipement	Les données de ce document ont été complétées avec les données de l'Attestation d'examen UE de type PTB 01 ATEX 2044
Calcul de boucle 10LDT2104	Calcul de boucle pour le capteur type FOXBORO-ECKARDT 144LVD/144LD	Certificats utilisés listés 144LVD : PTB 01 ATEX 2168 Carte AI 2 Wire : KEMA 04ATEX 1244 Coffret inox : BSV 04ATEXE157 Longueur de câble : 150 m Certificat joint au fichier PTB 01 ATEX 2168	Données de calculs SI tirées du certificat PTB 01 ATEX 2168 en accord avec les caractéristiques SI de la sonde type AI 419 : $U_i = 30V$ $I_i = 150\text{ mA}$ $C_i = 4.8\text{ nF}$ L_i négligeable
Certificat EN 10LDT2104	Certificat d'inspection	Validation du type 144LVD du matériel et du test pression	-
Schéma de boucle 10LDT2104	Schéma de boucle SI pour le capteur 10LDT2104	Capteur câblé vers la station C51 Entrée analogique Câble de type 01IP09EGSF	-
Spécification 10LDT2104	Spécifications intégrateur site	Spécification du capteur et produit à mesurer	-
Type capteur 10LDT2104	Instrument list des capteurs 10L2102 à 10L2111	Sonde niveau par flotteur Mesure sur domaine 0-1800mm Alarme niveau haut et bas	Signal vers 10HS2101
01IP09EGSF_GRIS - 14482104 - 2025-01-27 03_05_02	Datasheet cable type 01IP09EGSF par SERMES	Information relative à l'inductance et la capacitance de ce type de câble	

Vérification du calcul de boucle 10LDT2104

Validation des valeurs utilisées

	Capteur		Cable (xx/km)		Barrière	
Fabricant	FOXBORO-ECKARDT		?		SIEMENS	
Type	144LVD		01IP09EGSF		6ES7 131-7TD00-0AB0	
Valeurs	Calcul	Certificat (*)	Calcul	Ref (**)	Calcul	Certificat (***)
U (V)	30	30	-	-	27.6	27.6
I (mA)	150	150	-	-	91	88,2
P (mW)	900	900	-	-	630	610
L (mH)	0.0048	0.0048	0.31	0.38	13	15.7
C (µF)	-	-	0.16	230	0.65	0.665

(*) certificat fournit avec le calcul de boucle

(**) choix de la valeur la plus contraignante trouvé sur le internet pour ce type de câble

(***) Valeurs extraites du dernier avenant au certificat, le certificat a date du calcul de boucle réalisé par SAIPOL n'étant pas disponible. Valeurs sélectionnées pour un circuit connecté individuellement pour le groupe de gaz IIB, avec les valeurs les plus contraignantes de L_o , C_o

Input circuit (terminals 1 and 2 on TM-EM):

in type of protection intrinsic safety Ex ia or Ex ic, with the following maximum values:

$U_o = 27,6 \text{ V}$; $I_o = 88,2 \text{ mA}$; $P_o = 610 \text{ mW}$.

For Ex ia IIC: $C_o = 83 \text{ nF}$; $L_o = 3 \text{ mH}$.

For Ex ia IIB and Ex ia IIIC: $C_o = 665 \text{ nF}$; $L_o = 15,7 \text{ mH}$.

For Ex ic IIC: $C_o = 282 \text{ nF}$; $L_o = 4,9 \text{ mH}$.

Validation de la longueur de câble

BARRIERE				CABLE				CAPTEUR				
Paramètres de sortie				Caractéristiques				Paramètres d'entrée				
Constructeur	SIEMENS			?				FOXBORO-ECKARDT				
Type	6ES7 134-7TD00-0AB0			01IP09EGSF				144LVD				
N° certificat	KEMA 04ATEX1244			N/A				PTB 01 ATEX 2168				
Marquage	Ex ib [ia] IIC T4			N/A				Ex II2G EEx ib/ia IIC T4				
Paramètres de sortie pour le groupe de gaz ciblé:				Caractéristiques du câble (câble de 2 à 3 conducteurs non spécifié: Lc = 1µH/m et Cc = 220pF/m (EN 60079- 14:2014, cl. 16.2.2.2)				Paramètres d'entrée pour le groupe de gaz ciblé:				
		Uo =	27,6	V		Lc =	0,38	µH/m		Ui =	30	V
		Io =	88,2	mA		Cc =	230	pF/m		Ii =	150	mA
		Po =	610	mW	Longueur de câble réellement installée					Pi =	900	mW
					sur site =			m				
		Lo =	15700	µH	Longueur maximale autorisée:		2870,4	m		Li =	0	µH
		Co =	6,65E+05	pF						Ci =	4,80E+03	pF
LA BOUCLE DE SECURITE INTRINSEQUE EST VALIDEE												

Validation de la longueur de câble

Installation de 150 m → possibilité d'installer 2870 m selon calcul de boucle le plus contraignant.

Capteur de niveau à lames - Ref : 10LS2115



Inspection visuelle du matériel :

Absence de marquage correspondant à un matériel ATEX

Marquages visibles :

Extérieur bride : 1.4435 A837 003

Intérieur bride : 1894 Q51 1.4435 4021531 KS2

Bride : DIN EN 1092-1 05 DN 50 PN 40 1.4435/316L Ch 514563 GERMANY 0784

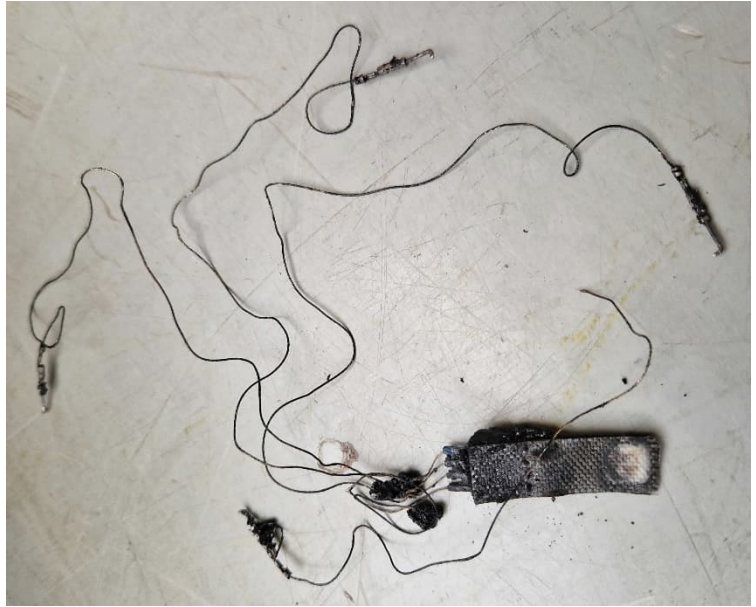
Lame : B1 22281

Sur la partie externe de la bride : Présence d'un manchon soudé et d'un circlip utilisé vraisemblablement pour fixer la tête du capteur. Une mèche est visible depuis cette extrémité.

Sur la partie interne de la bride : Présence du bilame sans dommage apparent hormis une coloration bleutée au niveau de sa base.



Lors du retrait de la mèche située l'intérieur du tube du bilame, on note la présence fils métalliques terminés par des connecteurs, dans un amas de matière calcinée.



Etude des documents fournis

Nom du fichier	Type de document	Informations notables	Commentaires
TI328FES	Documentation technique pour le détecteur de niveau par vibration liquiphant M FTL 50, 51, 50H, 51H		non utilisé car en espagnol
Type capteur 10LS2115	Instrumenlist des capteurs 10L2114 à 10L2123	Pour le capteur 10L_2115 LEVEL SWITCH VIBRATION TYPE fabricant Endress Hauser Via RIOS / Plan trip SHH OFF	Le capteur semble être utilisé pour détecter un très haut niveau et il entraîne une coupure
Calcul de boucle 10LS2115	Calcul de boucle pour le capteur type ENDRESS+HAUSER LIQUIPHANT M FTL51C	Certificats utilisés listés FTL51C : KEMA <u>04</u> ATEX1071X Carte 8DI Namur : KEMA 04ATEX 1248 Coffret inox : BSV 04ATEXE157 Longueur de câble : 150 m Certificat joint au fichier KEMA <u>00</u> ATEX1071X	Le capteur 10LS2115 n'est pas référencé dans la liste des capteurs inclus dans le calcul de boucle (cf extrait* ci-dessous). A confirmer avec SAIPOL que le capteur 10LS2115 est bien couvert par ce calcul de boucle Le matériel FTL51C est couvert par le certificat KEMA 00ATEX1071X et non par le certificat KEMA 04ATEX1071X (coquille dans le document SAIPOL)
Certificat Namur	KEMA 04ATEX 1248 – Issue 02	Certificat pour la carte 8DI Namur fabricant SIEMENS AG	-
Radar LevelFlex M KEMA 04 ATEX 1129 X	KEMA 04ATEX 1129X – Issue 00	Certificat pour le capteur Radar Levelflex M type FMP41C fabricant Endress+Hauser	Certificat en Allemand Le type (FMP41C) déclaré par SAIPOL ne correspond pas au type indiqué dans le calcul de boucle (FTL51C). L'ensemble de l'étude ci-après est basée sur les caractéristiques du type FTL51C.
Schéma de boucle 10LS2115	Schéma de boucle pour le capteur 10LS2115	Capteur (utilisation 2+ et 1-) câblé vers la station C52 (utilisation sur 7+ et 8-) avec un câble de type 01IP09EGSF	-

TI347FEN	Documentation technique pour le détecteur de niveau par vibration liquiphant M FTL 51C	Enveloppe FTL51C avec deux inserts électroniques possible pour une connexion NAMUR (FEL56 et FEL58)	
01IP09EGSF_GRIS - 14482104 - 2025-01-27 03_05_02	Datasheet cable type 01IP09EGSF par SERMES	Information relative à l'inductance et la capacitance de ce type de câble	

(*) Extrait du document Calcul de boucle 10LS2115

Capteurs	Station Déportée	Folio	Plan	Emplacement	Voie	T° fluide
10LS2401	C01	338	60655	10	2	
12LS2601	C01	353	60655	10	3	
10LS2302	C02	326	60655	12	2	
10LS2303	C02	327	60655	12	3	
11LS2502	C102	346	60655	12	2	
12LS2603	C102	356	60655	12	5	
12LS2606	C51	360	60655	11	2	
10LS2405	C52	344	60655	9	4	

Vérification du calcul de boucle 10LS2115

Validation des valeurs utilisées

	Capteur		Cable (xx/km)		Barrière	
Fabricant	Endress+Hauser		?		SIEMENS	
Type	FTL51C- Electronique FEL56/58		01IP09EGSF		6ES7 131-7RF00-0AB0	
Valeurs	Calcul	Certificat (*)	Calcul	Ref (**)	Calcul	Certificat (***)
U (V)	16	16	-	-	9.6	9.6
I (mA)	52	52	-	-	16	16
P (mW)	169	169	-	-	38	38
L (mH)	-	-	0.31	0.38	400	0.1
C (µF)	-	-	0.16	0.230	28	11.9

(*) certificat fournit avec le calcul de boucle

(**) choix de la valeur la plus contraignante trouvé sur internet pour ce type de câble

(***) Valeurs extraites du dernier avenant au certificat, le certificat a date du calcul de boucle réalisé par SAIPOL n'étant pas disponible. Valeurs sélectionnées pour un circuit connecté individuellement pour le groupe de gaz IIB, avec les valeurs les plus contraignantes de Lo, Co

Each circuit individually connected:

$U_o = 9,6 \text{ V}$
 $I_o = 16 \text{ mA}$
 $P_o = 38 \text{ mW}$

	IIC	IIB
C_o	3,6 µF	28 µF
L_o	110 mH	400 mH

In addition, the following values are allowed for circuit with concentrated capacitances and concentrated inductances in combination:

IIC		IIB	
C_o	L_o	C_o	L_o
0,38 µF	100 mH	2,46 µF	100 mH
0,68 µF	10 mH	3,76 µF	10 mH
1,06 µF	1 mH	6,16 µF	1 mH
1,96 µF	0,1 mH	11,9 µF	0,1 mH

Validation de la longueur de câble

BARRIERE					CABLE					CAPTEUR					
Paramètres de sortie					Caractéristiques					Paramètres d'entrée					
Constructeur	SIEMENS				?					Endress+Hauser					
Type	6ES7 131-7RF00-0AB0				01IP09EGSF					FTL51C					
N° certificat	KEMA 04ATEX1248				N/A					KEMA 00ATEX1071X					
Marquage	Ex ib [ia] IIC T4				N/A					Ex ia IIC T6					
Paramètres de sortie pour le groupe de gaz ciblé:					Caractéristiques du câble (câble de 2 à 3 conducteurs non spécifié: Lc = 1µH/m et Cc = 220pF/m (EN 60079-14:2014, cl.16.2.2.2)					Paramètres d'entrée pour le groupe de gaz ciblé:					
			Uo =	9,6	V			Lc =	0,38	µH/m			Ui =	16	V
			Io =	32	mA			Cc =	230	pF/m			Ii =	52	mA
			Po =	38	mW	Longueur de câble réellement installée							Pi =	169	mW
						sur site =									
			Lo =	100	µH								Li =	0	µH
			Co =	1,19E+07	pF	Longueur maximale autorisée:							Ci =	0,00E+00	pF
LA BOUCLE DE SECURITE INTRINSEQUE EST VALIDEE															

Installation de 150 m → possibilité d'installer 263 m selon calcul de boucle le plus contraignant.

Conclusion

Lors de l'examen visuel des capteurs, aucun dommage, de casse ou rupture des éléments sensibles n'a été observé. Toutefois, il a révélé la présence de colorations bleues/violettes sur certaines parties des capteurs en acier inoxydable. Ces colorations sont généralement obtenues pour des échauffements allant de 270°C à 320°C environ. Ces températures ne sont pas compatibles avec le fonctionnement des équipements évalués, même en cas de dysfonctionnements prévisibles ou dysfonctionnements rares.

Les deux capteurs sont protégés par sécurité intrinsèque c'est-à-dire que l'énergie transmise aux éléments sensibles est contrôlée, et ne peut pas créer des étincelles ou échauffement susceptibles d'enflammer une ATEX.

A partir des documents et informations mis à notre disposition, nous pouvons établir que les boucles de sécurité intrinsèques du capteur de niveau du coalesceur #10LDT2104 et du capteur de niveau lames #10LS2115 sont en adéquation avec les exigences des normes EN 60079-14 « Atmosphères explosives - Partie 14 : Conception, sélection et construction des installations » et EN 60079-25 « Atmosphères explosives - Partie 25 : systèmes électriques de sécurité intrinsèque » pour les calculs de boucle de Sécurité Intrinsèque ne contenant qu'une seule source de puissance.

La sécurité des appareils de sécurité intrinsèque dépend principalement de la barrière située en amont du capteur hors zone ATEX. Des investigations complémentaires sur l'installation permettraient d'approfondir l'évaluation de la génération potentielle d'autres sources d'inflammation par ces équipements :

- Evaluation des barrières de sécurité à la recherche d'un défaut électrique/électronique potentiel qui aurait pu inhiber les différents niveaux de sécurité intrinsèque et donc créer des étincelles de court-circuit avec une énergie suffisamment importante pour enflammer une ATEX.
- Evaluation de l'installation électrique directement sur le terrain :
 - o Vérification de la conformité de l'installation des barrières de sécurité intrinsèque dans les stations déportées C51 et C52. Des exigences normatives existent concernant l'installation des barrières de Sécurité Intrinsèque afin d'éviter toute perturbation électrique dans les circuits de SI (par exemple : distances minimum requises entre circuits de SI et de non SI).
 - o Vérification du cheminement des câbles de Sécurité Intrinsèque, les câbles de SI et de non SI devant être séparés afin d'éviter la génération de champ induit dans les circuits de SI.

Enfin, le capteur de niveau du coalesceur est composé d'un flotteur et d'une chaîne de suspension, le risque de génération d'étincelles par charge électrostatique doit être maîtrisé sur ce type de matériel. En effet, la continuité de potentiel est dépendante du contact métal/métal de la chaîne induit par la gravité du flotteur. Toutefois, l'absence de liquide dans le coalesceur au moment de l'ignition semble indiquer que les conditions pour la création de charges électrostatiques et donc une décharge par étincelle soient peu probables.

Pour information, l'Ineris en sa qualité d'organisme notifié au titre de la directive ATEX 2014/34/UE, est toujours vigilant lors de l'évaluation de conformité des capteurs par flotteur à la présence d'un système permettant un contact franc et permanent du flotteur avec le reste de l'équipement afin de garantir une continuité de potentiel (cf. retour d'expérience de l'explosion sur le site de Barton Solvents à Valley Center dans le Kansas en juillet 2007).

L'ensemble des éléments mis à notre disposition ne nous permettent donc pas d'infirmer ou d'affirmer que ces équipements seraient à l'origine de l'inflammation d'une ATEX sur le site de SAIPOL. Les colorations bleutées sur les deux appareils ne peuvent être dues à l'exposition rapide d'un front de flamme, et donc une expertise complémentaire sur l'installation électrique en amont des instruments ainsi qu'une série de tests électriques sur des équipements fonctionnels identiques seraient nécessaires.

ANNEXE 4

-

Rapport d'investigations complémentaires du capteur de niveau à lames

INVESTIGATIONS COMPLEMENTAIRES CAPTEUR DE NIVEAU A LAMES

À la suite de la première expertise portant sur le capteur de niveau à lames, des investigations complémentaires ont été menées sur un appareil équivalent, dans le but d'évaluer si ce type de capteur, en situation de fonctionnement dégradé, pouvait constituer une source potentielle d'inflammation.

Le matériel fourni par la société SAIPOL pour la réalisation des essais est un capteur de niveau Endress+Hauser Liquiphant M FTL51C, certifié KEMA 99ATEX0523 avec le marquage Ex II 1/2 G EEx ia IIB T3...T6. Ce modèle présente un fonctionnement identique et des caractéristiques techniques comparables à celles du capteur installé sur le site SAIPOL au moment de l'incendie.



Photo 1 : Capteur de niveau fournit par SAIPOL pour tests complémentaires



Photo 2 : Capteur de niveau installé sur le site de SAIPOL au moment de l'explosion

Trois scénarios de défaillance ont été identifiés et évalués :

- **Scénario 1 :** apparition d'une flamme due à une inflammation interne au niveau de la tête de raccordement électrique (connecteur ou électronique du transmetteur), avec transmission possible de la flamme par le tube prolongateur contenant le bilame.
- **Scénario 2 :** élévation excessive de la température de surface au niveau du tube prolongateur et du bilame, pouvant dépasser la température d'auto-inflammation du mélange gazeux présent.

- **Scénario 3** : génération d'une étincelle d'origine électrostatique.

Le matériel étant conçu selon le mode de protection par sécurité intrinsèque, les scénarios 1 et 2 ne seraient envisageables qu'en cas de défaillance de la boucle de sécurité intrinsèque, et notamment de la barrière sécurité intrinsèque installée en amont du capteur.

Scénario 1 – Inflammation avec transmission d'une ignition interne vers l'extérieur

Le capteur étudié est certifié pour une utilisation en zone 1 au niveau de la tête de connexion, et en zone 0 pour le tube prolongateur et le bilame. En raison de sa conception en sécurité intrinsèque, un gaz inflammable présent dans l'environnement peut potentiellement se retrouver aussi bien à l'extérieur qu'à l'intérieur de l'équipement, rendant ainsi plausible l'existence d'une atmosphère explosive interne.

En cas de défaut de limitation du couple tension/courant, une étincelle générée à l'intérieur du capteur pourrait théoriquement atteindre une énergie supérieure à l'énergie minimale d'inflammation du gaz environnant. Une telle ignition pourrait alors se propager vers l'extérieur, à condition que deux critères soient réunis :

1. L'existence d'un passage entre l'intérieur du tube prolongateur et l'extérieur ;
2. Des dimensions suffisantes de ce passage pour permettre la transmission d'une flamme.

Pour vérifier cette hypothèse, un test d'étanchéité à l'air comprimé a été réalisé sur le tube prolongateur du capteur effectivement en place sur le site de SAIPOL au moment de l'incident. Ce test, consistant en une mise en pression suivie de l'application d'un aérosol détecteur de fuites, visait à identifier une éventuelle perforation.



Photo 3 : Test d'étanchéité à l'air comprimé sur le tube prolongateur du capteur à bilame

Conclusion Scénario 1

Aucune fuite n'a été détectée lors de cet essai. Il est donc raisonnable de conclure que le Scénario 1 ne s'est pas produit dans le contexte de l'incendie survenu sur le site SAIPOL.

Scénario 2 – Inflammation par élévation de la température de surface au-delà de la température d'auto-inflammation (TAI)

Le capteur de niveau installé sur le site de SAIPOL était certifié T6, ce qui correspond à une température de surface maximale de 85 °C, pour une température ambiante d'utilisation allant jusqu'à 55 °C.

Le mélange explosible (ATEX) présent dans la cuve, constitué de méthanol et d'EMAG, présentait une température d'auto-inflammation (TAI) de 250 °C.

Dans l'objectif de vérifier si une élévation anormale de la température de surface du capteur pouvait conduire à une inflammation de l'atmosphère explosive, un essai thermique a été mené en simulant une défaillance complète de la boucle de sécurité intrinsèque, notamment de la barrière SI.

Ainsi, le capteur a été alimenté directement par une source 24 VDC sans limitation de courant (tension fournie en amont de la barrière de sécurité sur le site de SAIPOL), condition représentative, bien que très majorant, d'un défaut de sécurité. Le raccordement a été effectué conformément aux préconisations de la notice d'utilisation du capteur Liquiphant M FTL51C, en prenant en compte une électronique de type NAMUR H-L FEL58.

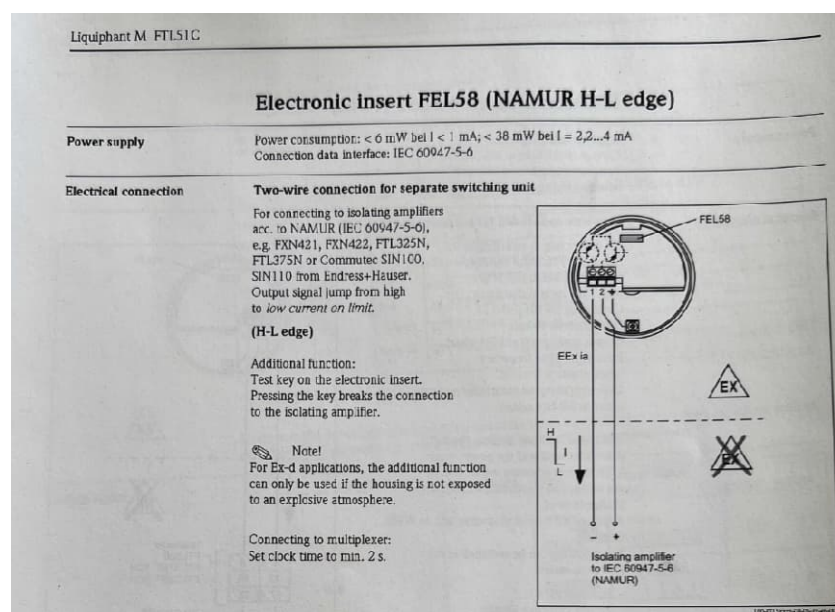


Figure 1 : Raccordement extrait de la notice du Liquiphant M FTL51C

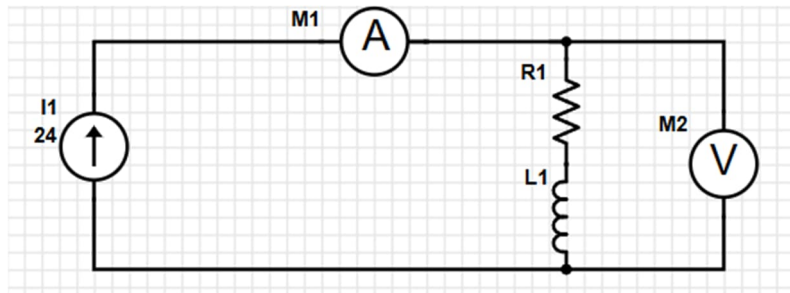


Figure 2 : Schéma électrique du montage d'essai thermique

Protocole de test

L'essai consistait à appliquer progressivement différents paliers de tension, sans limitation de courant, avec un temps de stabilisation thermique d'une minute entre chaque palier. Les valeurs de tension, courant et température ont été relevées à chaque étape. La température a été mesurée en quatre points, plus un point de référence pour la température ambiante (point 1).

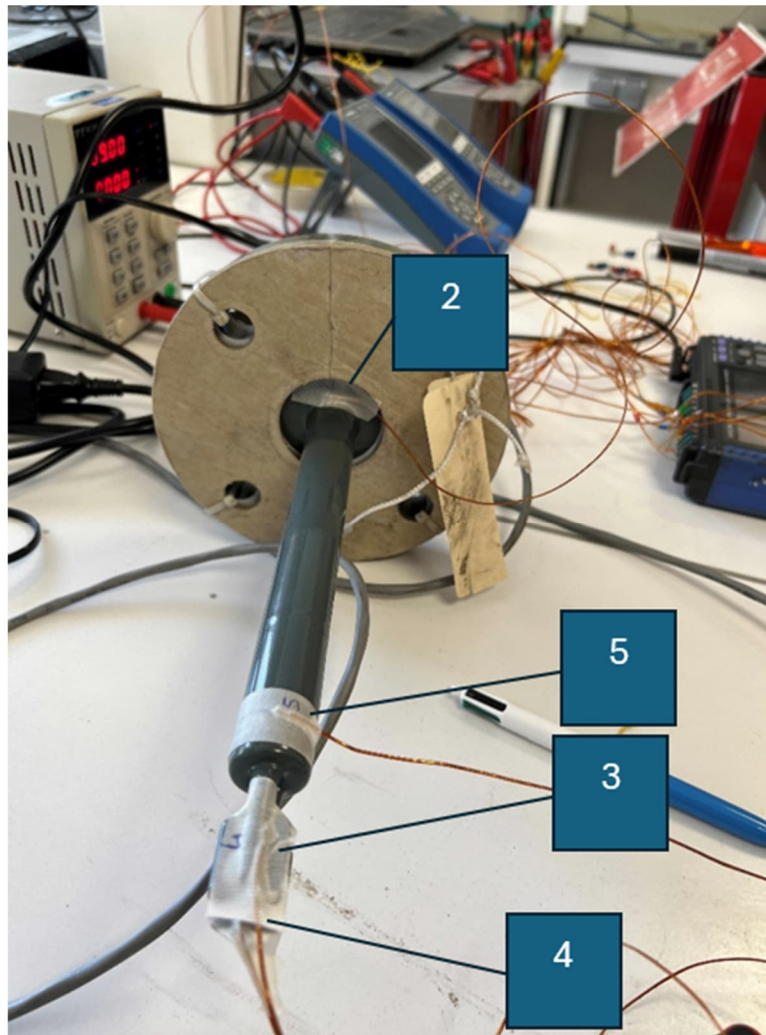


Photo 4 : Montage de l'essai thermique

Résultats

Palier	Tension (VDC)	Courant (mA)	Température ambiante (°C)	Température maximale mesurée (°C)
1	3,99	1,75	21,6	21,8
2	7,99	3,29	21,6	21,9
3	9,00	3,29	21,7	21,7
4	10,00	3,22	21,8	21,8
5	14,00	6,87	21,8	21,8
6	14,99	27,3	21,8	22,0
7	16,00	45,7	21,8	22,0
8	18,00	83,9	21,8	21,9
9	20,90	141,0	21,9	22,0
10	24,08	200,0	21,8	21,9

Tableau 1 : Températures mesurées en fonction des couples tension/courant appliqués

Conclusion Scénario 2

Malgré l'alimentation directe du capteur sous 24 VDC sans limitation de courant, il n'a pas été possible de dépasser un courant de 200 mA, l'électronique de type FEL58 limitant l'intensité entrante.

L'échauffement observé au cours de l'essai est resté largement inférieur au seuil critique de 85 °C, correspondant au classement T6, et très éloigné de la TAI de 250 °C du mélange méthanol/EMAG.

En conséquence, le Scénario 2, supposant une inflammation par élévation de la température de surface au-delà de la TAI, peut être écarté dans le contexte de l'incendie survenu sur le site de SAIPOL.

Scénario 3 – Inflammation par génération d'une étincelle d'origine électrostatique

Le capteur de niveau Endress+Hauser Liquiphant M FTL51C, fourni par la société SAIPOL pour les essais, est équipé d'un tube prolongateur recouvert d'une couche de résine.

Les revêtements isolants (résine, peinture, etc.) appliqués sur des parties métalliques peuvent, sous certaines conditions, constituer une source de décharges électrostatiques, notamment :

- des décharges glissantes de surface,
- ou des décharges en aigrette (corona), lorsque les matériaux mis en œuvre présentent une forte résistivité.

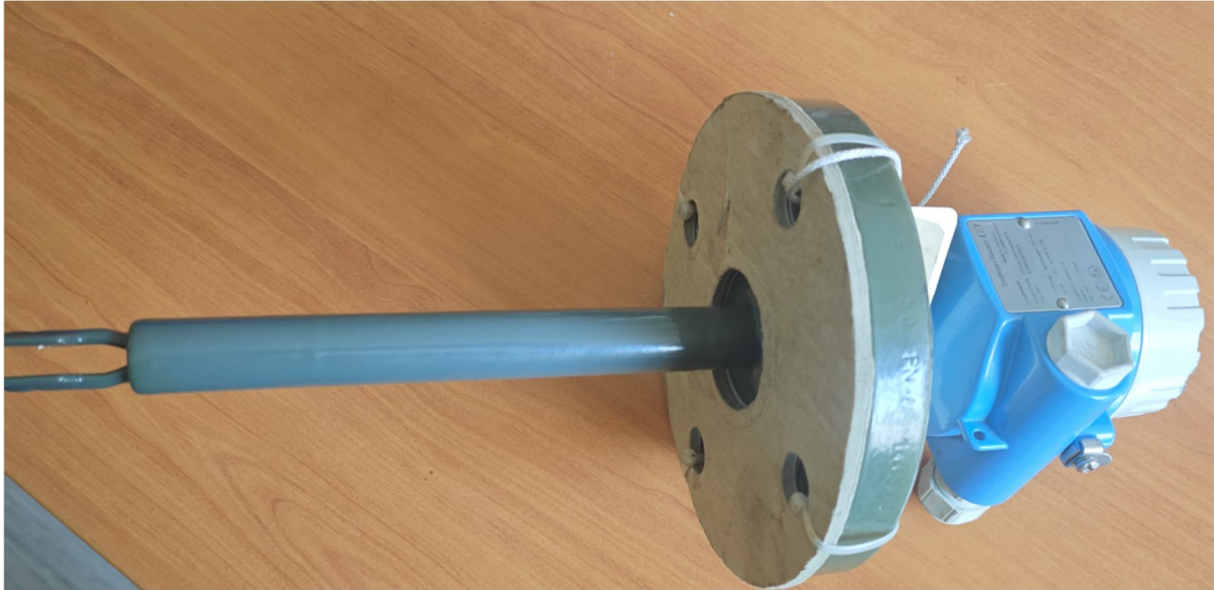


Photo 5 : Présence de résine sur le tube prolongateur du capteur à lames

Caractérisation de la résine

Des essais de caractérisation ont été réalisés en laboratoire afin de mesurer les propriétés électrostatiques de la résine recouvrant le tube :

- Épaisseur moyenne de la résine : 1,037 mm
- Résistance d'isolement : $6,8 \times 10^{13}$ ohms (très isolante)
- Tension de claquage : > 6 kV
- Charge maximale mesurée : 98 nC en extrémité de sonde

Ces résultats montrent que la résine possède des caractéristiques électriques typiques d'un isolant fort, susceptible de se charger électrostatiquement. La charge maximale mesurée (98 nC) dépasse la limite de 60 nC généralement admise pour une utilisation en atmosphère explosive de type gaz, bien qu'elle soit acceptable en zone ATEX poussière.

Conclusion sur le Scénario 3

Les essais effectués montrent que le capteur fourni pour tests par SAIPOL ne présente pas une compatibilité suffisante avec les exigences de sécurité des zones ATEX gaz, en raison :

- d'une résistance d'isolement très élevée,
- d'une épaisseur de résine > 1 mm,
- d'une charge électrostatique accumulée supérieure au seuil critique de 60 nC,
- et d'une tension de claquage > 6 kV, condition pouvant favoriser des décharges glissantes en cas de présence de fortes charges électrostatiques.

Cependant, il est important de préciser que le capteur effectivement installé sur le site SAIPOL au moment de l'explosion ne présentait pas de résine visible lors de l'expertise post-accident. Il n'a pas été possible de déterminer :

- si cet équipement était initialement dépourvu de résine,
- ou si la résine avait été présente mais éliminée ultérieurement, notamment du fait de l'élévation thermique causée par l'incendie ou par usure du temps.

Enfin, la présence effective d'une décharge électrostatique supposerait également la génération d'une charge préalable, par l'un des mécanismes suivants :

- frottement,
- influence,
- déplacement de fluide dans la cuve ...

Ces conditions, indispensables à la survenue d'une décharge, devront faire l'objet d'une analyse complémentaire sur le process pour conclure quant à la plausibilité réelle de ce scénario dans le contexte de l'incident.

Synthèse des scénarios étudiés

Scénario	Hypothèse étudiée	Résultats des essais	Conclusion
Scénario 1	Transmission d'une flamme depuis l'intérieur du capteur vers l'extérieur via le tube prolongateur	Aucun perçage détecté sur le tube lors du test d'étanchéité à l'air	Scénario écarté : aucune transmission d'explosion possible
Scénario 2	Échauffement excessif du tube prolongateur/bilame suite à défaillance de la barrière de sécurité, entraînant un dépassement de la température d'auto-inflammation (TAI)	Échauffement max mesurée < 1°C (pour une TAI de 250°C) malgré alimentation en 24Vdc directe	Scénario écarté : échauffement insuffisant, conformité au classement T6 confirmée
Scénario 3	Inflammation par décharge électrostatique due à une résine isolante sur le tube prolongateur	Résine isolante (>1 mm, >60 nC, >6 kV) présente sur le capteur testé, mais absente sur le capteur expertisé après incident	Scénario non avéré, mais non totalement exclu faute d'éléments confirmant la présence ou l'absence de résine au moment de l'explosion

Tableau 2 : Synthèse des scénarios étudiés

ANNEXE 5

**Détermination de l'EMI de mélanges EMAG/méthanol et détermination
de la capacité à l'auto échauffement du produit contenu dans le filtre coalesceur**

Introduction

Une première phase d'essais a permis de déterminer les caractéristiques principales liées à l'inflammabilité de trois mélanges (2, 4 et 6 % de méthanol), à travers des essais de détermination de la pression de vapeur saturante, du point d'éclair, du point inférieur d'explosion et de la limite inférieure d'explosivité. Ces essais ont montré le caractère inflammable de ces mélanges et leur capacité à s'enflammer à des températures inférieures à la température ambiante, même pour des concentrations faibles (2 % en méthanol).

Afin de poursuivre les recherches sur les origines de l'explosion ayant engendré l'accident, le BEA-RI a souhaité que l'Ineris détermine l'énergie minimale d'inflammation du mélange à 4 % de méthanol. Cet essai, non standard, développé au 1^{er} semestre 2025 dans les locaux de l'Ineris a été mis en suspens après échange avec le BEA-RI, à la suite de l'identification d'une nouvelle piste relative à un phénomène d'auto-échauffement, qui aurait pu être causé par un filtre (constitué d'une maille de fils métalliques et de matière polymérique) imbibé d'un mélange d'EMAG/méthanol évoqué ci-avant à une température comprise entre 60 et 70°C.

Les corps gras insaturés, typiquement les huiles d'origine naturelle, sont susceptibles de s'oxyder spontanément en présence d'oxygène (réaction intervenant dans la siccation - phénomène complexe et très lent d'oxydation). Ce phénomène connu est largement utilisé pour le traitement du bois avec l'huile de lin par exemple. Habituellement lente, la vitesse de ce phénomène peut être accélérée en augmentant la surface d'échange avec l'air et/ou en augmentant la température (il est également possible d'utiliser des catalyseurs). Les filtres, en tant que média poreux, peuvent donc être considérés comme étant des surfaces propices à l'accélération de l'oxydation des corps gras s'ils en sont imbibés. La surface d'échange (interface d'échange entre l'oxygène de l'air et l'huile) serait ainsi largement augmentée, ce qui permettrait une montée en température qui à son tour induirait un accroissement de la vitesse de réaction jusqu'à emballement thermique, et conduirait à une combustion spontanée. Cette dernière serait susceptible d'initier l'inflammation d'une ATEX. Le BEA-RI a confirmé la présence d'un mélange EMAG/Méthanol (2 à 6 %) dans l'installation au moment de l'accident, et nos essais laboratoires ont démontré que, même à température ambiante, ce mélange seul est susceptible de s'enflammer.

Echantillons

Les essais ont été réalisés sur les échantillons suivants :

- Substrat 1 : Média poreux, maille tressée en acier et plastique (polypropylène) référence Ineris 25AT009 (Figure 1) ;
- Substrat 2 : Média poreux, maille tressée en acier et plastique (polypropylène), envoi numéro 2 (Figure 2) ;
- EMAG seule : Ester Méthylique d'Acide Gras (EMAG, aussi appelé Biodiesel) référence Ineris 24AN096 (Figure 3) ;
- Méthanol : référence Ineris 24AN097 (Figure 4) ;
- Mélange EMAG/méthanol « Ineris » : mélange préparé par l'Ineris aux concentrations de 2, 4 et 6%v/v ;
- Mélange EMAG/méthanol « SAIPOL » : concentrations identiques à celle trouvées dans le coalesceur, référence 25AW749 (Figure 5).



Figure 1 : Photos du média poreux 1 référence 24AT009



Figure 2 : Photo du média poreux 2



Figure 3 : Photo de l'échantillon 24AN096

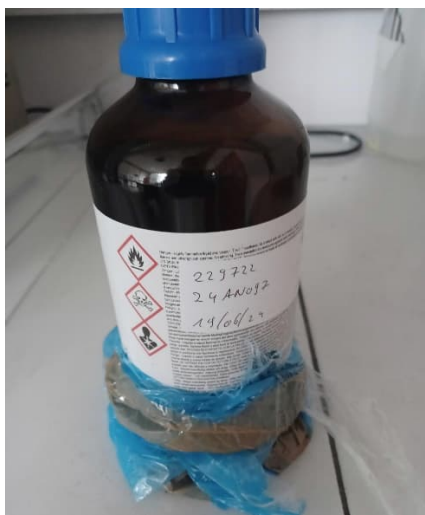


Figure 4 : Photo de l'échantillon 24AN097

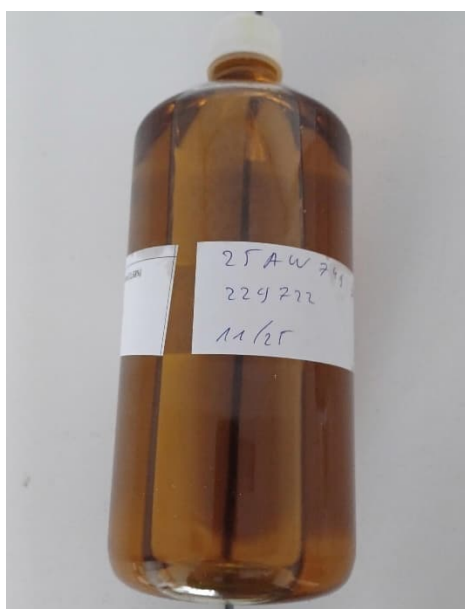


Figure 5 : Photo de l'échantillon de mélange EMAG/Méthanol fourni par SAIPOL référence Ineris 25AW749

Résultats d'essais

Détermination de l'énergie d'inflammation

L'énergie d'inflammation correspond à la quantité d'énergie à apporter pour provoquer l'inflammation d'une substance à une concentration, température et pression donnée. Elle est mesurée en mJ, plus elle est faible, plus l'ignition de la substance est facile. Lorsque la substance à tester est un liquide, elle est versée dans un récipient placé en dessous du tube d'inflammation, cela a pour effet de créer un mélange avec l'air dans un récipient hermétique (Figure 6). Un arc est généré dans la phase gaz, l'inflammation est confirmée ou non et son énergie est modifiée. Des essais successifs permettent de déterminer l'énergie la plus haute pour laquelle aucune inflammation n'est pas observée et l'énergie la plus basse pour laquelle une inflammation est observée.



Figure 6 : Photo du dispositif d'essai de mesure d'EMI

L'appareil, habituellement conçu pour réaliser cette mesure sur les gaz, a été adapté pour les liquides. En 2024, nos travaux avaient identifié un risque d'inflammation à température ambiante pour le mélange EMAG/Méthanol à 4 % (Point inférieur d'explosion à 13,1°C). Toutes les tentatives d'inflammation à 21°C (jusque 2 J) se sont révélées négatives dans les conditions d'essais sur le mélange méthanol/ester à 4 %. Ces résultats pourraient résulter de la distance entre les électrodes et la surface du liquide qui serait trop importante comparée à d'autres essais réalisés sur des liquides dans des conditions similaires (point d'explosion, point éclair, point de feu, par exemple).

Le BEA-RI a fait le choix de mettre fin au développement du protocole d'essai pour se focaliser sur une autre piste, en l'occurrence l'auto-échauffement. Les autres concentrations n'ont donc pas été testées.

Dans le cadre de l'étude de l'auto-échauffement, un essai d'analyse thermique (ATD/ATG) est, par expérience, préalablement réalisé, afin de déterminer le comportement thermique de l'échantillon. La signature thermique ainsi obtenue est analysée afin d'identifier d'éventuels phénomènes de réactions exothermiques, qui pourraient corroborer la piste de l'auto-échauffement.

Essais ATD/ATG

- *Méthode*

L'Analyse Thermique Différentielle et l'Analyse Thermique Gravimétrique permettent l'étude simultanée des comportements thermodynamiques des matériaux. Le principe de l'Analyse Thermique Différentielle consiste à suivre l'évolution de la différence de température (ΔT) entre l'échantillon étudié et une référence inerte, c'est-à-dire dépourvue d'effets thermiques dans le domaine de température étudiée.

L'Analyse Thermique Gravimétrique permet de mesurer les variations de masse (Δm) d'un échantillon au cours de son chauffage.

Un échantillon du produit à examiner (Figure 7), placé dans un creuset en pyrex identique à celui du témoin, est introduit dans un four à température ambiante, dont on élève progressivement la température à la vitesse de 5°C/min (rampe de température variable de 0,5°C/min à 5°C/min, plage de température variable de l'ambiante à 800°C). La variation de masse de l'échantillon placé dans le four est suivie à l'aide d'un module de pesée électronique en fonction du temps.

Les températures de l'échantillon (T_E) et d'une substance inerte choisie comme référence (T_R) sont également enregistrées en fonction du temps. Les dispositions adoptées permettent de préchauffer le courant d'air de balayage (440 Nl/h) à la même température que le four (Figure 7).

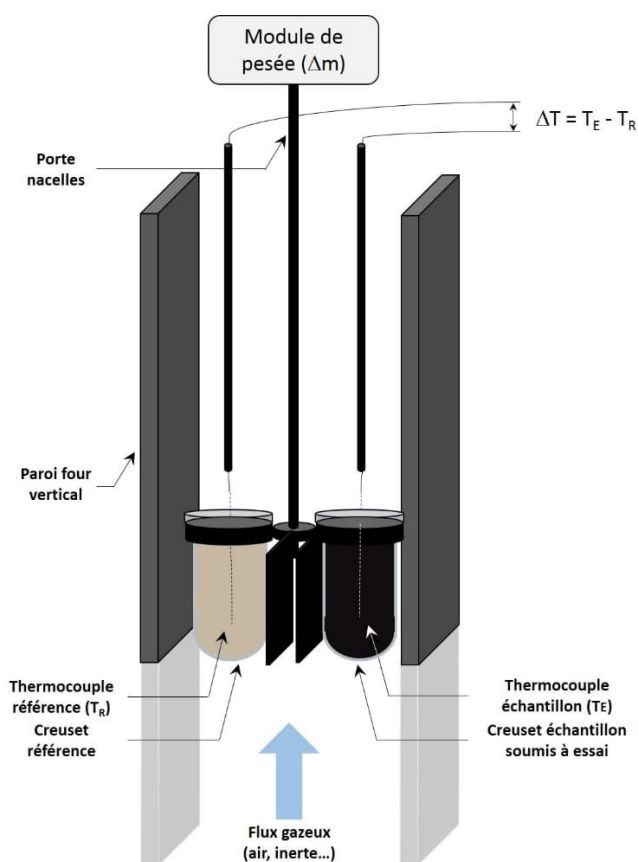


Figure 7 : Schéma général de l'ATD/ATG et en insert cliché photographique des creusets en pyrex avant essai contenant à gauche la substance de référence et à droite le mélange média poreux/EMAG

- *Essais ATD/ATG échantillon seul*

Pour explorer la piste de l'auto-échauffement, l'Ineris a proposé de réaliser, dans un premier temps, des analyses par ATD/ATG sur les différents constituants seuls. Cela permettra, dans un second temps, de comparer les résultats avec les mélanges (média poreux imbibé d'EMAG) et ainsi de détecter d'éventuelles synergies et/ou similitudes.

- *Média poreux (filtre) seul – 25AT009*

Le média poreux seul (maille constituée de fils métalliques et de polymère), présente une légère exothermie à partir de 200°C, très probablement causée par la combustion du polymère (Figure 8), phénomène également visible par la perte de masse sur la plage 200 – 500°C d'environ 33 %. Un léger pic endothermique autour de 160°C pourrait être le témoin de la température de fusion du polymère.

Le média seul ne présente pas de risque particulier d'auto-échauffement.

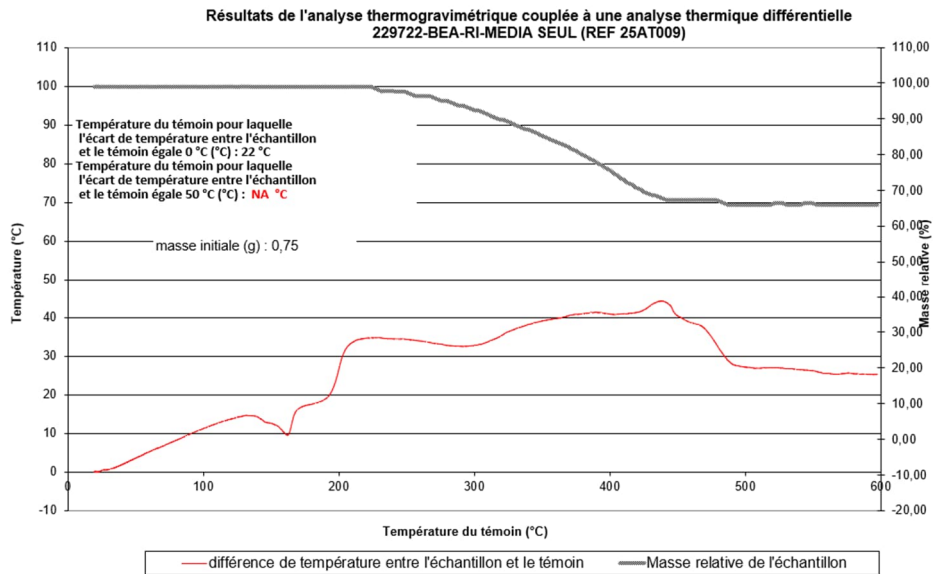


Figure 8 : Résultat de l'échantillon 25AT009 (creuset pyrex, rampe de 5°C/min, sous flux d'air, de l'ambiante à 600°C)

- « EMAG » seul - 24AN096

L'EMAG seul présente une légère exothermie entre 280 et 340°C suivie par un pic exothermique prononcé à une température de 380°C associé à une perte de masse très importante indiquant la combustion de l'EMAG (Figure 9). Avant environ 110°C, une légère endothermie témoigne probablement de l'évaporation d'humidité et de composés volatiles (COV) qui ne semblent pas présents en grande quantité au vu de l'absence de perte de masse sur cette plage de température.

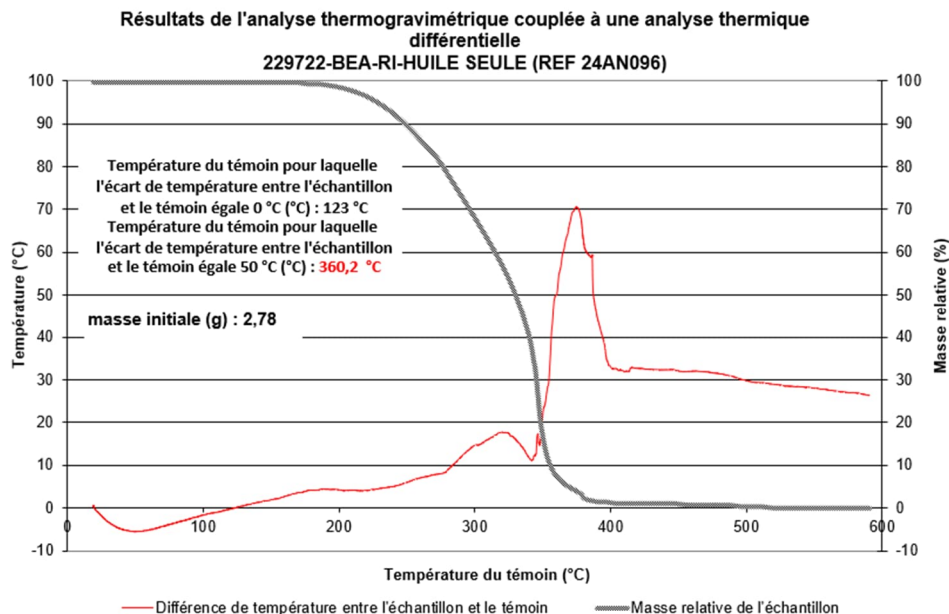


Figure 9: Résultat pour l'échantillon 24AN096 (creuset pyrex, rampe de 5°C/min, sous flux d'air, de l'ambiante à 600°C)

- *Essai sur le méthanol – référence Ineris 24AN097*

Le méthanol présente une endothermie dès les conditions ambiantes, endothermie qui s'accroît de manière significative à partir de 90°C, accompagnée d'une perte de masse totale, indiquant le dépassement du point d'ébullition et l'évaporation de la substance (Figure 10). Dans les conditions initiales de l'accident (60-70°C selon SAIPOL), le méthanol s'évapore et ne reste pas sous forme liquide.

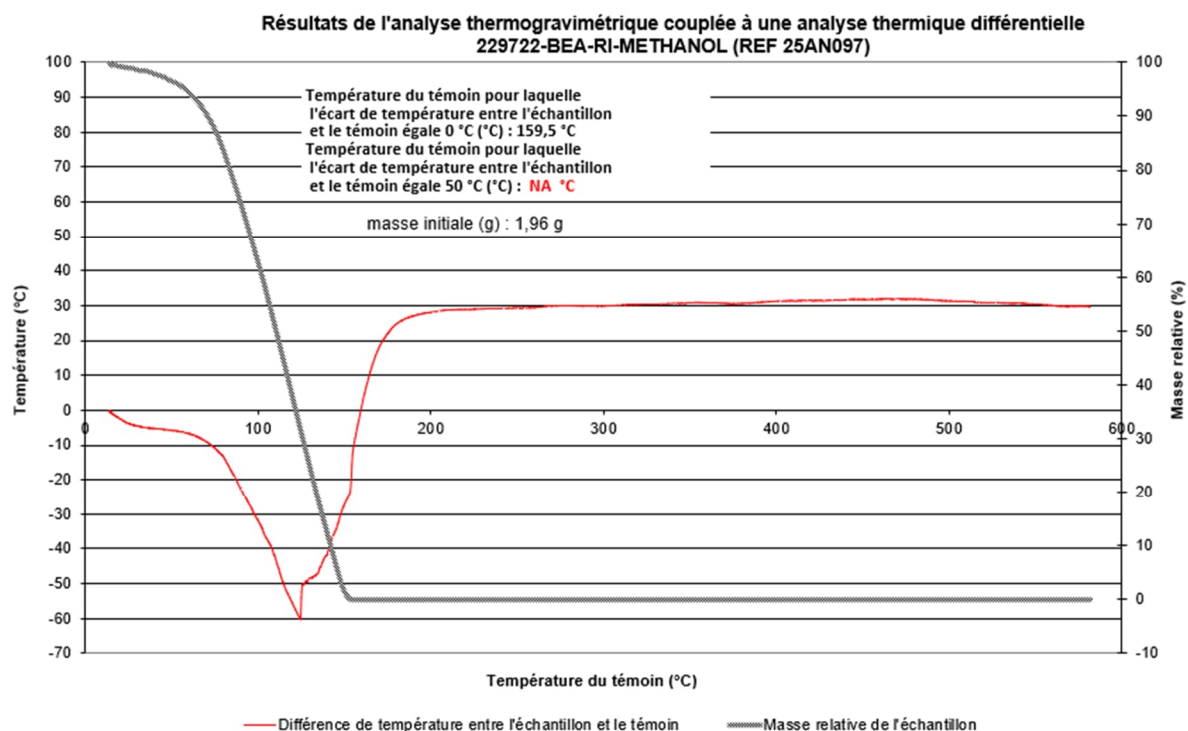


Figure 10 : Résultat sur l'échantillon 24AN097 (creuset pyrex, rampe de 5°C/min, sous flux d'air, de l'ambiante à 600°C)

- *Mélange EMAG et Méthanol à 6 %v/v*

Nous avons ensuite souhaité tester un mélange méthanol/EMAG en ATD/ATG, notre choix s'est porté sur le mélange à 6 % en raison de sa dangerosité accrue du point de vue inflammabilité (point éclair inférieur à l'ambiante).

L'ATD/ATG du mélange EMAG/Méthanol à 6%v/v (Figure 11) présente une légère endothermie et perte de masse avant 100°C, semblable à celle observée sur la courbe de l'EMAG seul (Figure 9). Le pic exothermique est légèrement plus faible que pour l'EMAG seul, la réactivité de l'EMAG semble être légèrement plus faible en présence de méthanol. La perte de masse du mélange est affectée à partir de la température ambiante puis est d'avantage prononcée à partir de 80°C jusqu'à environ 250°C. Cette perte de masse diminue de nouveau avec le pic exothermique autour de 380°C jusqu'à la perte totale.

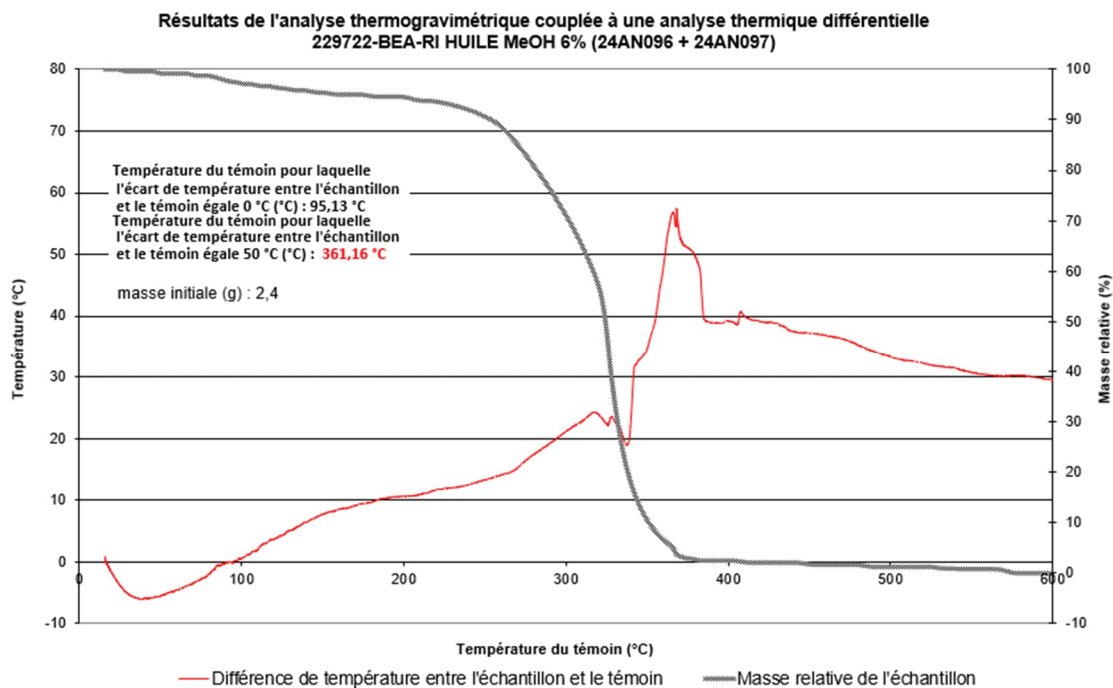


Figure 11 : Résultat de l'échantillon mélange EMAG et méthanol à 6%v/v (24AN096 + 24AN097) (creuset pyrex, rampe de 5°C/min, sous flux d'air, de l'ambiante à 600°C)

- *Essais ATD/ATG sur échantillon imbibé*

Enfin, nous avons réalisé des essais sur le média poreux imbibé de mélange d'EMAG avec ou sans méthanol à 6 %.

Le filtre est imbibé de la manière suivante :

- un morceau de substrat est découpé et pesé ;
- il est immergé dans le mélange choisi pour l'essai ;
- il est égoutté pendant 20 min ;
- l'essai est ensuite initié.

- *Essai sur le média poreux imbibé d'EMAG (sans méthanol)*

La masse initiale de l'échantillon est de 1,05 g dont 0,67 g de média et 0,38 g d'EMAG. La perte de masse est initiée à environ 150°C (Figure 12), ce qui est inférieur à la température de décomposition pour les constituants seuls (au-delà de 200°C pour le média poreux seul et 180°C pour l'EMAG seul). Il semble donc que la réactivité soit accrue lorsque l'EMAG est imprégné sur le média poreux. Le pic endothermique visible sur le média seul est toujours présent autour de 150°C, tout comme la légère exothermie autour de 300°C pour l'EMAG seul (très atténuée). Un nouveau pic exothermique est visible vers 450°C, pic qui était observable sur le média seul mais est plus nettement marqué ici, probablement causé par l'imprégnation du média poreux.

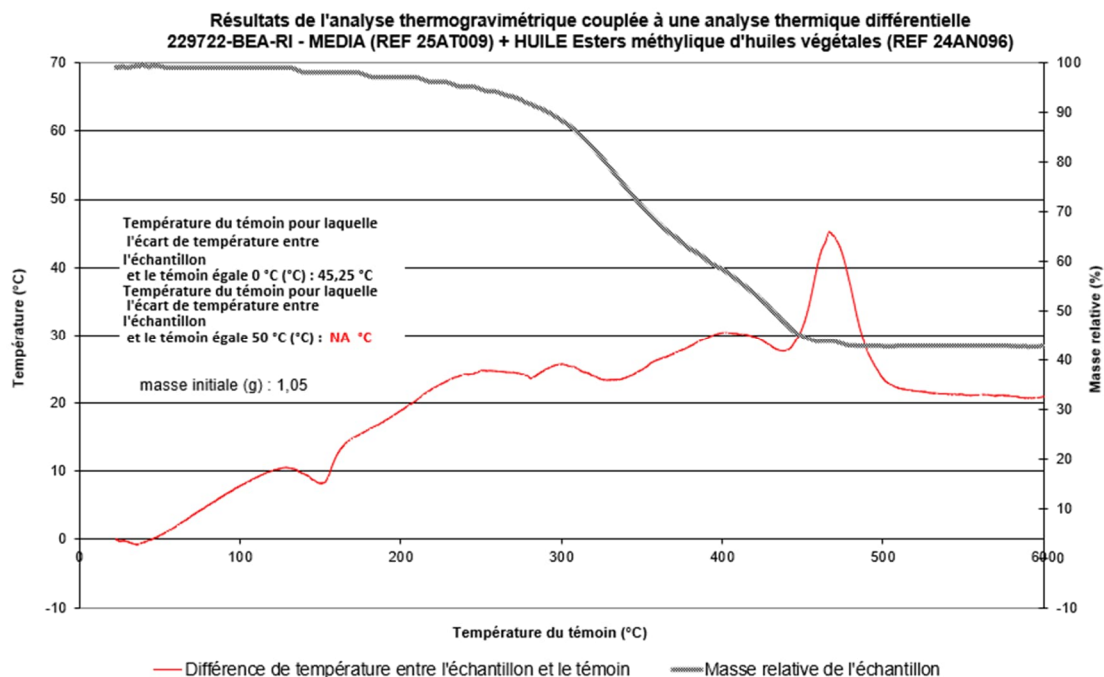


Figure 12 : Résultat du média (25AT009) imbibé d'EMAG (24AN096) (creuset pyrex, rampe de 5°C/min, sous flux d'air, de l'ambiante à 600°C)

- Essais de média poreux imbibé d'EMAG à 6 %v/v de méthanol

La masse initiale de l'échantillon est de 1,22 g dont 0,88 g de média et 0,34 g d'EMAG + méthanol à 6 %. L'ajout de méthanol modifie le comportement lors de cet essai (Figure 13), cela semble activer la réactivité de manière significative. Deux exothermies prononcées à 320 et 420°C sont visibles, la température à laquelle l'écart de température entre la référence et l'échantillon dépasse 50°C est faible, autour de 267°C, là où précédemment, pour le mélange EMAG/Méthanol seul (Figure 11), elle était d'environ 360°C.

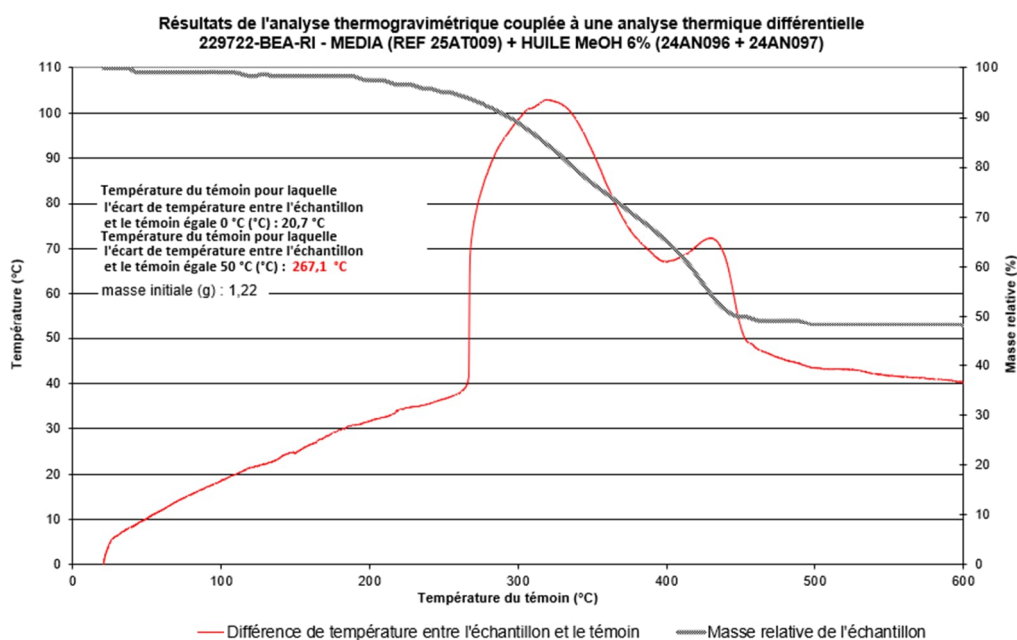


Figure 13 : Résultat du média (25AT009) imbibé du mélange EMAG/méthanol à 6%v/v (24AN096 + 24AN097) (creuset pyrex, rampe de 5°C/min, sous flux d'air, de l'ambiante à 600°C)

- *Conclusion des essais ATD/ATG*

Les essais ATD/ATG suggèrent que la combinaison du média, de l'EMAG et du méthanol provoquerait une certaine synergie exothermique. Lorsque le média, qui dispose d'une surface très importante et qui est un matériau potentiellement catalyseur (métal + plastique), est couvert d'une fine pellicule d'EMAG, elle-même au contact de l'oxygène de l'air, une réaction exothermique se produit. Il s'agit vraisemblablement d'une décomposition, plus ou moins rapide, de l'EMAG à des températures bien plus faibles que sa température d'auto-inflammation.

Pour explorer ce phénomène, il a été proposé d'étudier, à une échelle plus importante, le comportement du système composé du média imbibé d'un mélange d'EMAG et de méthanol à 6 %. Ces essais sont habituellement réalisés en étuves isothermes (essais ETI), suivant la norme NF EN ISO 15188. Pour faciliter l'exploration expérimentale du comportement d'auto-échauffement, nous avons procédé à la détermination de la température d'auto-inflammation du mélange EMAG/Méthanol fourni par SAIPOL (concentration identique à celle rencontrée lors de l'accident). Dans l'hypothèse où les essais en étuve isotherme indiqueraient une température proche ou supérieure à la TAI du mélange, alors il ne s'agirait pas d'un auto-échauffement mais d'un phénomène d'auto-inflammation.

Mesure des températures d'auto-inflammation

- *Méthode*

La température d'auto-inflammation (TAI) est déterminée en suivant la norme EN ISO/IEC 80079-20-1. Différentes quantités du liquide à tester sont versées, goutte à goutte, dans un erlenmeyer de 200 ml, préalablement chauffé (Figure 14). L'observation visuelle permet de constater si une inflammation a lieu ou non après un délai de cinq minutes. Le nombre de gouttes et la température sont modifiés jusqu'à atteindre la température la plus basse à laquelle une inflammation est observée. Après chaque essai, l'erlenmeyer est purgé avec de l'air propre et, si nécessaire, entièrement nettoyé ou remplacé.

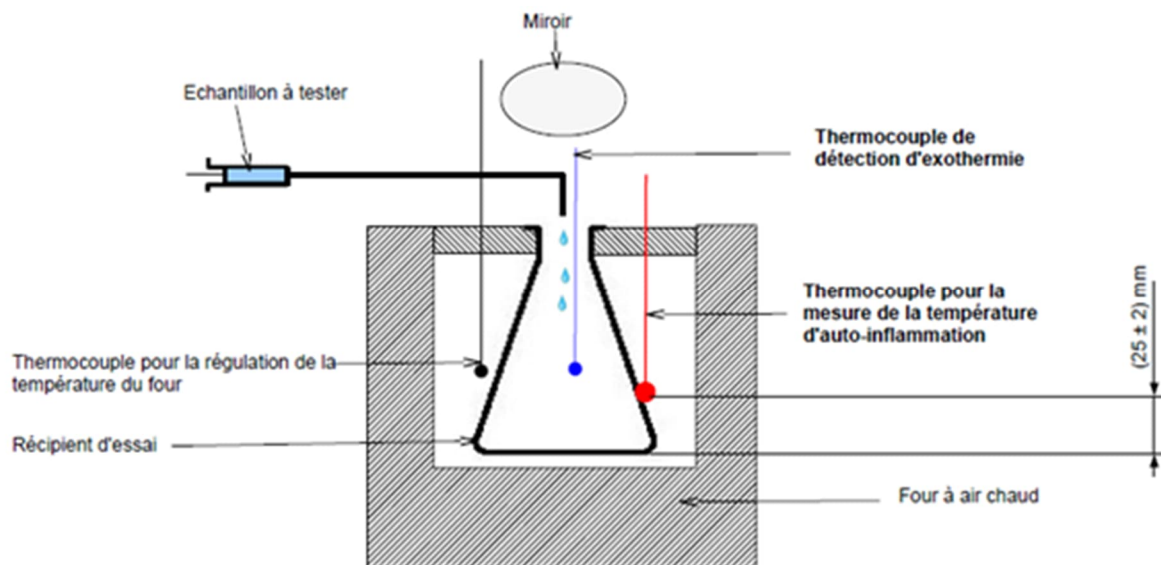


Figure 14 : Schéma de principe du dispositif d'essai de détermination de la TAI.

- *Résultats*

La température d'auto-inflammation a été déterminée à $\pm 5^\circ\text{C}$ avec 3 répétitions. Pour le mélange EMAG/Méthanol fourni par SAIPOL, la TAI a été estimée à $256^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$. Cette température est similaire à la température de début de pic exothermique sur la Figure 13.

Essais d'auto-échauffement en étuves isothermes

- *Méthode*

Principe :

L'essai consiste à déterminer la température critique d'auto-inflammation de volumes cubiques croissants d'un combustible solide. Lorsque le volume des récipients cubiques augmente, la température minimale d'auto-inflammation diminue et il est possible d'extrapoler jusqu'à un volume de stockage plus important.

Mode opératoire :

Les échantillons sont placés à température ambiante dans des récipients de forme cubique dont les parois sont formées par une toile métallique à mailles (Figure 15) suffisamment fines pour éviter le tamisage, mais qui ne freinent pas la diffusion d'oxygène. Le récipient est ensuite introduit à pression atmosphérique dans une étuve isotherme ventilée à l'air chaud et réglée à une température donnée. A l'aide d'un thermocouple placé au centre de l'échantillon, on observe si la température de l'échantillon se stabilise à la température de l'étuve, ou si elle s'élève rapidement.



Figure 15 : Exemple d'un cube dans une étuve

Un nouvel essai est ensuite effectué à une température plus élevée ou plus basse suivant le résultat de l'essai précédent, de façon à encadrer à 5°C près la température de l'étuve qui conduit à un auto-échauffement de l'échantillon. Cette température est appelée température critique d'auto-échauffement.

En réalisant des essais sur différents volumes, il est possible de corrélérer la température d'auto-échauffement à la dimension du stockage. En effet, les résultats des essais de stockage en étuve isotherme peuvent être corrélés par une loi mathématique pour des dimensions plus importantes que celles étudiées expérimentalement et/ou pour des formes différentes. Ce calcul d'extrapolation fait appel, notamment, à l'hypothèse d'une libre diffusion de l'oxygène de l'air dans le dépôt et à l'échange thermique par conduction dans le matériau. La dimension critique est déterminée pour un stockage de forme cubique cylindrique ou plan. En effet, le calcul intègre un facteur dépendant de la forme du stockage.

Adaptation :

Dans le cas des essais sur le média filtrant imbibé d'EMAG et méthanol, la procédure a dû être adaptée. Les cubes habituellement utilisés sont constitués de mailles incompatibles avec la présence d'échantillon liquide. Nous avons donc utilisé des cubes à parois pleines (Figure 16), cela modifie la capacité de l'oxygène de se diffuser au sein de l'échantillon.

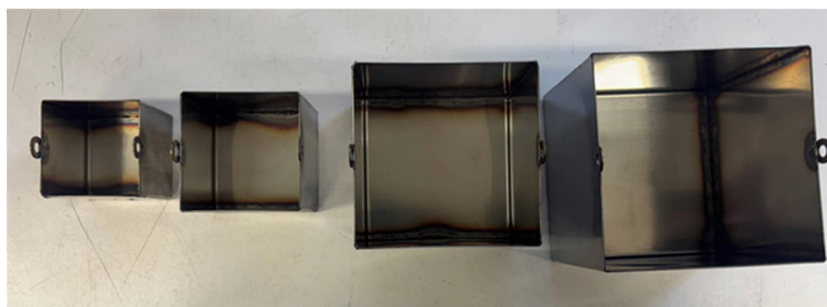


Figure 16 : Cubes utilisés pour les essais

Les essais ETI sur des substrats imbibés de liquide ne sont pas encadrés par des normes et standards. En effet cette norme s'adresse uniquement aux poussières combustibles ou matériaux granulaires et impose des cubes maillés. La méthodologie développée est donc propre à l'Ineris, bien qu'inspirée de cette norme, cette méthode n'a jamais été validée au travers d'essais inter-laboratoires. Les circonstances de la réalisation de ces essais, liées à un accident industriel, requièrent de limiter la durée de développement. Autrement dit, elles ne permettent pas la mise au point via l'expérimental d'un protocole totalement fiable qui pourrait nécessiter plusieurs années de développement.

- **Résultats d'essais préliminaires**

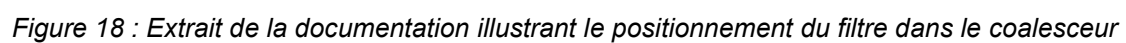
Les premiers essais ETI ont été réalisés sur le média poreux imbibé de mélange EMAG/méthanol à 6 %, réalisé par l'Ineris, sans chercher à atteindre un taux de compaction précis du média. Un cube de 125 cm³ a été soumis à essais à une température de 270°C (supérieure à la TAI de l'EMAG située à 256°C). Cet essai s'est montré négatif selon les critères de la norme NF EN 15188. Un essai dans un cube de 216 cm³, à une température de 270°C, s'est montré positif avec une augmentation de température de 69,3°C (Tableau 1), mais cela ne prouverait pas l'occurrence d'un phénomène d'auto-échauffement car la température est supérieure à la TAI de l'EMAG.

Tableau 1 : Résultats des essais préliminaires en étuve

VOLUME DU CUBE (CM ³)	TEMPERATURE DE CONSIGNE (°C)	ΔT (°C)	CONCLUSION
125	270	35,3	RAS
216	270	69,3	Inflammation

Ces premiers essais n'ont pas permis de conclure sur le risque d'auto-échauffement car l'élévation anormale de température a été remarquée au-delà de la température d'auto-inflammation du mélange EMAG et méthanol à 6 %. Des échanges avec le BEA-RI et SAIPOL ont abouti à l'obtention d'informations précises sur le fonctionnement du coalesceur et notamment le taux de compaction/densité de la maille du filtre (média poreux).

Les documentations (Figures 17 et 18) transmises par le fournisseur de média poreux de SAIPOL présentent des détails importants sur la densité du média au moment de l'accident et aussi sur sa composition. Il s'agit de deux fils d'acier (D=0,14mm) et un fil de polypropylène (D=0,4mm) cousus sous forme de maille. Le filtre est un cylindre de 984 mm de diamètre et 600 mm d'épaisseur (Volume = en deux parties (deux demi-cylindres) avec une densité de média de 350 kg/m³).



- *Résultats d'essais d'auto-échauffement*

Suites aux résultats précédents, il a donc été décidé de poursuivre ces tests en adaptant la méthode pour convenir aux conditions lors de la survenue de l'accident de SAIPOL. Une procédure spécifique (Figure 19) permettant de compacter la maille à une densité de 350 kg/m^3 , identique à celle présente sur le site de SAIPOL via les informations transmises par le fournisseur, a été développée.

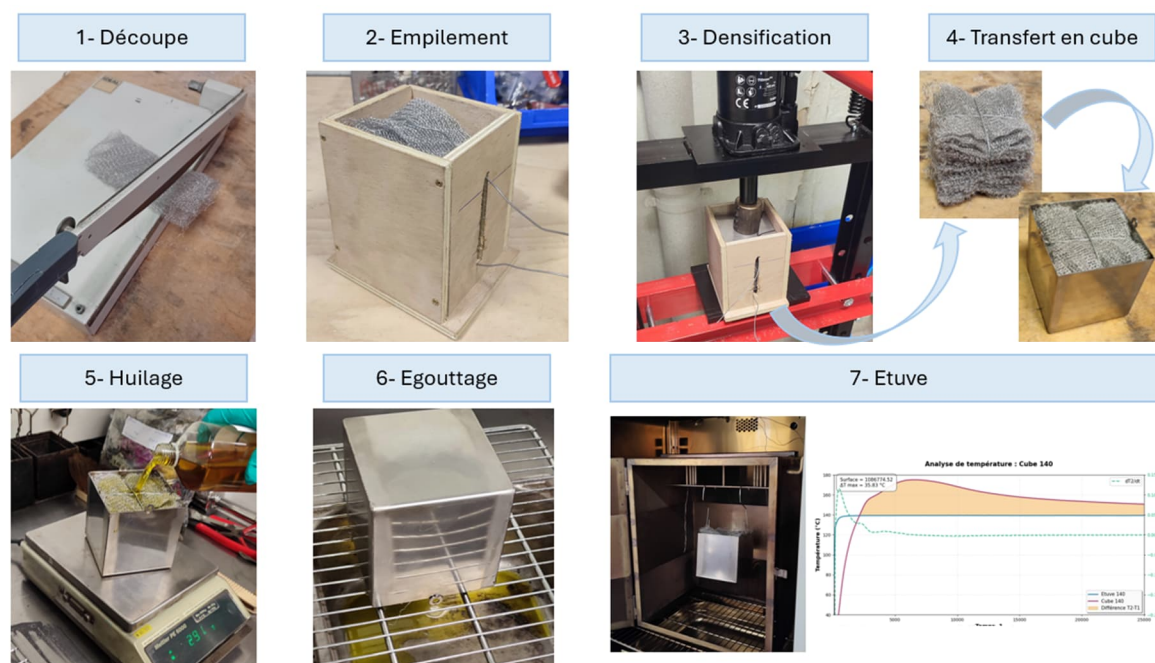


Figure 19 : Procédure simplifiée de fabrication des cubes de média pour les essais en étuve

Afin de confirmer que le risque d'auto-échauffement résulte de la configuration particulière d'association média, EMAG et méthanol, les 3 échantillons suivants ont été soumis, dans une phase préliminaire, à un essai en étuve en cube de 125 cc :

- Média filtrant non imbibé d'EMAG ;
- Mélange EMAG et méthanol à 6 % sans média filtrant ;
- Média filtrant imbibé d'un mélange EMAG et méthanol à 6 %.

D'après les courbes d'évolution thermique en fonction du temps (Figure 20), l'association média et mélange EMAG avec méthanol à 6% semble être la cause d'une augmentation de température. En effet, le média poreux seul ou l'EMAG seul ne témoigne d'aucune augmentation de température au cours de l'essai, alors qu'une fois combiné, nous remarquons la présence d'une exothermie franche. Des clichés photographiques (Figure 21) permettent une inspection visuelle de l'effet de la température sur l'EMAG avant et après 3 jours. Celle-ci a changé d'aspect visuel et est devenu plutôt orangée. Les photos des deux cubes confirment qu'une réaction de combustion a lieu lorsque le média poreux est imbibé du mélange EMAG/Méthanol avec des traces très visibles de combustion à des températures largement inférieures à la TAI du mélange EMAG/Méthanol (256°C).

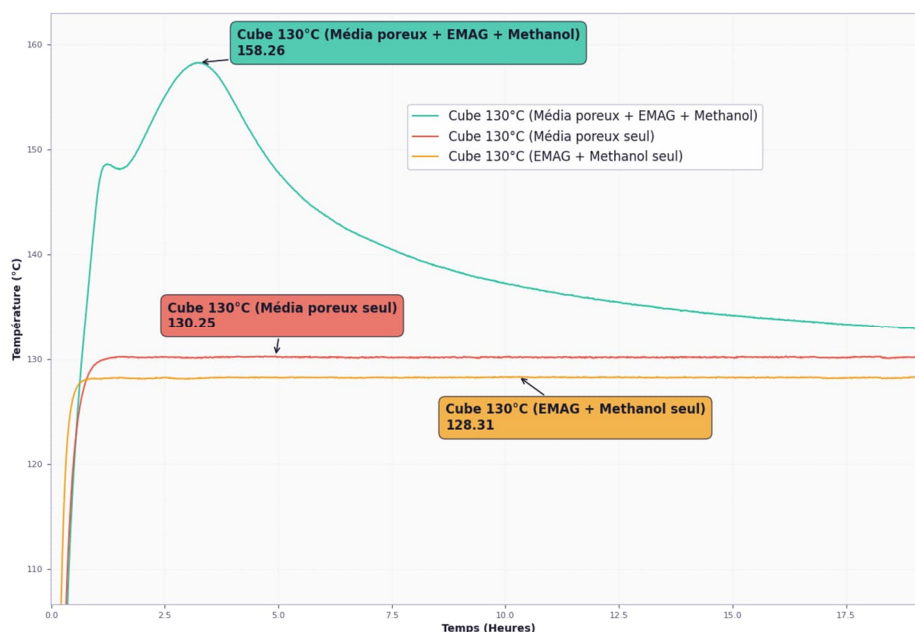


Figure 20 : Courbes d'évolution thermique en fonction du temps des échantillons média imbibés du mélange EMAG et méthanol, du média poreux seul et du mélange EMAG et méthanol (sans média poreux) ; 3 cubes de 125cc à 130°C

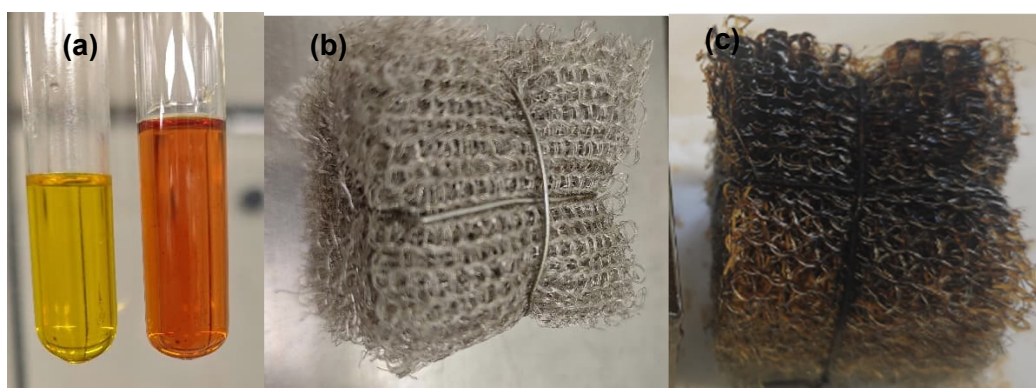


Figure 21 : Photos de l'EMAG avant et après 3 jours en étuve à 130°C (a), du cube non imbibé après essais à 130°C pendant 3 jours (b) et du cube imbibé d'un mélange EMAG et méthanol après essai à 130°C pendant 3 jours (c)

Des essais ont aussi été réalisés en cube de 1000cc, un volume bien plus conséquent que ceux en cube de 125cc, ce qui a tendance à accroître la réactivité. L'aspect visuel des cubes après essais est un indicateur d'une réaction, comme le témoignent les photos des figures 22 et 23 prises sur un cube de 1000 cc avant et après un essai à 160°C. Nous remarquons la présence de suie, carbonisation et la fusion et combustion partielle du fil de polypropylène, dont la température de fusion avait été mesurée aux environs de 160°C.

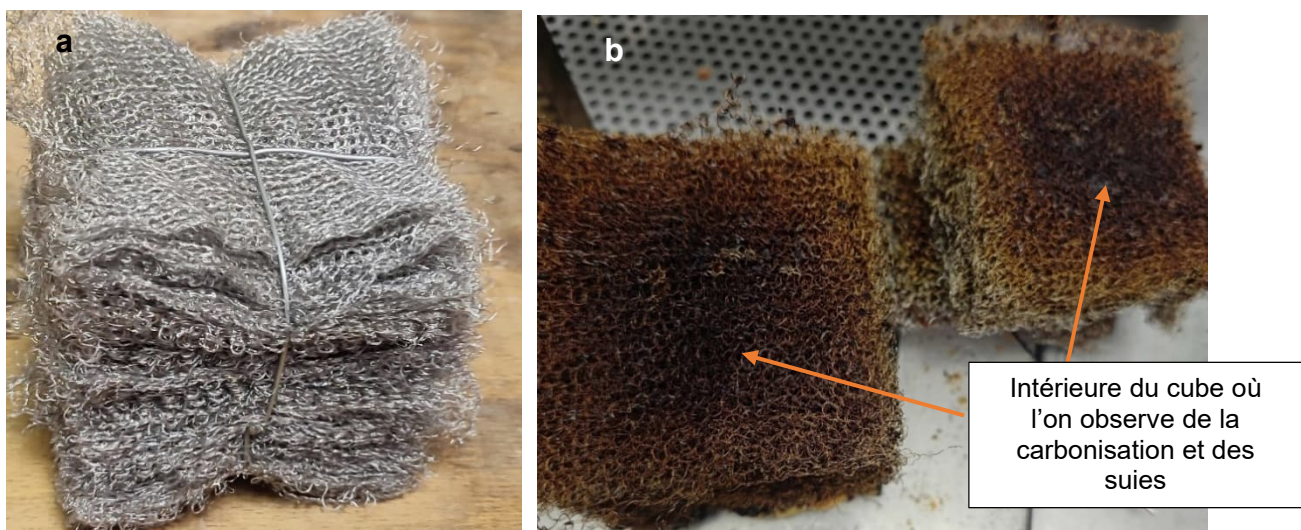


Figure 22 : Photos du média poreux compacté avant imprégnation/essai (a) et intérieur du média poreux/EMAG/méthanol après 3 jours en étuve à 160°C (b)



Figure 23 : Photos du média poreux/EMAG/méthanol après 3 jours en étuve à 160°C

- *Etude de l'effet de la température et du volume sur l'auto-échauffement*

Nous avons continué à analyser le comportement du média imbibé d'EMAG en faisant varier la température (60 à 240°C) et la taille du cube (125 et 1000 cm³).

Les résultats sont reportés dans les tableaux 2 et 3.

Tableau 2 : Résultats des essais en cube de 1000 cm³ à différentes températures

VOLUME DU CUBE (CM ³)	TEMPERATURE DE CONSIGNE (°C)	ΔT (°C)	CONCLUSION
1 000	240	76	Inflammation – Critère ΔT > 60°C
1 000	200	127	Inflammation – Critère ΔT > 60°C
1 000	160	89	Inflammation – Critère ΔT > 60°C
1 000	120	45	Non inflammation
1 000	80	4	Non inflammation
1 000	60	1	Non inflammation

Tableau 3 : Résultats des essais en cube de 125 cm³ à différentes températures

VOLUME DU CUBE (CM ³)	TEMPERATURE DE CONSIGNE (°C)	ΔT (°C)	CONCLUSION
125	160	40	Non inflammation
125	140	36	Non inflammation
125	130	28	Non inflammation
125	120	25	Non inflammation
125	100	6	Non inflammation

Les cubes de 1000cc ont confirmé le risque d'auto-échauffement via l'application du critère de la norme EN 15188 concernant l'augmentation de température (+60°C) à partir d'une température d'essai de 160°C. Aucun des essais en cube de 125cc n'a atteint ce critère.

Le critère d'inflammation joue un rôle prépondérant sur la détermination des dimensions critiques de stockage ou de la température critique de stockage via extrapolation.

- *Extrapolation aux conditions réelles*
 - *Problématique de critère d'inflammation*

La possibilité d'auto-échauffement étant désormais confirmée, nous nous sommes concentrés sur la seconde partie de l'analyse des courbes, celle relative à l'extrapolation à la dimension des filtres de SAIPOL pour évaluer la possibilité qu'un auto-échauffement ait dégénéré en auto-inflammation dans les conditions de l'accident.

Pour rappel, la norme NF EN 15188 est initialement utilisée pour caractériser le risque d'auto-échauffement des poussières et prévoir les conditions qui pourraient permettre une auto-inflammation à grande échelle (via une extrapolation) à partir d'essais à petite échelle. Dans le cas présent, adaptée de cette norme, la pertinence de la valeur du critère d'inflammation ($\Delta T > 60^\circ\text{C}$) a donc été estimée en s'appuyant également sur les observations faites sur les échantillons post essais thermiques. Ainsi, la norme considère une inflammation lorsque la température au cœur du cube est supérieure de 60°C à celle de l'étuve, ou, si un point d'inflexion est visible sur la courbe une fois que l'échantillon a dépasser la température de l'étuve. Ce dernier est plus difficile à mettre en évidence lorsque l'inflammation n'est pas nettement marquée, comme cela peut être le cas lors de l'analyse des résultats de l'échantillon (Média poreux + EMAG + Méthanol) en cube de 1000 cm^3 à 120°C (voir Figure 24).

Le point d'inflexion sur l'essai en étuve isotherme à 160°C est facilement observable sur la courbe de température mais également sur la courbe dérivée. Celui à 120°C est plus délicat à repérer et il est difficile de confirmer l'inflammation via ce critère. Nous avons donc, dans ce cas, considéré que le critère de température n'était pas validé pour une température de 120°C , selon la norme.

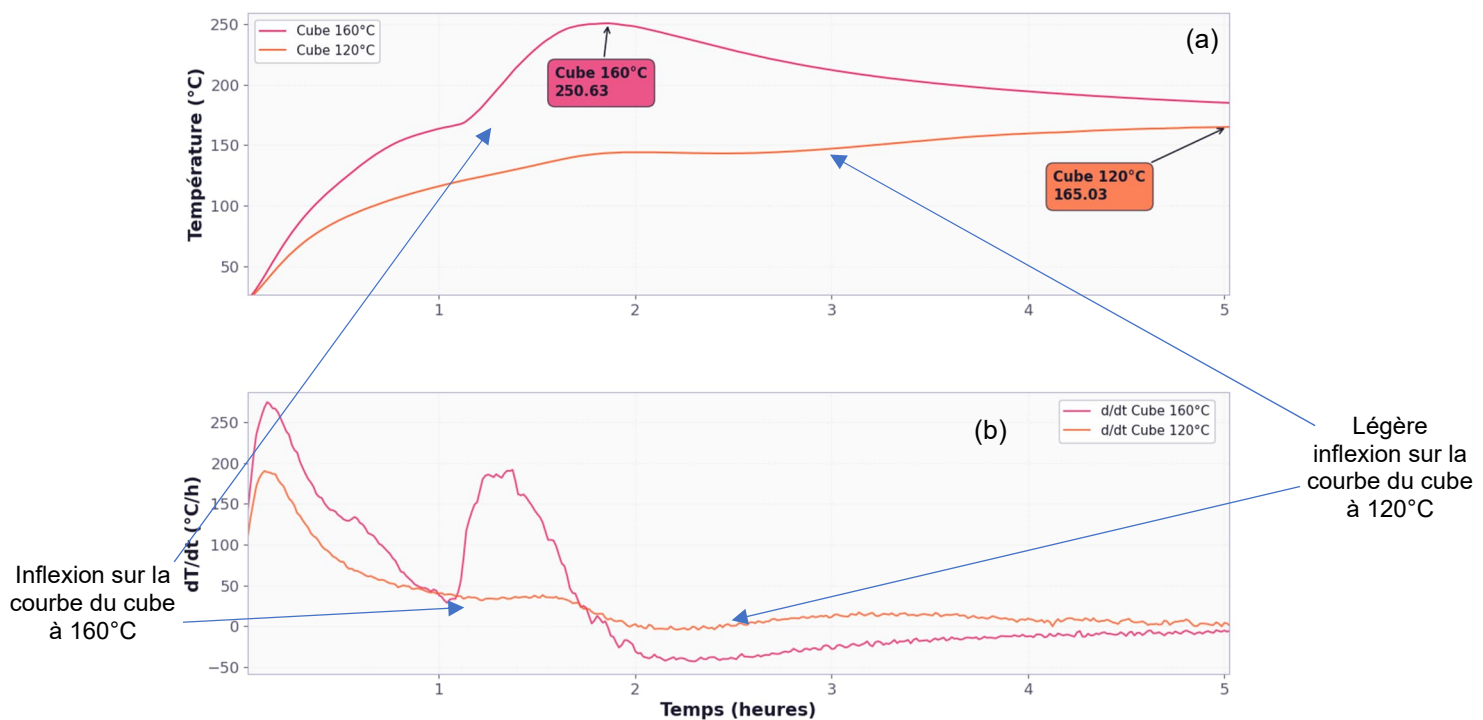


Figure 24 : Courbes d'évolution thermique en fonction du temps (a) et courbes de dérivées de la température en fonction du temps des échantillons (Média poreux + EMAG + Méthanol) placés dans des cubes de 1000 cm^3 en étuves à 120°C et 160°C (b)

Le critère de différence maximale de température entre étuve et échantillon (de 60°C) ne semble pas non plus adapté à toutes les dimensions de cubes testées. Dans le cas du cube de 125 cm^3 , au travers de ces essais, nous n'avons pas obtenu un écart de température supérieur à 40°C (Tableau 3) entre l'échantillon et l'étuve. Il serait nécessaire de réaliser d'autres essais pour confirmer ou non ce fait.

- *Extrapolation*

A partir des résultats d'essais en cube de 125 cm³ et 1000 cm³, nous avons tracé les courbes de la température maximale atteinte de l'échantillon en fonction de la température de l'étuve (Figure 25).

Les cubes de 1000 cm³ sont représentés par des points jaunes et oranges, ceux de 125 cm³, en bleus et bleus foncés. La droite rouge représente le critère d'inflammation (une augmentation de température de + 60°C) et divise le graphique en deux parties, essais théoriquement considérés comme positifs (au-dessus) et essais théoriquement considérés comme négatifs (au-dessous) selon la norme EN 15188.

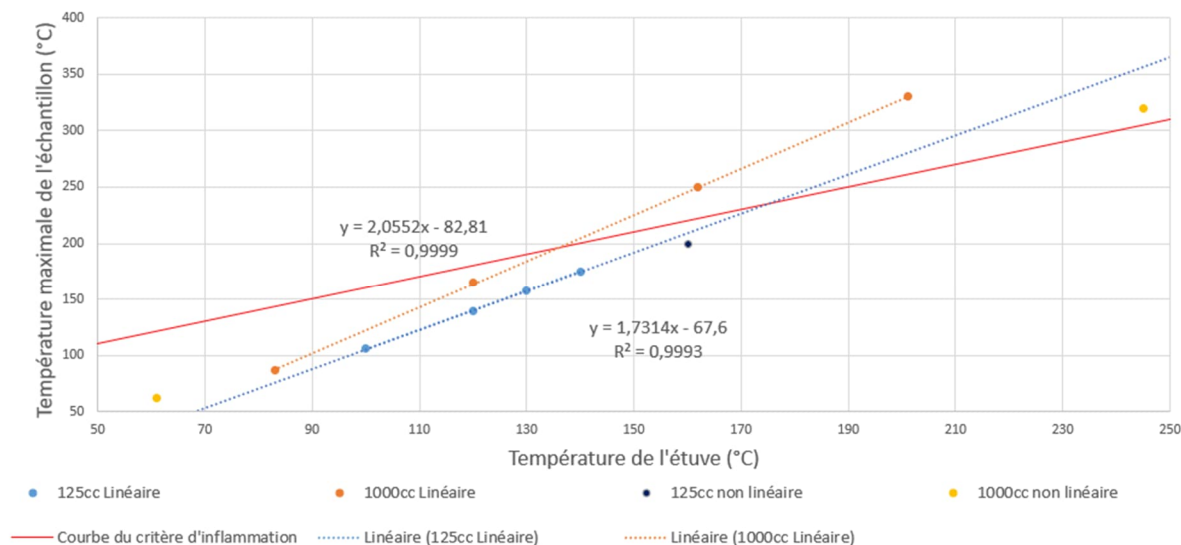


Figure 25 : Courbe de la température maximale de l'échantillon en fonction de la température de l'étuve

Pour les deux tailles de cube étudiées, nous avons identifié une plage de linéarité assez prononcée ($R^2 > 0,999$) si nous faisons abstraction des points aux extrémités (i.e. les températures d'étuves testées les plus extrêmes). L'extrémité basse représente la plage où aucune réaction n'a lieu, la température maximale de l'échantillon est égale à la température de l'étuve, l'extrémité haute représente un plateau où la réaction produirait un maximum de chaleur et atteint un équilibre thermique d'échange entre le cube et l'étuve. Entre deux, il semble que la température maximale soit directement proportionnelle à la température de l'étuve.

Remarque : Les essais ETI sont assez sensibles aux changements de paramètres tels que le positionnement du thermocouple, les approximations apportées par le protocole expérimental mis au point.

Dans ces conditions, obtenir une linéarité extrapolée aussi précise sur un total de huit cubes (4 de 1000 cm³ et 4 de 125 cm³) est remarquable.

En outre, cette linéarité nous permet, par extrapolation, de déterminer la température d'étuve pour laquelle les deux cubes auraient une température maximale de 60°C à cœur (i.e. critère d'inflammation de la norme). Ces deux températures sont matérialisées par l'intersection des droites de chaque cube, représentées en pointillées, et sont de 135°C (1000 cm³) et 175°C (125 cm³). Pour le cube de 1000 cm³, la valeur extrapolée se situe entre deux points expérimentaux et serait en bon accord avec les résultats et les observations puisque qu'il s'agit d'un point situé entre l'inflammation (critère +60°C de l'essai à 160°C) et la non-inflammation (120°C). Pour le cube de 125 cm³, le point d'intersection est au-delà de la plage expérimentale (essais réalisés jusque 160°C), ce qui ne permet pas de conclure. Sans compter que nous n'avons pas mesuré de différence de température supérieure à 60°C pour les essais en cube de 125 cm³.

Se baser sur le critère de 60°C pour les cubes de 125 cm³ sans investigations expérimentales complémentaires ne semble pas suffisant, notamment, lorsque les courbes de température en fonction du temps des essais à 120°C, 130°C et 140°C sont mises en perspective (Figure 26). En effet, pour cette taille de cube, les essais à 130°C et 140°C présentent un point d'inflexion aisément identifiable et seraient donc validés au regard du second critère de la norme NF EN 15188. Pour la courbe de l'essai à 120°C, quant à elle, aucun point d'inflexion n'est notable. Sur la base de ces constatations, la température la plus basse au cours de laquelle un phénomène d'auto-échauffement pourrait être mesuré pour un cube de 125 cm³ semblerait se situer entre 120°C et 130°C.

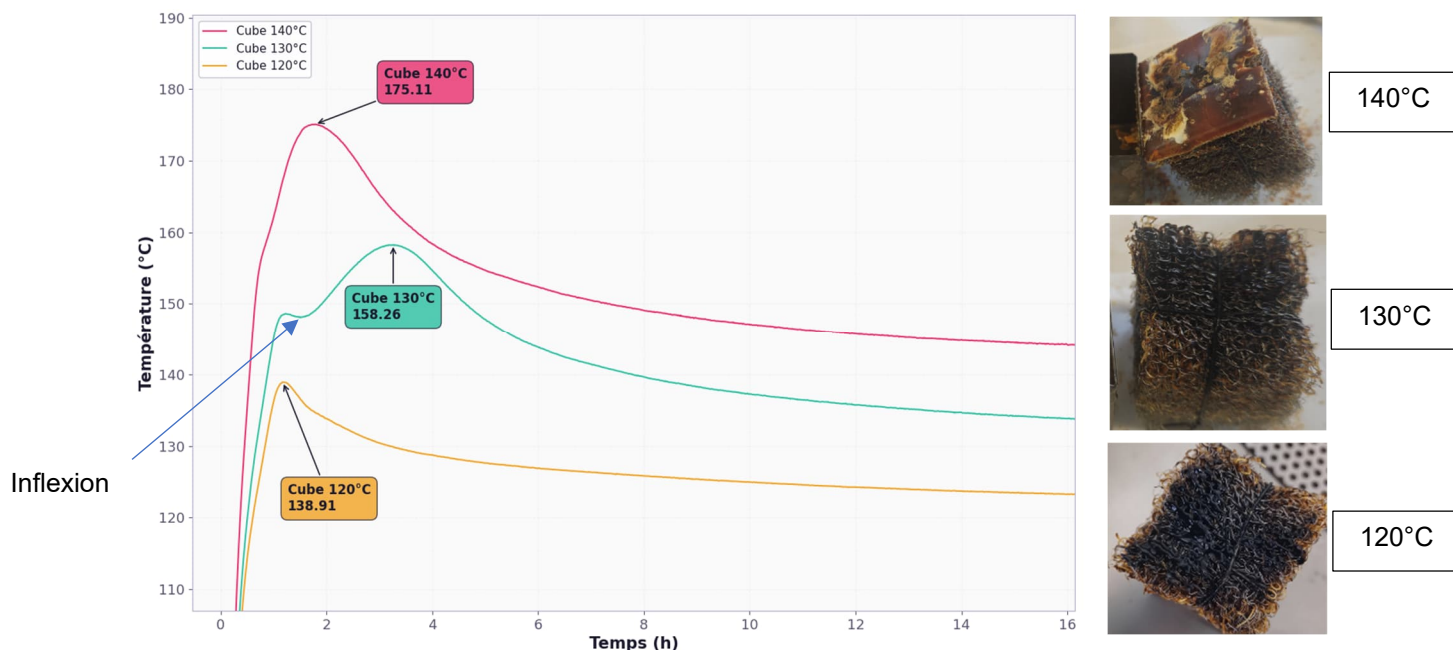


Figure 26 : Courbes d'évolution thermique en fonction du temps d'un échantillon média poreux + EMAG + méthanol pour des essais en étuves à 120°C, 130°C et 140°C dans un cube de 125 cm³

L'augmentation maximale de température lors des essais à 120°C et 130°C est de respectivement 19°C et 28°C. Par rapport aux explications précédentes sur le point d'inflexion, nous pourrions prendre comme critère d'inflammation, la valeur seuil de 25°C et comparer l'impact de la modification du critère sur l'extrapolation finale. Avec ces conditions, les températures critiques seraient de 102°C (1000 cm³) et 126°C (125 cm³).

Nous avons ensuite tracé les courbes de dimensions critiques en fonction de la température de stockage, selon le modèle de FRANCK-KAMENETSKII, pour un critère de + 60°C et pour un critère de +25°C

(Figure 27). La demi-arrête équivalente à la dimension du média poreux de SAIPOL a été reportée par une droite noire, l'intersection de cette droite avec nos deux courbes permet de déduire la température critique de stockage à partir de laquelle une auto-inflammation est possible.

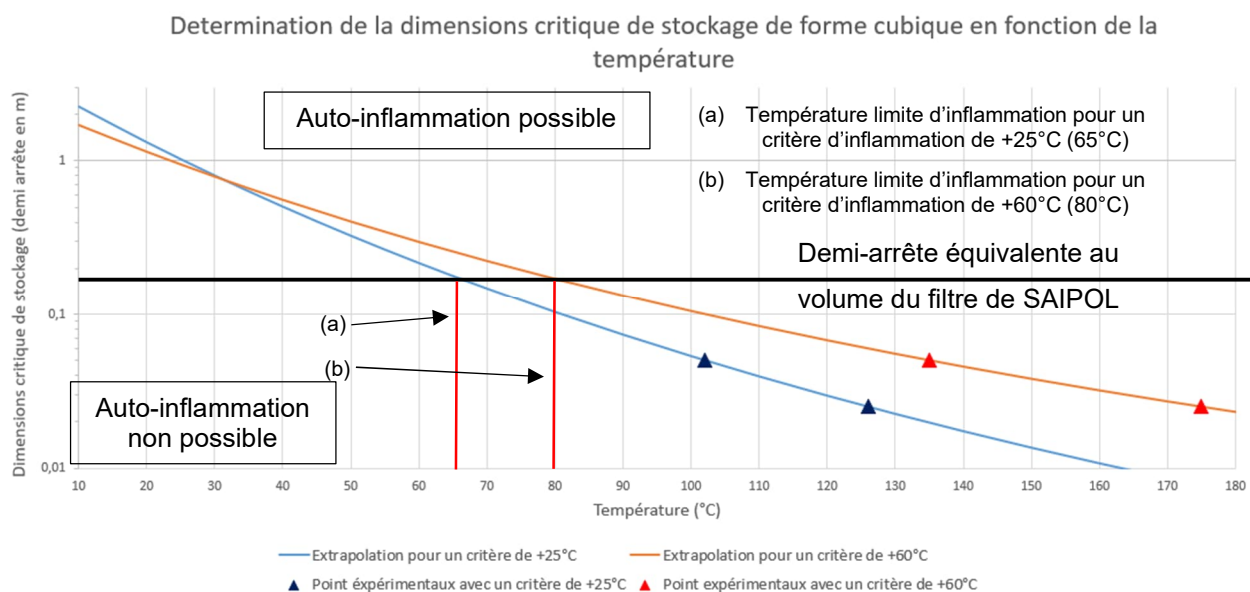


Figure 27 : Courbe de la température critique en fonction de la demi-arrêt critique de stockage pour des critères d'inflammation de +25°C et +60°C

Une synthèse des valeurs importantes issues de l'extrapolation est reportée dans le tableau ci-après (Tableau 4). En résumé :

- Si un critère d'inflammation de +60°C est appliqué, la dimension critique de stockage pour une température de stockage de 60 à 70°C (cas de SAIPOL) se situe entre 22 et 30 cm de demi arrêt, ce qui équivaut à un cube d'un volume de 85 à 216 litres.
- Si un critère d'inflammation de +25°C est appliqué, la dimension critique de stockage pour une température de stockage de 60 à 70°C se situe entre 15 et 23 cm de demi arrêt, ce qui équivaut à un cube d'un volume de 27 à 97 litres.
- Le filtre de SAIPOL est un cylindre, une forme géométrique différente de celle utilisée lors des essais (cube), ce paramètre peut impacter la qualité de l'extrapolation. Il possède un rayon de 49,2 cm et une hauteur de 60 cm, soit un volume de 46 litres.

Tableau 4 : Récapitulatif des valeurs importantes obtenues via l'extrapolation

Critère d'inflammation	Température critique	Demi-arrêt critique	Volume critique d'un cube
+60°C	60°C	30 cm	216 litres
	70°C	22 cm	85 litres
+25°C	60°C	23 cm	97 litres
	70°C	15 cm	27 litres
Cylindre de média filtrant de SAIPOL (r=49,2 cm et h= 60 cm)	-	30 cm (demi-arrêt la plus petite = h/2)	46 litres
		49,2 cm (demi-arrêt la plus grande = r)	(équivalent à un cube de demi arrêt de 18 cm)

De nombreuses incertitudes expérimentales sont à prendre en compte lors de la lecture de ces résultats. La forme géométrique du filtre, l'extrapolation réalisée avec seulement 2 points, la méthode d'essai non standard, le critère d'inflammation qui nécessite d'être investigué davantage, le manque de données expérimentales, etc, qui peuvent impacter très largement l'extrapolation.

Il semble que le filtre mis en cause, dans les conditions accidentelles de température, puisse être sujet à l'auto-échauffement au point de dégénérer une auto-inflammation. Son volume est, selon le critère choisi, très proche ou au-delà de la courbe d'extrapolation dans la zone où l'auto-inflammation est très probable.

Au vu des incertitudes expérimentales précédemment évoquées, des mesures expérimentales et des observations des échantillons post traitements thermiques, il paraît plus que raisonnable de retenir le phénomène d'auto-échauffement comme cause fortement probable du scénario accidentel.

Conclusion

L'étude expérimentale des matériaux et substances présents au moment de l'accident survenu sur le site de SAIPOL a permis de mieux comprendre les risques liés à leur inflammabilité et explosivité.

Une première étude avait permis en 2024 de caractériser l'inflammabilité du mélange EMAG/méthanol, cette étude avait confirmé le risque d'inflammation et/ou explosion à température ambiante ou proche de l'ambiant. En 2025, les travaux se sont concentrés sur la source d'inflammation. En première approche, un travail a été réalisé sur les aspects de détermination de l'énergie d'inflammation à l'aide d'essais expérimentaux qui n'ont pas pu aboutir. En seconde approche, un scénario plus consistant basé sur le phénomène d'auto-échauffement a été étudié à travers des essais en laboratoire.

Le procédé utilisé par SAIPOL pour produire de l'EMAG fait intervenir une étape de filtration à travers un média poreux composé de deux mailles métalliques et une maille plastique. Ce média, lors du fonctionnement normal de l'installation, est immergé dans un mélange d'EMAG et de méthanol. Lors de l'accident, le média n'était plus immergé et n'avait pas été lavé. Une couche fine de mélange était donc présente. Les EMAG naturels étant insaturés, ils sont susceptibles de s'oxyder à température ambiante, quand ceux-ci sont répartis sur de très grande surface, typiquement un filtre, un chiffon, ... la surface d'échange avec l'oxygène, de l'air est démultipliée avec pour effet de possiblement accélérer significativement la vitesse de réaction. A travers des essais en étuve isotherme adaptés d'une norme pour évaluer l'auto-échauffement de poussières, nous avons pu déterminer par extrapolations (successives) une dimension critique, autrement dit la taille maximale du média poreux pour laquelle, à la température du filtre au moment de l'accident, le risque d'auto-inflammation était avéré. Cette dimension, dépendant des paramètres d'extrapolation sélectionnés, est au final très proche ou en-dessous de celui du filtre de SAIPOL, ce qui signifie que le scénario de l'auto-inflammation suite à un phénomène d'auto-échauffement semble possible voire, fortement probable dans le cas de l'accident de SAIPOL.



Bureau d'enquêtes et d'Analyses
sur les Risques Industriels

MTE / IGEDD / BEA-RI
Tour Séquoïa
92055 La Défense Cedex

+33 1 40 81 21 22
bea-ri.igedd@developpement-durable.gouv.fr

<https://www.igedd.developpement-durable.gouv.fr/bea-ri-r549.html>