RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité

Inspection générale de l'environnement
et du développement durable
Bureau d'Enquêtes et d'Analyses
sur les Risques Industriels

BEA-RI
Risques industriels

Rapport d'enquête

Sur l'explosion survenue au sein de l'installation classée exploitée par TEREOS à Bucy-le-Long (02) le 9 octobre 2023

Bordereau documentaire

Organisme auteur : Bureau d'enquêtes et d'analyses sur les risques industriels (BEA-RI)
Titre du document : rapport d'enquête sur l'explosion survenue au sein de l'installation classée exploitée par TEREOS à Bucy-le-Long (02) le 9 octobre 2023
N° : MTE-BEARI-2024-05
Date du rapport : 28/10/2024
Proposition de mots-clés : sécheur trois passages, déshydratation de pulpes de betterave, pellets, explosion de poussières, ATEX

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 9 octobre 2023, vers 5h45, une violente explosion survient au sein de l'unité de déshydratation de pulpes de betteraves de la sucrerie exploitée par TEREOS à Bucy-le-Long dans l'Aisne (02).

Cette nuit-là, sur la seule des deux lignes de l'unité de déshydratation en fonctionnement, un premier bourrage au niveau d'un cyclone est détecté, et entraine un premier arrêt de la chaine. Après débourrage l'installation est redémarrée. Constatant que le bouchon subsiste, l'équipe de nuit a géré l'obstruction du circuit et pris la décision de ne pas relancer l'installation car la procédure de redémarrage est longue et l'opérateur n'aurait pas eu le temps de la mener à son terme avant la fin de son quart. C'est donc l'équipe du matin qui a lancé la procédure de redémarrage de l'installation. Alors que l'opérateur a initié la procédure, et qu'il procède à l'ouverture de la guillotine, une explosion survient.

Dans le cadre de la convention d'appui qui lie le BEA-RI et l'INERIS, l'INERIS a procédé à une étude bibliographique sur la réactivité de la pulpe de betterave dans le cadre d'opérations de séchage et pratiqué des essais pour mieux comprendre le comportement des pulpes de betterave. Le rapport complet synthétisant les travaux de l'INERIS figure en **annexe 1** du présent document. Si, dans le cadre du fonctionnement nominal de l'installation, les produits en sortie de séchoir ne sont pas susceptibles de créer une ATEX, le maintien dans le tambour en rotation de la pulpe modifiant le taux d'humidité et la concentration de fines, a pu conduire à la formation d'une ATEX de poussières. En complément, le ratio air/poussières dans le tambour rend probable la création d'une ATEX. L'INERIS a également montré que l'ATEX formée aurait pu être enflammée par le contact du nuage de poussières et des parois chaudes du sécheur, l'arrivée d'air chaud lors de l'ouverture de la guillotine, l'auto-échauffement de la pulpe ou encore l'introduction d'un point incandescent (escarbille).

Les différentes investigations menées permettent de considérer que la cause primaire de l'explosion la plus vraisemblable est une explosion de poussières au sein du sécheur. L'atmosphère explosive ayant été créée par le séjour prolongé (presque 3 heures au lieu de d'une dizaine de minutes en temps normal) de pulpes de betterave dans le sécheur conduisant à un degré de séchage plus important (taux d'humidité plus bas) et à une granulométrie plus fine qu'à l'accoutumée. À la réouverture de la guillotine, l'apport d'énergie lié aux gaz chauds issus du foyer est alors suffisant pour déclencher l'explosion.

Les facteurs contributifs de cette explosion sont la présence d'une atmosphère explosive dans le sécheur, les réparations effectuées sur le cyclone n°3 qui ont pu favoriser les bourrages successifs, l'impossibilité d'humidifier la matière présente dans le sécheur, les caractéristiques de la pulpe de betterave qui a tendance à la dessiccation et à produire des fines. Les modalités de mise à l'arrêt et de redémarrage de l'installation ont également contribué à la survenue de l'événement. Des enseignements de sécurité relatifs à ces différents points sont également détaillés dans le rapport.

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

- **Compléter les procédures de démarrage et de mise à l'arrêt de l'installation de déshydratation des pulpes, notamment dans le cas des arrêts à chaud, pour intégrer la vidange du sécheur ;**
- **S'assurer que l'installation est bien équipée d'un système d'injection d'eau ou de vapeur de sécurité fonctionnel ;**
- **Compléter l'instrumentation de l'installation et introduire des dispositifs d'alerte en cas d'élévation de la température en sortie de sécheur et avant les cyclones et étudier la possibilité de contrôle du taux d'humidité des pulpes en sortie de sécheur ;**
- **Renforcer le processus de sensibilisation des opérateurs aux risques inhérents à l'exploitation de l'installation.**

Sommaire

I. Rappel sur l'enquête de sécurité 7
II. Constats immédiats et engagement de l'enquête 7
II.1 Les circonstances de l'accident 7
II.2 Le bilan de l'accident 7
II.3 Les mesures prises après l'accident 8
II.4 L'engagement et l'organisation de l'enquête 8
III. Contextualisation 9
III.1 Le site TEREOS de Bucy-le-Long 9
III.2 L'unité de déshydratation 9
III.3 Fonctionnement du sécheur rotatif 11
III.4 La pulpe de betterave et les poussières de pulpe 12
III.5 Procédure de démarrage à chaud de l'installation 13
III.6 Zonages ATEX au sein de l'unité de déshydratation 13
III.7 Analyse des risques de l'unité de déshydratation 14
IV. Déroulement de l'évènement 15
IV.1 Déclenchement de l'évènement 15
IV.2 L'intervention des secours publics 15
V. Compte-rendu des investigations menées 15
V.1 Reconnaissance de terrain 15
V.1.1 Dommages constatés sur le foyer 16
V.1.2 Dommages constatés au niveau des cyclones 17
V.1.3 Dommages constatés au niveau du sécheur 18
V.2 Analyses des courbes de supervision de l'unité de déshydratation 19
V.3 Analyse de l'INERIS 23
V.3.1 Possibilité de formation d'une ATEX 23
V.3.2 Atmosphère explosive « poussières » 23
V.3.3 Atmosphère explosive « gaz » 23
VI. Conclusions sur le scénario de l'événement 24
VI.1 Scénario 24
VI.2 Facteurs contributifs 25
VI.2.1 Sensibilisation au risque ATEX 25
VI.2.2 Réparations effectuées sur le cyclone n°3 25
VI.2.3 Dispositif d'humidification sur le sécheur 25
VI.2.4 Caractéristiques de la pulpe de betterave 26
VI.2.5 Modalités de mise à l'arrêt de l'installation 26
VI.2.6 Modalités de redémarrage de l'installation 26
VII. Enseignements de sécurité 27
VII.1 Influence de la dessiccation sur l'explosibilité et l'inflammabilité de la pulpe de betterave 27
VII.2 Sensibilisation des équipes à la formation d'atmosphère explosive 27
VII.3 Maintenance et exploitation en accord avec les spécifications des constructeurs 27
VII.4 Définition de la notion de mise à l'arrêt d'une installation 27
VIII. Recommandations de sécurité à destination de l'exploitant 28

IX. Annexe.....29

Annexe 1 Rapport d'appui réalisé par l'INERIS.....30

Rapport d'enquête

Sur l'explosion survenue au sein de l'installation classée exploitée par TEREOS à Bucy-le-Long le 9 octobre 2023

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. En conséquence, 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

Le 9 octobre 2023, vers 5h45, alors que le site est en fonctionnement, une violente explosion survient au sein de l'unité de déshydratation de pulpes de betterave de la sucrerie exploitée par TEREOS à Bucy-le-Long dans l'Aisne (02).

II.2 Le bilan de l'accident

Sur le plan humain, 6 salariés du site ont été impliqués dont deux blessés légers, choqués, ont été pris en charge par les sapeurs-pompiers de l'Aisne. Une cellule psychologique a été déployée le matin même de l'accident pour la prise en charge des personnes choquées.

Sur le plan matériel, si l'explosion a été entendue à plusieurs kilomètres, sur le site, seule l'unité de déshydratation a été endommagée, les autres installations n'ayant pas été impactées. Outre les équipements à proximité du sécheur, le souffle de l'explosion a détruit le bardage et la toiture de l'installation. Ces éléments étaient composés d'amiante-ciment.

Photo n°1 : dégâts sur l'unité de déshydratation

II.3 Les mesures prises après l'accident

À la suite de l'accident, la CASU[1] a été sollicitée par l'inspection des installations classées sur la problématique relative aux poussières d'amiante. Le fort taux d'humidité et l'intervention rapide des sapeurs-pompiers de l'Aisne ont permis de limiter la dispersion des fumées dans l'environnement.

L'unité de déshydratation a été mise à l'arrêt et isolée. L'exploitant a fait appel à une entreprise spécialisée dans la gestion des déchets amiantés. Des équipes spécialisées ont réalisé des prélèvements environnementaux ciblés sur les fibres d'amiante dans les zones potentielles de retombées, qui ont permis d'établir un périmètre devant faire l'objet de travaux de désamiantage en complément des travaux de sécurisation de la structure. Les mesures mises en place ont permis d'établir l'absence de fibres d'amiante dans l'atmosphère en limite du périmètre de sécurité, établi à l'intérieur du site, autour de la zone sinistrée.

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 l'ouverture d'une enquête le 12 octobre 2023.

Les enquêteurs techniques du BEA-RI se sont rendus sur place le 18 octobre 2023. Ils ont rencontré les représentants de la société TEREOS ainsi que l'inspection des installations classées. Étaient présents également, l'expert en recherche des causes d'incendie désigné par l'assureur de l'entreprise ainsi que le représentant de l'entreprise désignée pour les travaux de désamiantage.

[1] Cellule d'appui aux situations d'urgence (CASU). La cellule apporte aux autorités publiques une aide à la décision immédiate en cas de dangers à caractère technologique avéré ou imminent pour l'homme ou l'environnement.

Les enquêteurs se sont rendus une seconde fois sur le site le 8 décembre 2023 et ont recueilli les témoignages des acteurs impliqués dans l'évènement et dans sa gestion.

Ils ont eu, consécutivement à ces différents entretiens, communication des pièces et documents nécessaires à leur enquête.

III. Contextualisation

III.1 Le site TEREOS de Bucy-le-Long

TEREOS est un groupe coopératif sucrier français de dimension internationale qui transforme des matières premières agricoles en sucre, en alcool et en amidon.

La société TEREOS France exploite sur la commune de Bucy-le-Long (02) une sucrerie – distillerie regroupant les activités suivantes : sucrerie, raffinerie de sucre, distillation d'alcool, et déshydratation de pulpes de betterave. Ses capacités autorisées sont de 16 000 t/j de betterave, 4156 t d'éthanol stocké, et une capacité de distillation de 1500 hl/j. Les installations utilisent exclusivement des betteraves et des produits dérivés de betterave.

Administrativement, le site relève de la directive sur les émissions industrielles (IED) pour les rubriques 3642 (traitement et transformation de matières premières en vue de la fabrication de produits alimentaires ou d'aliments pour animaux), 3410 (fabrication de produits chimiques organiques), 3420 (fabrication en quantité industrielle par transformation chimique ou biologique de produits chimiques inorganiques), 3310 (production de ciment, chaux et oxyde de magnésium), et 3110 (combustion).

III.2 L'unité de déshydratation

L'unité de déshydratation des pulpes de betterave est située dans un bâtiment indépendant, à l'écart (plus de 200 mètres) du reste des installations. Elle est constituée de deux lignes positionnées en parallèle dont la chaine « BUCY » sur laquelle est survenue l'évènement. Le schéma ci-dessous (figure n°1) représente le fonctionnement de la ligne sur laquelle est survenu l'accident.

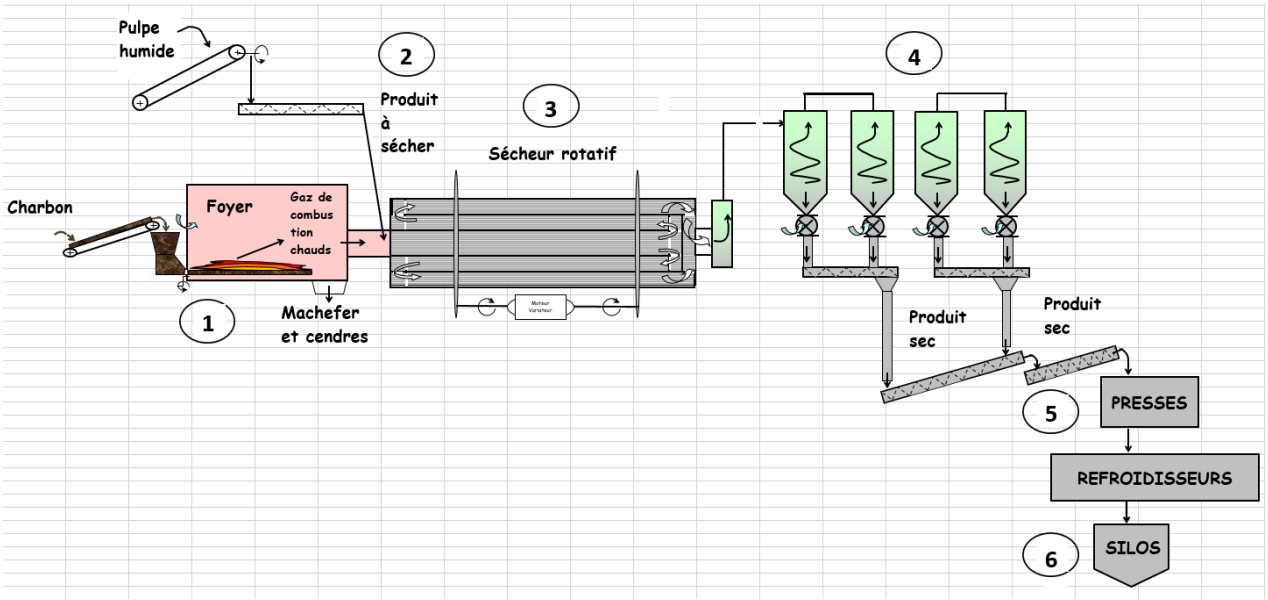


Figure n°1 : schéma de principe du fonctionnement de l'unité de déshydratation (crédit TEREOS)

Les éléments principaux de l'unité sont les suivants :

- 1- Foyer alimenté au charbon ;
- 2- Trémie d'alimentation de la pulpe de betterave humide ;
- 3- Sécheur rotatif ;
- 4- Cyclones ;
- 5- Presses ;
- 6- Silos.

Le foyer est alimenté en charbon par une trémie qui permet de régler la hauteur de charbon sur la sole[2] mobile. Le foyer reçoit l'air nécessaire à la combustion du charbon et à la production de l'air chaud alimentant le sécheur par deux ventilateurs amenant de l'air frais (air primaire et secondaire de combustion) et par un ventilateur dit de recyclage permettant de récupérer l'air en sortie des cyclones (cf. figure n°2).

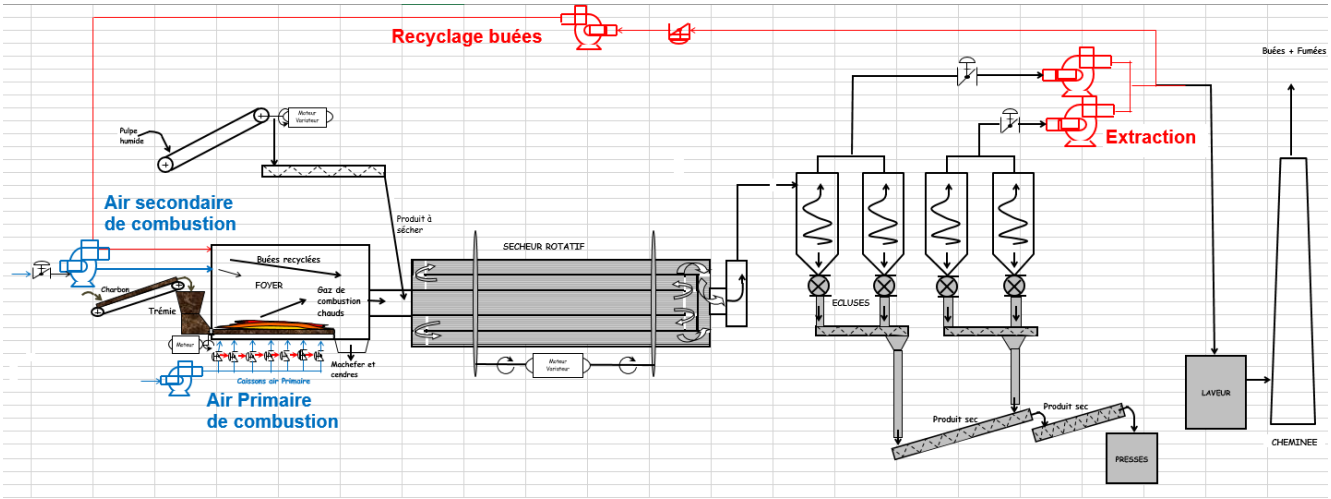


Figure n°2 : schéma de principe de l'alimentation en air du foyer

Le foyer est séparé du sécheur par une guillotine permettant l'isolement du sécheur. Lorsque la guillotine est fermée, le ventilateur de recyclage est coupé, le foyer est mis à l'évent pour évacuer les fumées chaudes et l'air ne circule pas dans le sécheur. En fonctionnement, la guillotine est ouverte. Le flux d'air dans le sécheur et les cyclones est assuré pendant le fonctionnement par les deux ventilateurs principaux et le recyclage d'air.

[2] On appelle la sole le plancher du four, la partie basse qui transmet la chaleur.

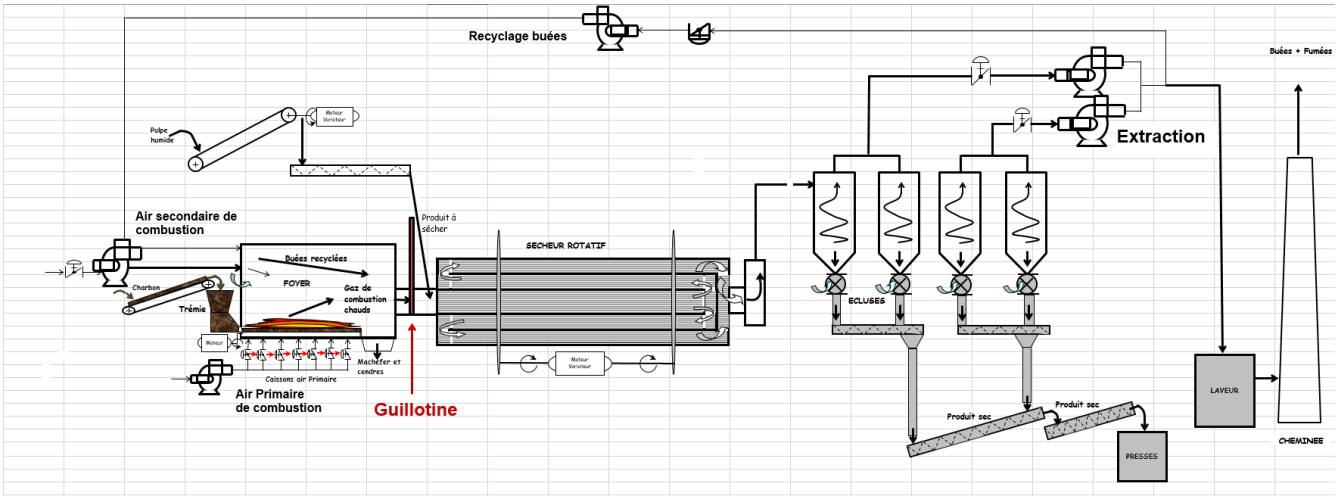


Figure n°3 : schéma représentant le positionnement de la guillotine

La pulpe est introduite en aval de la guillotine. Sa vitesse d'introduction est asservie à la température de l'air mesurée à l'aval immédiat des cyclones. Sur ce type de sécheur, les fabricants peuvent prévoir également un mécanisme d'injection d'eau permettant d'éviter les montées en température à l'intérieur du sécheur notamment lors des périodes de démarrage et de vidange de l'installation.

III.3 Fonctionnement du sécheur rotatif

Le sécheur présent dans l'unité de déshydratation est un équipement conçu en 1970, c'est un sécheur à triple passage. Le sécheur à tambour à triple passage constitue une technologie reconnue et toujours installée aujourd'hui.

Le « séchage dans le flux » à la fois pneumatique par l'action de l'air et mécanique par l'action des aubages et de la rotation du tambour permet de sécher divers produits de différentes tailles, granulométries et humidités, à différentes vitesses d'air avec la garantie d'un taux d'humidité et d'une qualité finale homogènes.

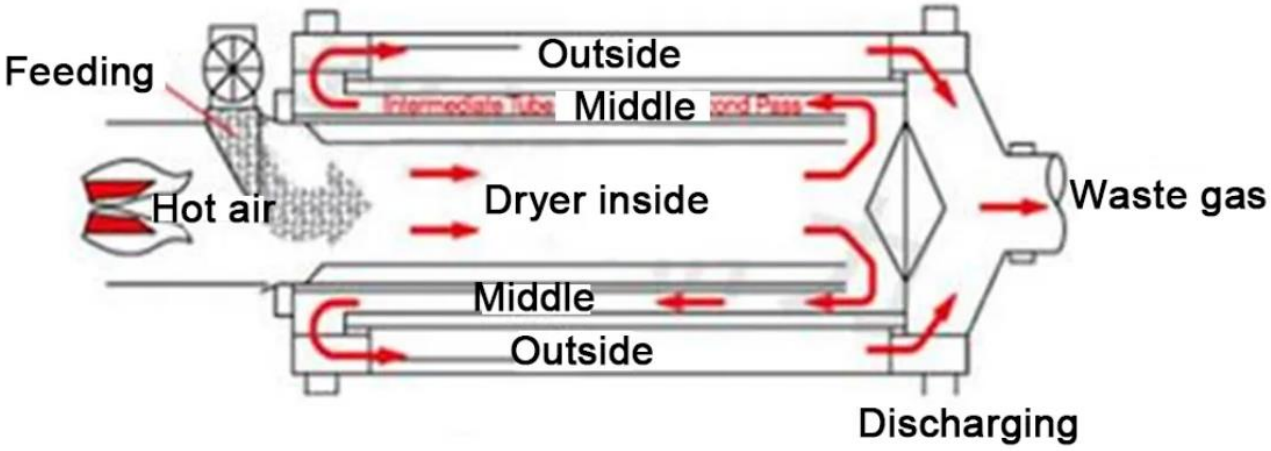


Figure n°4 : principe de fonctionnement d'un sécheur à tambour à triple passage

III.4 La pulpe de betterave et les poussières de pulpe

La pulpe de betterave est introduite humide dans le sécheur rotatif. Son taux d'humidité avoisine alors les 70%. Elle sort du sécheur, puis des cyclones à un taux d'humidité situé entre 10 et 12% sous la forme représentée sur la photo n°2.

Photo n°2 : pulpes de betterave séchées

Photo n°3 : pellets de betterave

Après passage dans la presse, la pulpe séchée prend la forme de pellets (photo n°3) et peut alors être stockée. Les pulpes déshydratées agglomérées peuvent se conserver sans délai. Cependant, de par leur composition (sucre et cellulose), ce produit se réhydrate facilement par fixation de l'humidité de l'air.

Cette reprise d'humidité peut permettre le développement de micro-organismes de type moisissure, qui, en présence de matière azotée et de faible teneur en eau, peuvent métaboliser le carbone présent dans la cellulose et les sucres. Il peut alors en résulter un échauffement local de la zone contaminée pouvant aller jusqu'à des départs de combustion.

On retrouve également dans l'installation des poussières de pulpe déshydratée ou de pellets. Ces poussières proviennent en général de très fines particules de pulpes séchées que les séparateurs (cyclones, tamis) n'ont pu éliminer et de l'érosion des pellets lors de leur manutention ou mise en stock. Ces poussières se déposent sur toutes les surfaces planes internes des équipements. Elles sont toutefois très hygroscopiques[3] ce qui réduit les risques de propagation d'une explosion.

Les études réalisées par le CERCHAR et l'INERIS, utilisées pour l'élaboration de l'étude de dangers du site, ont démontré que le risque d'explosion de poussières de pulpes de betterave est extrêmement limité, grâce au faible caractère explosif de ces poussières et à leur faible sensibilité à l'inflammation (Énergie minimale d'inflammation > 1200 mJ).

En parallèle, toujours dans l'étude de dangers la température d'auto-inflammation du nuage de poussières est évaluée à 440°C, et un risque d'auto-inflammation des dépôts de poussières de faible épaisseur parait envisageable dès 210°C.

[3] Qui absorbe l'humidité de l'air

III.5 Procédure de démarrage à chaud de l'installation

Compte tenu de la sensibilité des produits en présence, le démarrage à chaud de l'atelier de déshydratation des pulpes fait l'objet d'une instruction de conduite de l'installation interne à l'entreprise référencée I-BSU-032 - version 2 en date du 18 janvier 2016.

L'instruction décrit de manière très factuelle et synthétique l'ensemble des actions et des vérifications à effectuer :

- En cas d'arrêt de l'installation alors que le sécheur et la grille tournent ;
- Pour le démarrage à chaud de la déshydratation ;
- Et en cas d'arrêt de la chaudière.

Dans la liste des actions à réaliser avant la remise en route du foyer, pour le démarrage à chaud de la déshydratation, il est prévu de vider le sécheur. Par contre, la procédure ne fait pas état de la possibilité d'injection d'eau. L'impact d'une durée plus ou moins longue de l'arrêt n'est pas évoqué non plus.

III.6 Zonages ATEX au sein de l'unité de déshydratation

L'unité de déshydratation fait l'objet d'un plan de protection et de prévention des atmosphères explosives. Le document décrit les mesures techniques de protection contre les explosions (prévention des atmosphères explosives, mesures pour éviter les sources d'inflammation, mesures pour atténuer les effets d'une explosion) ainsi que les mesures organisationnelles de protection contre les explosions mises en place au sein du site.

Une cartographie du zonage ATEX figure également dans le document. Le sécheur et les 4 cyclones de la ligne sur laquelle a eu lieu l'accident, sont identifiés en zone où une atmosphère explosive sous forme d'un nuage de poussières combustibles est présente avec une probabilité de 1.

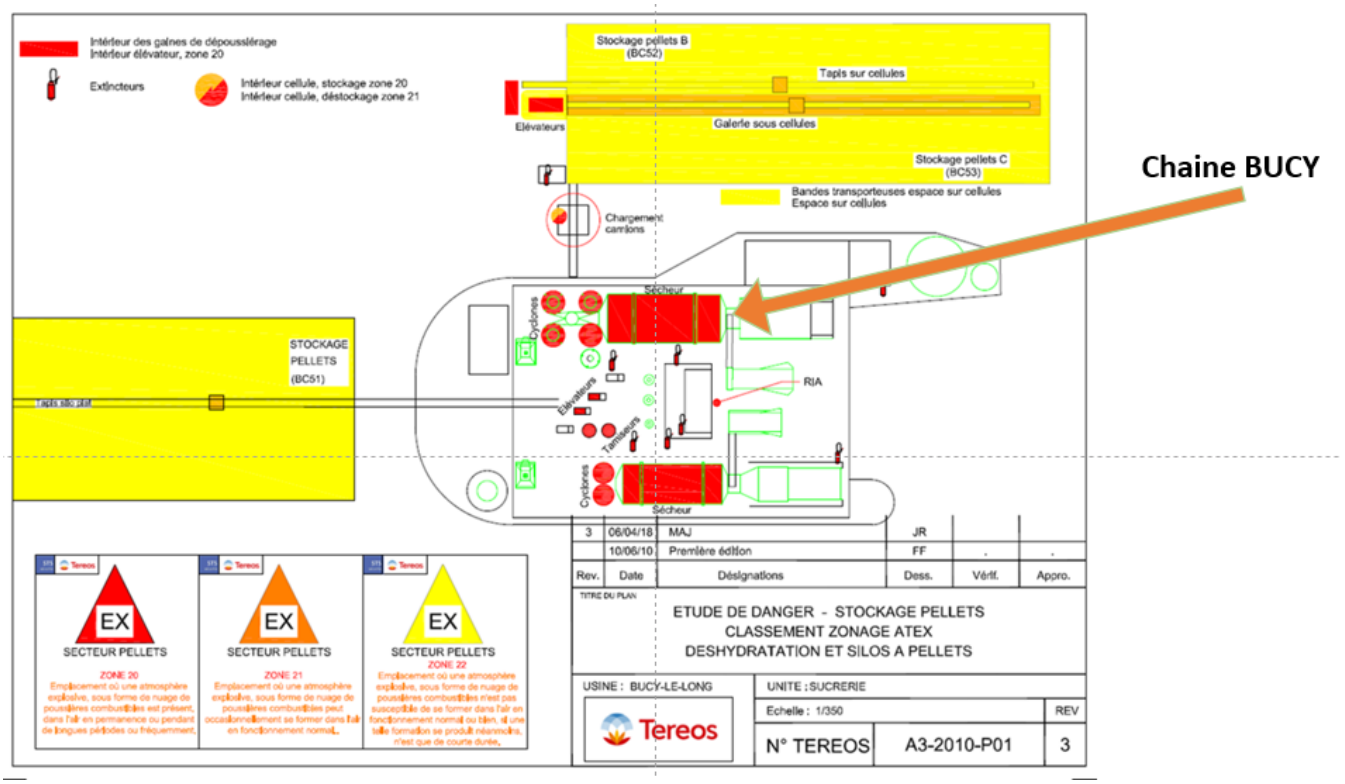


Figure n°5 : zonage ATEX de l'unité de déshydratation (crédit TEREOS)

III.7 Analyse des risques de l'unité de déshydratation

Trois scénarios de l'analyse des risques du secteur séchage et granulation des pulpes de betterave peuvent être en lien avec l'accident survenu le 9 octobre 2023 :

- Scénario H2 : feu dans le tambour sécheur ;
- Scénario H3 : explosion dans le tambour sécheur ;
- Scénario H4 : accident dans le cyclone sortie sécheur.

S'agissant du scénario H3 d'explosion, le scénario envisagé est l'explosion de gaz (monoxyde de carbone) dans le sécheur. La possibilité d'une explosion de poussières n'est pas envisagée.

Les barrières de sécurité existantes mentionnées dans l'étude de dangers sont pour l'essentiel :

- Des sécurités programmées sur le système de contrôle commande, notamment l'automatisation des phases de démarrage/arrêt et la mesure en continu du CO ;
- Le fonctionnement en excès d'air avec mesure en continu ;
- La présence humaine permanente ;
- La présence d'un mur d'autel[4] à la sortie du foyer destiné à bloquer l'entrainement des particules dans le tambour (chicanes) ;

[4] Petit mur limitant un foyer du côté de la sortie des gaz de combustion, et par-dessus lequel ces gaz doivent passer pour pénétrer dans le four ou dans les carneaux de la chaudière.

- La régulation de l'alimentation du sécheur en pulpes en fonction de la température des buées sortie sécheur ;
- Une température plafond avec asservissement pour mise en sécurité sur seuil haut ;
- Deux seuils de sécurité sur la température en sortie de four et la température en sortie de cyclone avec asservissement pour mise en sécurité de l'installation.

IV. Déroulement de l'évènement

IV.1 Déclenchement de l'évènement

La campagne betteravière 2023 a débuté mi-septembre et le 13 septembre les deux lignes de déshydratation ont démarré simultanément. En effet, en début de campagne la demande est plus importante car les pulpes ne peuvent être récupérées par les méthaniseurs et sont donc en grande majorité déshydratées.

Dans la nuit du 8 au 9 octobre, seule la ligne « BUCY » de l'unité de déshydratation est en fonctionnement, un premier bourrage au niveau d'un cyclone a lieu, ce qui entraine un premier arrêt de la chaine. Il est géré, puis l'installation est redémarrée.

Mais en fin de nuit un deuxième bourrage au niveau du même cyclone survient. L'équipe de nuit gère l'obstruction du circuit et prend la décision de ne pas relancer l'installation car la procédure de redémarrage est longue et l'opérateur n'aura pas le temps de la mener à son terme avant la fin de son quart. C'est donc l'équipe du matin qui lance la procédure de redémarrage de l'installation. Après avoir initié la procédure, et alors que l'opérateur procède à l'ouverture de la guillotine, l'explosion survient.

IV.2 L'intervention des secours publics

Le SDIS 02 est appelé par l'exploitant vers 5h45, peu après l'explosion. Les sapeurs-pompiers prennent en charge 6 employés dont 2 blessés légers. Ils interviennent sur un début d'incendie en sortie du foyer. Les eaux d'extinction permettront de limiter la dispersion des fumées dans l'environnement.

V. Compte-rendu des investigations menées

V.1 Reconnaissance de terrain

Les enquêteurs du BEA-RI se sont rendus sur site le 18 octobre 2023. La présence de fibres d'amiante au sein de l'ensemble de l'unité de déshydratation a complexifié les investigations, mais les constats suivants ont pu être réalisés.

V.1.1 Dommages constatés sur le foyer

Photo n°4 : dommages constatés au niveau du soubassement du four

Photo n°5 : dommages constatés à l'intérieur du four

Les dommages constatés sur le four, notamment sur son soubassement et sa partie basse laissent penser qu'il a subi un effort longitudinal. Rien ne semble indiquer que le siège de l'explosion soit le foyer.

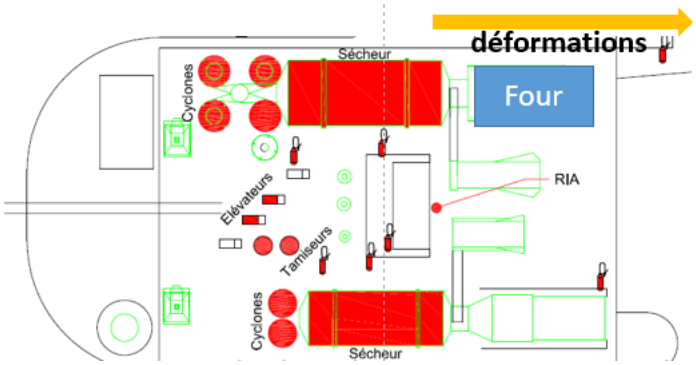


Figure n°6 : déformations constatées au niveau du four

V.1.2 Dommages constatés au niveau des cyclones

Les déformations observées au niveau des cyclones sont importantes mais peu représentatives des efforts subis à cause de la faible résistance à la surpression intrinsèque de la structure des cyclones.

Photo n°6 : dommages constatés en partie basse des cyclones (crédit INQUEST)

Photo n°7 : dommages constatés en partie haute des cyclones (crédit INQUEST)

V.1.3 Dommages constatés au niveau du sécheur

Les dommages observés sur le sécheur montrent que l'énergie s'est dissipée dans deux directions opposées (vers le four et vers les cyclones). Cela permet d'émettre l'hypothèse que le siège de l'explosion se situe au sein du sécheur. L'éjection du bouchon peut laisser penser que l'explosion a eu lieu au niveau du premier passage dans le sécheur.

Photos n°8 et 9 : dommages constatés sur la partie du sécheur en contact avec le four (crédit INQUEST)

Photo n°10 : dommages constatés sur l'extrémité du sécheur à proximité des cyclones (crédit INQUEST)

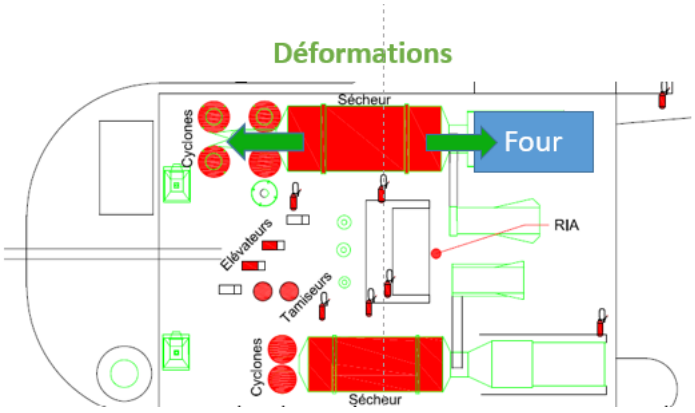


Figure n°7 : sens des déformations observées sur le sécheur

V.2 Analyses des courbes de supervision de l'unité de déshydratation

Le pilotage du sécheur est assuré par un système numérique de contrôle-commande qui a permis aux enquêteurs de récupérer les données enregistrées par les capteurs qui équipent le système.

Une vue du synoptique (figure n°8) permet de localiser l'emplacement des capteurs.

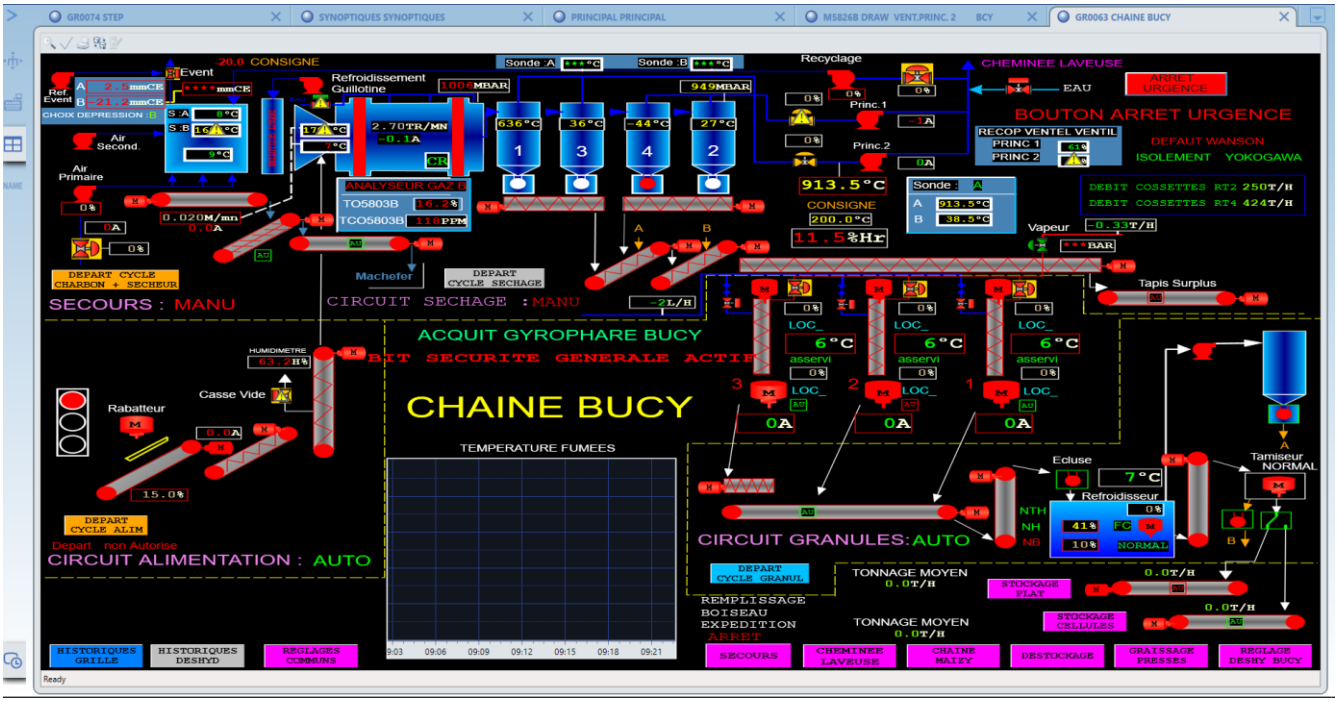


Figure n°8 : synoptique chaine de BUCY (crédit TEREOS)

On notera particulièrement la présence :

- De capteurs de température avant et après la guillotine ;
- De capteurs de température après les cyclones et dans la gaine de recyclage ;
- De capteurs de température en bas de chacun des 4 cyclones ;
- Enfin, d'un indicateur de la puissance appliquée aux deux ventilateurs principaux.

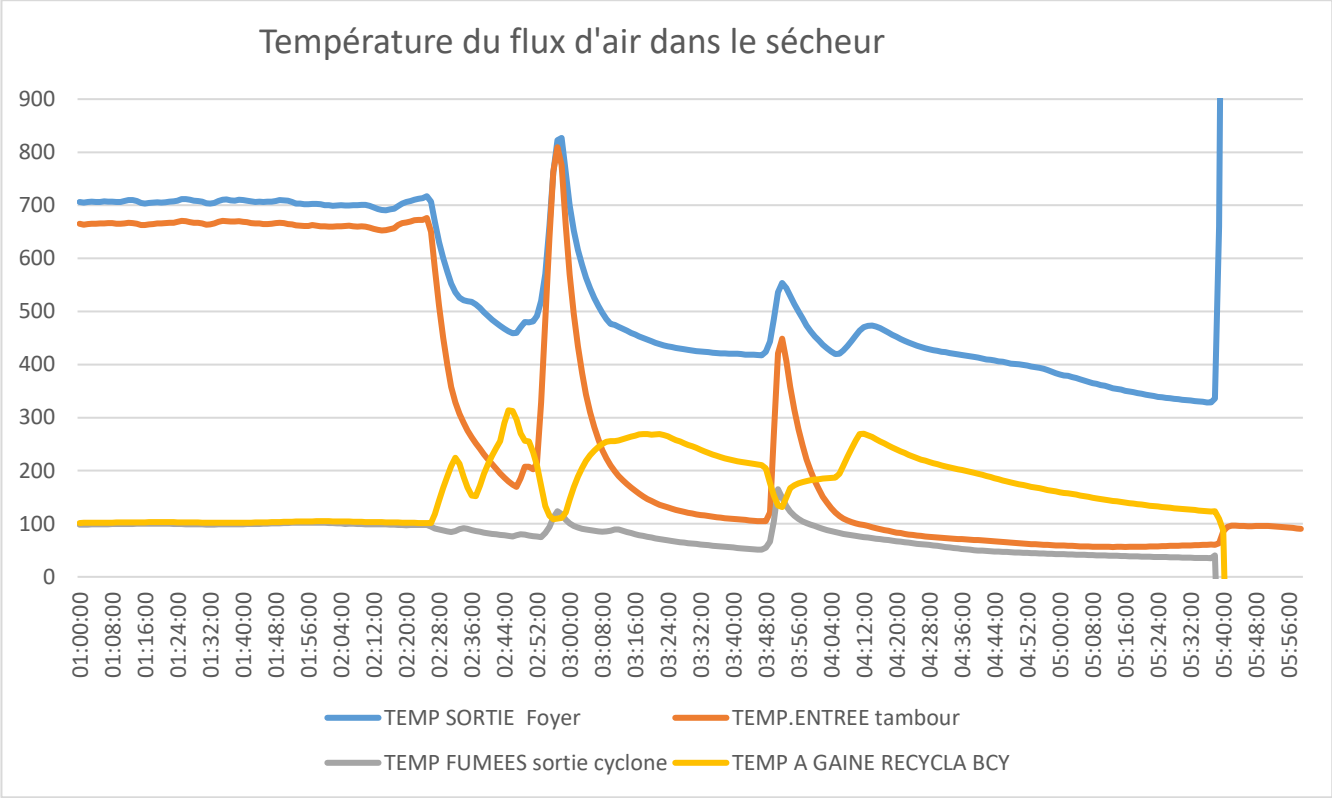


Figure n°9 : Températures des flux d'air

On note sur les courbes représentant les températures du flux d'air que la première fermeture de guillotine intervient à **2h26** du matin. Au préalable l'installation fonctionne correctement (700°C en sortie de four et 100°C de température de consigne en sortie des cyclones). À la fermeture, on voit la température après la guillotine diminuer jusqu'à moins de 500°C. Le sécheur n'étant pas instrumenté en mesure de température, on ne connait donc pas la température au sein de ce dernier. On note néanmoins une élévation de température dans la gaine de recyclage qui augmente jusqu'à 300°C. La fermeture de la guillotine est une séquence automatique qui intervient à l'arrêt des deux ventilateurs principaux. Le sécheur n'est pas vidé et continue à tourner.

À **2h56**, la guillotine est ouverte à nouveau et cela se traduit par une montée importante de la température en entrée de sécheur (820°C), ainsi qu'une augmentation de la température en sortie de cyclone qui va dépasser la valeur de consigne. La guillotine est refermée par l'opérateur par arrêt des ventilateurs d'extraction (cf. figure 2) et on constate alors comme lors de cette seconde fermeture la diminution de la température en entrée du sécheur et son augmentation dans la gaine de recyclage. Comme la première fois, le sécheur n'est pas vidé et continue à tourner pendant l'opération de maintenance.

À **3h50**, la guillotine est ouverte à nouveau, les mêmes phénomènes de montée concomitante en température sont observés. Le pic en entrée est moins prononcé car depuis 2h26 le foyer est alimenté a minima. Ici encore, la température en sortie du cyclone augmente rapidement et plus fortement que lors de l'ouverture précédente ce qui montre la faible consommation d'énergie thermique liée au séchage des pulpes. L'opérateur, ayant constaté le correct débourrage du cyclone n°3 arrête de nouveau les ventilateurs. Le sécheur n'est pas vidé et continue à tourner.

À **5h39 :** dernière ouverture de la guillotine, on note une brusque élévation de la température d'entrée qui passe de 336°C à 650 °C, puis le capteur cesse de donner une valeur cohérente (il se met en butée à

1700°C), à une heure qui correspond à celle de l'explosion. Le même phénomène est constaté sur le capteur situé en sortie de cyclone et avec une minute de retard pour le capteur de température de la gaine de recyclage. Seule la température d'entrée du tambour de séchage reste cohérente (aux alentours d'une centaine de degrés Celsius).

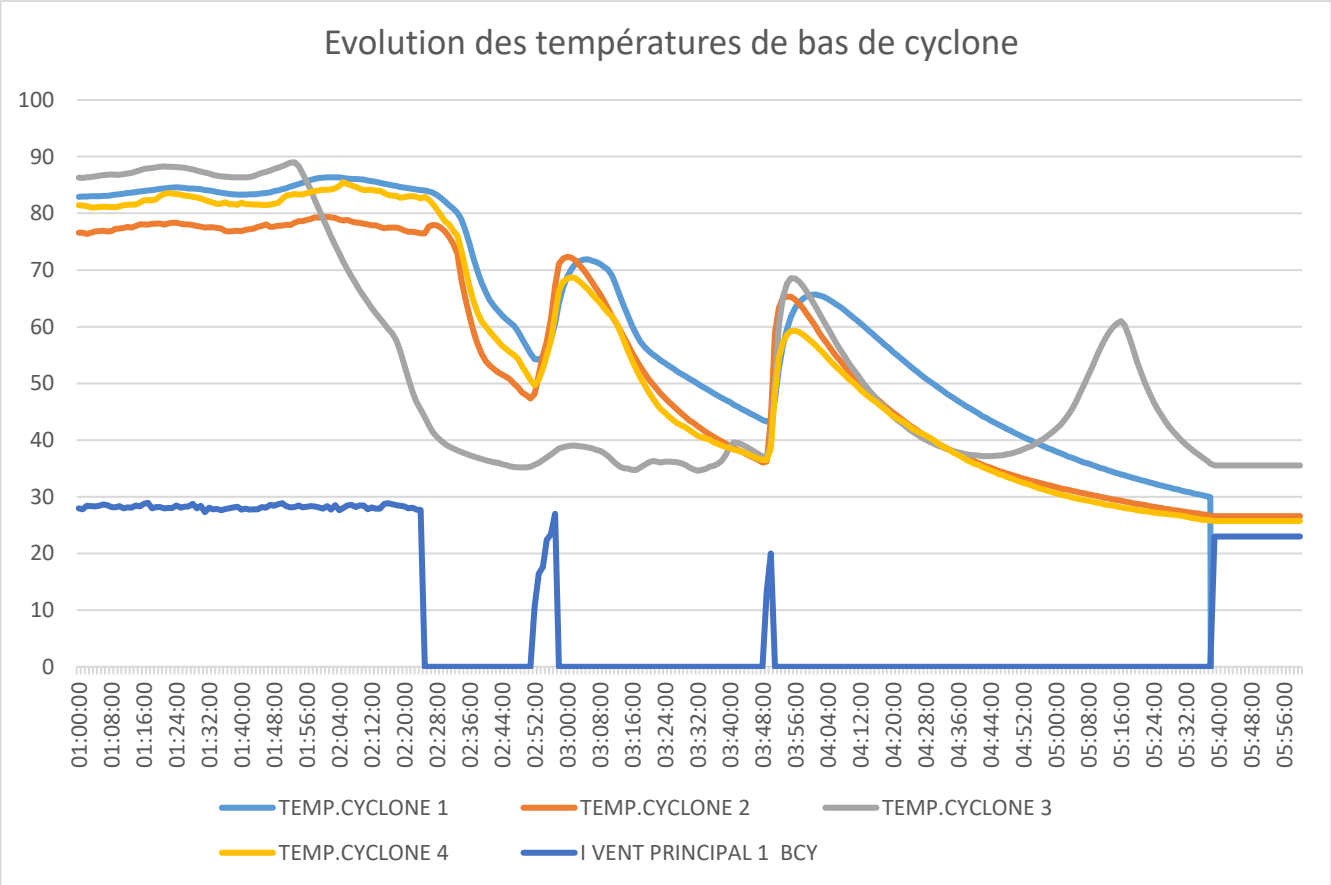


Figure n°10 : Températures en bas de cyclone

L'analyse des températures en bas de cyclone est intéressante également.

- **1h53 :** la température en bas du cyclone n° 3 commence à descendre, elle passe d'environ 85°C à environ 35°C, indiquant de ce fait le bourrage du cyclone (la pulpe séchée chaude ne se dépose plus dans le bas et la température baisse).
- **2h25** : la puissance est coupée sur les ventilateurs principaux et sur l'extraction de matière dans les cyclones. La température décroit dans les cyclones sauf dans le 3.
- **2h52 :** les ventilateurs principaux sont relancés et la guillotine est ré-ouverte, la température remonte dans les cyclones 1, 2 et 4 indiquant l'arrivée de pulpe séchée. À l'inverse, la température dans le cyclone n°3 n'évolue pas indiquant qu'il est toujours en situation de bourrage. La séquence de redémarrage est stoppée (arrêt des ventilateurs d'extraction et fermeture de la guillotine).
- **3h48 :** les ventilateurs principaux sont de nouveaux relancés et la guillotine est ré-ouverte. La température remonte dans les 4 cyclones indiquant qu'ils sont tous les 4 redevenus fonctionnels. Les ventilateurs sont alors coupés et la guillotine refermée.

- **Jusqu'à 5h40 :** la température décroit de façon homogène dans les quatre cyclones. Puis, on note une remontée de la température dans le cyclone n°3 qui peut s'expliquer par une réaction exothermique à l'intérieur de ce dernier. La température passe par un maximum d'environ 60°C et décroit jusqu'à l'heure de l'explosion.

V.3 Analyse de l'INERIS

Dans le cadre de la convention d'appui qui lie le BEA-RI et l'INERIS, l'INERIS a procédé à une étude bibliographique sur la réactivité de la pulpe de betterave dans le cadre d'opérations de séchage. Les résultats de cette étude ont montré l'intérêt de pratiquer des essais pour mieux comprendre le comportement des pulpes de betterave en fonction de différents facteurs. L'INERIS a effectué ces essais. Le rapport complet synthétisant les travaux de l'INERIS figure en **annexe 1** du présent document.

V.3.1 Possibilité de formation d'une ATEX

Après analyse des données bibliographiques relatives aux betteraves sucrières, l'INERIS conclut à l'absence de données pertinentes sur la pulpe de betterave telle qu'elle se présente dans l'accident survenu à Bucy-le-Long. Dans ce contexte et sur proposition de l'INERIS, une étude de caractérisation des propriétés d'inflammabilité et d'explosivité d'un échantillon de pulpe de betterave a été menée en se basant sur des échantillons de pulpes séchées issus d'un process semblable à celui de Bucy-le-Long sur le site d'Origny-Sainte-Benoîte, également exploité par TEREOS.

V.3.2 Atmosphère explosive « poussières »

Si, dans le cadre du fonctionnement nominal de l'installation, les produits en sortie de séchoir ne sont pas susceptibles de créer une ATEX, le maintien dans le tambour en rotation de la pulpe modifiant le taux d'humidité et la concentration de fines, a pu conduire à la formation d'une ATEX poussières. En complément, le ratio air/poussières dans le tambour rend probable la création d'une ATEX.

L'INERIS a également montré que l'ATEX formée aurait pu être enflammée par :

- Le contact du nuage de poussières et des parois chaudes du sécheur ;
- L'arrivée d'air chaud lors de l'ouverture de la guillotine ;
- L'auto-échauffement de la pulpe ;
- L'introduction d'un point incandescent (escarbille).

V.3.3 Atmosphère explosive « gaz »

Les essais menés par l'INERIS montrent que la possibilité de la création d'une atmosphère explosive liée aux gaz de pyrolyse de la pulpe de betterave, si elle n'est pas impossible, est peu probable au regard de la faible quantité de gaz produit lors de l'essai.

VI. Conclusions sur le scénario de l'événement

VI.1 Scénario

Durant l'inter-campagne 2023, le cyclone n°3 a fait l'objet d'une opération de maintenance sur sa partie basse, au niveau du cône. Au démarrage de la campagne, un premier bourrage de ce cyclone a été constaté, alors que le phénomène est relativement rare (en général, on constate moins d'un bourrage par campagne).

Dans la nuit du 8 au 9 octobre 2023, vers **2h26**, un deuxième bourrage du cyclone n°3 survient. Il a été constaté par l'opérateur par la baisse continue de la température en bas de cyclone 3 (début de la baisse à **1h53**). Conformément à la procédure, l'opérateur interrompt le séchage par arrêt du ventilateur de tirage. Cet arrêt lance, au travers de l'automate de contrôle commande, une séquence d'arrêt entrainant notamment la fermeture de la guillotine située à l'entrée du sécheur et l'arrêt de l'alimentation de la pulpe à sécher dans le sécheur. Il n'y a pas de vidange du sécheur.

Pour des raisons d'intégrité du tambour (risque de fléchissement), il reste en rotation. Le cyclone n° 3 est ouvert et une première tentative de débourrage a lieu. Elle se termine à **2h52** et l'opérateur lance la séquence de redémarrage de l'installation. Il constate rapidement que l'opération de débourrage a échoué, la température en partie basse du cyclone n°3 n'évoluant pas. Il arrête le ventilateur de tirage et l'ensemble du système, comme la première fois, et effectue la même séquence d'arrêt. Une seconde tentative de débourrage du cyclone n° 3 est tentée par l'équipe. À **3h50**, l'opérateur relance le cycle de démarrage de l'installation. Il constate une augmentation de la température en bas de cyclone n° 3 cohérente avec celle des trois autres cyclones. Il en conclut que la deuxième opération de débourrage a été réussie.

Au vu de l'heure et de la complexité de l'opération de redémarrage de l'installation, il n'entame pas cette séquence pour qu'elle soit entreprise par l'équipe suivante, de manière à garantir sa complète exécution par une seule et même équipe.

À ce stade, le sécheur maintenu en rotation contient depuis presque 3 heures de la pulpe de betterave dont l'état de dessiccation[5] n'a fait qu'augmenter. Le taux de fine dans le sécheur a notablement augmenté sous l'effet de la dessiccation et de l'abrasion de la pulpe par l'action du brassage prolongé. On note sur le capteur du bas du cyclone n° 3 une hausse de la température qui est vraisemblablement à mettre sur le compte d'un auto-échauffement de la pulpe. Le reste de la pulpe est dans un état indéterminé, néanmoins il est vraisemblable, comme l'ont montré les tests menés par l'INERIS, que l'atmosphère dans le sécheur soit composée de suffisamment de fines de pulpe de betterave pour que leur concentration soit supérieure à la limite inférieure d'explosivité (LIE). Les tests menés par l'INERIS rendent très peu probable la formation d'une atmosphère explosive uniquement liée aux gaz produits par l'auto-échauffement de la pulpe.

À **5h39**, l'ouverture de la guillotine provoque un apport d'air très chaud (au moins 650 °C) dont l'énergie suffit au vu des essais réalisés, à enflammer le nuage présent dans le sécheur. On ne peut exclure que l'allumage du nuage soit lié à un autre phénomène (présence d'escarbille, pulpe auto- échauffée) mais l'apport d'air chaud reste une hypothèse très probable au regard de la simultanéité des deux évènements.

La cause primaire de l'explosion la plus vraisemblable est donc une explosion de poussières au sein du sécheur. L'atmosphère explosive ayant été créée par le séjour prolongé (presque 3 heures au lieu d'une dizaine de minutes en temps normal) de pulpes de betterave dans le sécheur conduisant à un degré de

[5] La dessiccation est un processus ou un procédé d'élimination de l'eau d'une substance, ou d'un milieu, à un stade poussé. Il s'agit d'une déshydratation conduisant à une grande perte d'eau. Ce phénomène peut être naturel ou forcé.

séchage plus important (taux d'humidité plus bas) et à une granulométrie plus fine qu'à l'accoutumée. À la réouverture de la guillotine, l'apport d'énergie lié aux gaz chauds issus du foyer est alors suffisant pour déclencher l'explosion.

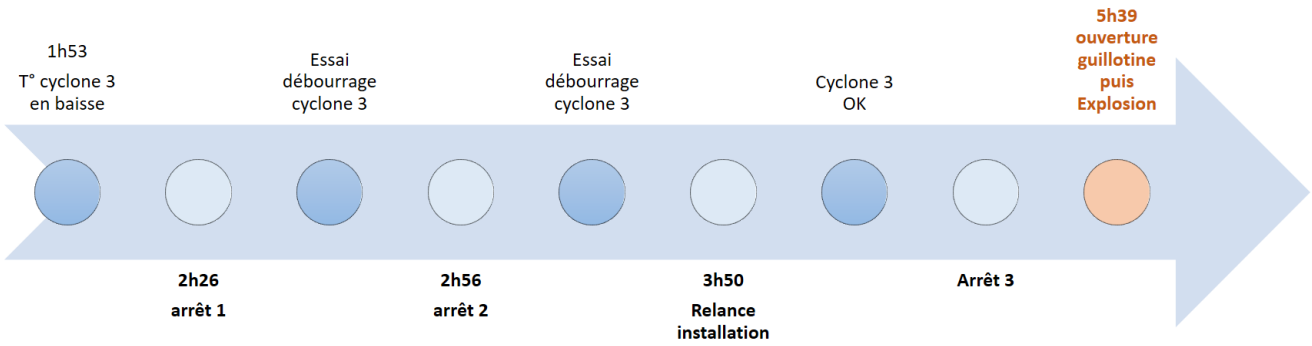


Figure n°11 : chronologie de l'événement

VI.2 Facteurs contributifs

Les facteurs contributifs sont les éléments qui, sans être déterminant, ont pu jouer un rôle dans la survenance, dans l'aggravation ou l'atténuation de l'accident.

VI.2.1 Sensibilisation au risque ATEX

L'installation est située dans une zone où la probabilité de présence d'une atmosphère explosive sous la forme d'un nuage de poussières combustibles est importante en permanence ou pendant de longues périodes de fonctionnement. Bien que les équipements situés dans cette zone soient adaptés pour fonctionner dans ce type d'atmosphère (conformité ATEX), et malgré que les opérateurs aient suivi une formation destinée aux personnels intervenant en zone ATEX, le personnel évoluant dans cet environnement a pu voir sa conscience des risques qui en découlent, et plus particulièrement ceux qui ne sont pas directement liés aux équipements électriques, diminuer.

VI.2.2 Réparations effectuées sur le cyclone n°3

L'un des quatre cyclones de l'installation avait fait l'objet de réparations avant le début de la campagne sucrière. Si les interventions de chaudronnerie réalisées pour la réparation du cyclone ont bien été tracées dans la GMAO, il n'a pas été retrouvé de trace d'une analyse de l'impact de la modification ou des caractéristiques dimensionnelles de la réparation effectuée. Pourtant, ce type d'équipement est sensible aux phénomènes de colmatage et une modification ou une discontinuité de sa surface peut accentuer cette problématique et aller jusqu'à causer un auto-échauffement des particules colmatées.

VI.2.3 Dispositif d'humidification sur le sécheur

Les sécheurs sont généralement équipés de dispositifs d'injection d'eau ou de vapeur, utiles en cas d'échauffement, incendie ou plus simplement pour humidifier le contenu du sécheur. Ce type de dispositif était présent à la conception de l'installation, et figurait dans une procédure d'exploitation

relative aux mesures à prendre en cas d'incendie mais le BEA-RI a constaté qu'il n'avait vraisemblablement jamais été utilisé car il n'était pas identifié par les opérateurs.

VI.2.4 Caractéristiques de la pulpe de betterave

Dans les conditions habituelles d'utilisation du produit au niveau de l'installation, la pulpe de betterave est globalement peu inflammable et peu susceptible de créer une atmosphère explosive. Par contre, après un temps de séchage significativement plus important que celui prévu par le process, la pulpe devient plus facilement inflammable et l'augmentation du taux de fine rend plus probable la survenue d'une explosion de poussières.

VI.2.5 Modalités de mise à l'arrêt de l'installation

La procédure de mise à l'arrêt de l'installation est relativement complexe à mettre en œuvre car elle prévoit la vidange du tambour. La procédure n'est pas mise en œuvre par les opérateurs pour des opérations de maintenance considérées initialement comme courtes. Dans le cadre de la campagne, cette vidange n'est pas prévue, c'est une opération qui n'est effectuée qu'en fin de campagne. Pourtant, la durée d'une intervention étant délicate à estimer en amont d'une opération, cette pratique peut être dommageable.

VI.2.6 Modalités de redémarrage de l'installation

Au moment de la réouverture de la guillotine, il n'y a pas ou peu de moyens de réguler la température à l'entrée du sécheur ce qui se traduit par un apport d'air chaud très important le temps que la régulation puisse effectivement se faire.

VII. Enseignements de sécurité

VII.1 Influence de la dessiccation sur l'explosibilité et l'inflammabilité de la pulpe de betterave

La sensibilité au taux d'humidité de la pulpe de betterave est peu documentée dans la littérature. Dans le cas de l'accident survenu sur le site TEREOS, elle se combine avec la diminution de la granulométrie moyenne des poussières de pulpe dans le sécheur. L'INERIS a montré les conséquences d'un allongement du temps de séchage de la pulpe de betterave en matière d'explosibilité et d'énergie d'activation, mais le constat peut vraisemblablement être étendu à des produits de caractéristiques équivalentes.

VII.2 Sensibilisation des équipes à la formation d'atmosphère explosive

Les conséquences du temps de séjour de la pulpe de betterave à l'intérieur du sécheur n'ont pas été appréhendées. En effet, la conjonction de deux bourrages successifs et de la décision d'attendre le changement de quart pour privilégier un redémarrage de l'installation piloté par une seule et même équipe ont allongé fortement le temps de séjour de la pulpe dans le sécheur. Les conséquences de ce temps de séjour en matière de granulométrie et de séchage étaient largement au-delà de ce qui était habituellement constaté lors des opérations de débourrage. Il convient de sensibiliser les équipes sur ce risque pour sa prise en compte effective dans les décisions, notamment de report de démarrage de l'installation.

VII.3 Maintenance et exploitation en accord avec les spécifications des constructeurs

L'unité de déshydratation est de conception assez ancienne. Elle a fait l'objet de plusieurs remises à niveau successives dont une notamment, portant principalement sur les dispositifs de conduite de l'installation. Cette remise à niveau majeure s'est appuyée sur l'expérience acquise par les personnels de conduite de l'installation, et pour la spécification de la programmation des automatismes par une société spécialisée, mais qui ne possédait pas de connaissances métier. Les modifications effectuées auraient pu faire l'objet d'une demande de validation par le concepteur originel de l'installation.

L'utilisation d'un dispositif d'injection d'eau ou de vapeur de sécurité, recommandé par le constructeur, mentionné dans une procédure d'urgence, mais initialement peu utilisé, a, au fil du temps, disparu des esprits et surtout des procédures. Il doit être tenu compte des préconisations du constructeur tout au long de la vie de l'installation.

VII.4 Définition de la notion de mise à l'arrêt d'une installation

Les définitions des différents types d'arrêts (arrêt à chaud, arrêt de courte durée, arrêt de sécurité, etc.) doivent être précisées dans les différentes procédures et les risques et précautions à prendre doivent y être développés, notamment ceux qui dépendent de la durée prévue et effective de l'arrêt.

VIII. Recommandations de sécurité à destination de l'exploitant

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

- **Compléter les procédures de démarrage et de mise à l'arrêt de l'installation de déshydratation des pulpes, notamment dans le cas des arrêts à chaud, pour intégrer la vidange du sécheur ;**
- **S'assurer que l'installation est bien équipée d'un système d'injection d'eau ou de vapeur de sécurité fonctionnel ;**
- **Compléter l'instrumentation de l'installation et introduire des dispositifs d'alerte en cas d'élévation de la température en sortie de sécheur et avant les cyclones et étudier la possibilité de contrôle du taux d'humidité des pulpes en sortie de sécheur ;**
- **Renforcer le processus de sensibilisation des opérateurs aux risques inhérents à l'exploitation de l'installation.**

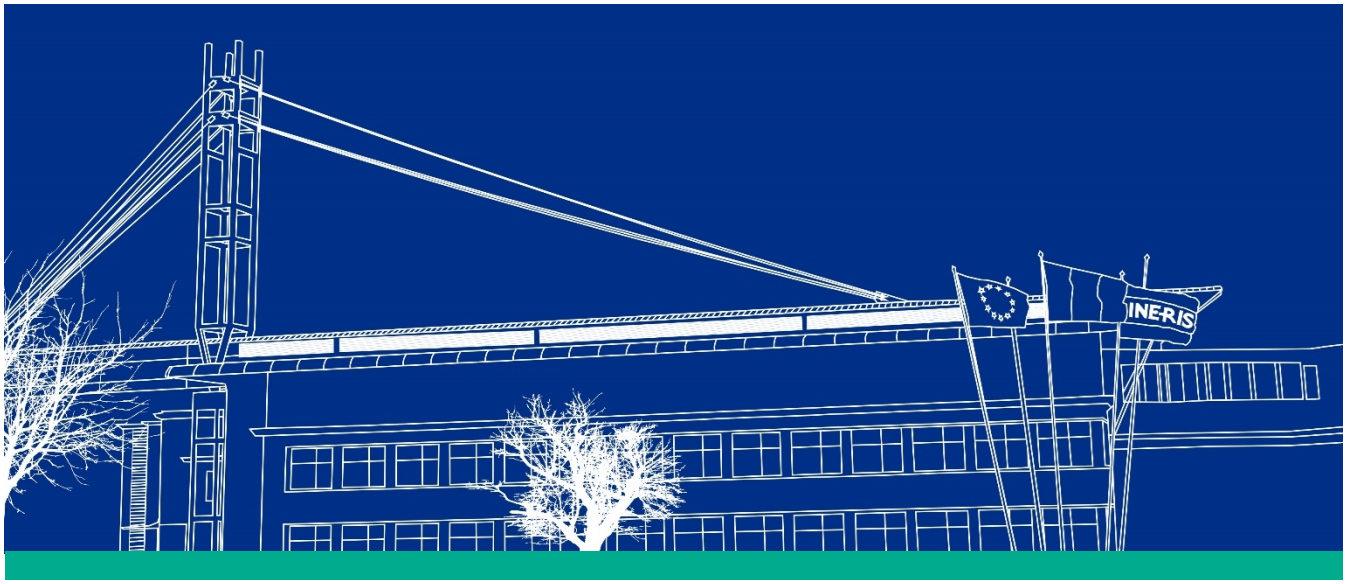
IX. Annexe

Annexe 1 Rapport d'appui réalisé par l'INERIS 30

Annexe 1 Rapport d'appui réalisé par l'INERIS

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité

INERIS
maîtriser le risque pour un développement durable



(ID Modèle = 454913)

Ineris - 228084 - 2790971 - v1.0

14/06/2024

Appui technique de l'Ineris en réponse à la saisine du BEA-RI à la suite de l'explosion dans un sécheur rotatif de pulpes de betteraves de la société TEREOS sur son site de Bucy-le-Long (02) le 09 octobre 2023

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 GENERALE

Rédaction : COLLET Martin, PROD'HOMME Gaetan

Vérification : BINOTTO GHISLAIN; CHAUMETTE SYLVAIN; STOUVENEL MICKAEL; LE-ROUX BENJAMIN

Approbation : PIQUETTE BERNARD - le 14/06/2024

Liste des personnes ayant participé à l'étude : Thomas FAGNON, Arnaud PAPIN, Nicolas CHATELIER

Table des matières

1 Introduction 6
1.1 Déontologie 6
1.2 Contexte 6
2 Description succincte des installations concernées et des circonstances de l'accident 7
2.1 Description générale de la ligne de séchage 7
2.2 Circonstances des évènements du 9 octobre 2023 7
3 Etude de caractérisation des poussières de pulpe de betterave 9
3.1 Synthèse des données recueillies dans la littérature sur les caractéristiques de pulpes de betteraves 9
3.2 Caractérisation d'un échantillon de pulpe de betterave en sortie de sécheur sur le site de TEREOS 10
3.2.1 Essais sur la pulpe de betterave brute 11
3.2.2 Essai sur la pulpe de betterave séchée 14
4 Conclusions et réponses aux questions du BEA-RI 18
5 Annexes 20

Table des figures

Figure 1 : Exemple de schéma de fonctionnement d'une ligne de séchage 7
Figure 2 : Clichés photographiques de l'échantillon TEREOS "pulpe de betterave" - référence Ineris "24AC953" tel que reçu le 15/01/2024 11

Résumé

Ce rapport a pour objectif de répondre à une sollicitation du BEA-RI formulée le 10 novembre 2023, dans le cadre d'une enquête après accident concernant l'explosion d'une ligne de séchage de pulpe de betterave destinée à la fabrication de pellets pour la consommation animale.

L'Ineris a répondu aux interrogations suivantes, soulevées par le BEA-RI :

- La possibilité de formation d'une atmosphère explosive « poussière » par la pulpe de betterave,
- La possibilité de formation d'une atmosphère explosive « gaz » relative aux gaz de pyrolyse de la pulpe de betterave,
- Le cas échéant, statuer sur l'énergie d'activation de ces atmosphères explosives suivant les modes envisageables suivants :
    1 Inflammation par les gaz chauds du four,
    2 Auto-échauffement de la pulpe,
    3 Introduction d'un point incandescent (escarbille) lors de l'ouverture,
- En complément :
    1 Quelles sont les variations des propriétés d'explosivité de la pulpe en fonction de l'humidité,
    2 Quelle évolution du taux d'humidité de la pulpe dans le sécheur dans les conditions ayant menées à l'accident,

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

Institut national de l'environnement industriel et des risques, **Appui technique de l'Ineris en réponse à la saisine du BEA-RI à la suite de l'explosion dans un sécheur rotatif de pulpes de betteraves de la société TEREOS sur son site de Bucy-le-Long (02) le 09 octobre 2023**, Verneuil-en-Halatte : Ineris - 228084 - v1.014/06/2024.

Mots-clés :

Auto-échauffement, BEA-RI, Betterave (pulpe), Bucy-le-Long, cyclone, explosion, poussière, pulvérulent, sécheur, TEREOS.

Glossaire :

ATD / ATG : Analyse thermique différentielle couplée à une analyse thermogravimétrique.

ATEX : Atmosphère explosible ou Atmosphère explosive.

BEA-RI : Bureau d'enquêtes et d'analyses - Risques industriels.

EMI : Energie Minimale d'Inflammation.

ICPE : Installation classée pour l'environnement.

Ineris : Institut national de l'environnement industriel et des risques.

INRS : Institut National de Recherche et de Sécurité.

TAI : Température d'auto-inflammation.

TMI : Température Minimale d'inflammation.

VMP : Vitesse de montée en pression.

1 Introduction

1.1 Déontologie

Durant ces 5 dernières années, et en dehors d'actions de formation, l'Ineris a réalisé 3 prestations pour le groupe TEREOS dont 2 pour le site de Bucy-le Long (02). Ces prestations n'ont pas de lien avec les installations objets de la saisine du BEA-RI.

1.2 Contexte

Une explosion s'est produite dans la nuit du 9 octobre 2023 dans une ligne de séchage de pulpe de betterave sur la sucrerie de la société TEREOS à Bucy-le-Long (02). La ligne de séchage impliquée dans l'explosion inclut un four à charbon, un sécheur rotatif à tambour d'environ 150 m^3, 4 cyclones et une recirculation d'air chaud. Les principaux dégâts ont été observés au niveau du tambour de séchage et des cyclones de la ligne. Deux personnes ont été blessées et la plupart des parois du bâtiment ont été soufflées (fibrociment amianté).

Le BEA-RI a décidé le 12/10/2023 d'ouvrir une enquête sur l'accident et a souhaité mobiliser l'expertise de l'Ineris (via une lettre de saisine datée du 24/10/2023 et réceptionnée par l'Ineris le 12/04/2024, présentée en Annexe 1) pour répondre aux interrogations suivantes, soulevées par le BEA-RI :

- La possibilité de formation d'une atmosphère explosive « poussière » par la pulpe de betterave,
- La possibilité de formation d'une atmosphère explosive « gaz » relative aux gaz de pyrolyse de la pulpe de betterave,
- Le cas échéant, statuer sur l'énergie d'activation de ces atmosphères explosives suivant les modes envisageables suivants :
    1 Inflammation par les gaz chauds du four,
    2 Auto-échauffement de la pulpe,
    3 Introduction d'un point incandescent (escarbille) lors de l'ouverture,
- En complément :
    1 Quelles sont les variations des propriétés d'explosivité de la pulpe en fonction de l'humidité,
    2 Quelle évolution du taux d'humidité de la pulpe dans le sécheur dans les conditions ayant menées à l'accident,

Pour répondre à ces interrogation, l'Ineris a réalisé :

- une étude bibliographique pour identifier les données d'inflammabilité et d'explosivité de la pulpe de betterave ainsi que son comportement vis-à-vis de l'auto-échauffement,
- des essais de caractérisation d'inflammabilité et explosivité d'un échantillon de pulpe de betterave déshydraté issue d'un site de production de pellets de betterave de la société TEREOS,

Après une brève présentation du contexte accidentel, l'Ineris présente les résultats de ces investigations puis une synthèse des résultats est réalisée au regard des questions du BEA-RI.

2 Description succincte des installations concernées et des circonstances de l'accident

Les descriptions présentées dans ce chapitre résultent des échanges avec le BEA-RI et sont basées sur les documents transmis par le Bureau, l'Ineris ne s'étant pas rendu sur place et n'ayant pas échangé directement avec l'industriel.

2.1 Description générale de la ligne de séchage

L'installation concernée est une ligne de séchage « Promill » datant de 1970 composée d'un four à charbon ouvert donnant sur un tambour de séchage dit « à trois passages ».

L'installation a pu être modifiée depuis son installation. La circulation de l'air chaud et du produit est assurée par une aspiration permanente et des cyclones (4) destinés à récupérer le produit en sortie de tambour. Le séchage permet de passer d'un taux d'humidité des pulpes de 72 % à 12 % avec un temps de passage d'environ 7 minutes dans le sécheur en conditions nominales.

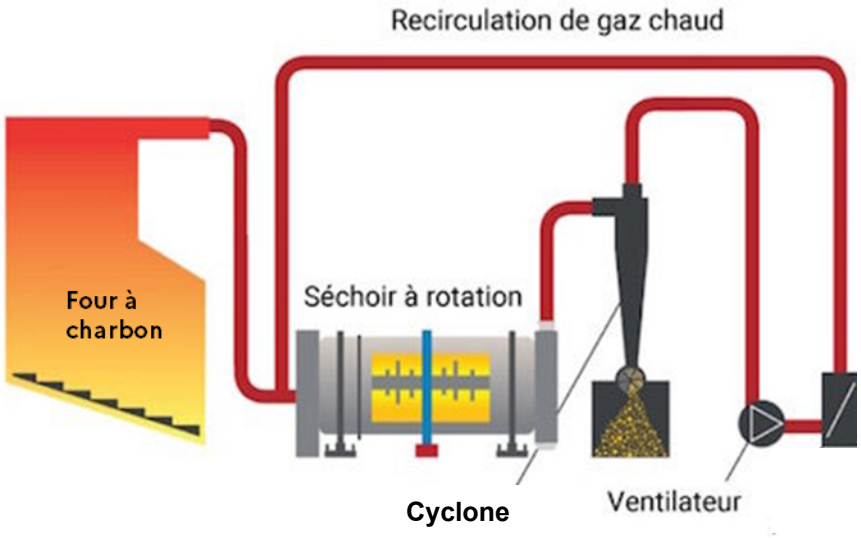


Figure 1 : Exemple de schéma de fonctionnement d'une ligne de séchage

L'ensemble des produits (charbon et pulpe) est chargé par la société Schuller. En sortie des cyclones, les pulpes sont réhumidifiées par vapeur pour être pressées et sorties en pellets destinés à l'alimentation animale.

Le volume interne du sécheur à tambour est d'environ 315 m^3 et le débit d'alimentation en pulpe de betterave avoisine les 12 t/h. La recirculation de gaz chaud revient dans la chambre du four à charbon.

2.2 Circonstances des évènements du 9 octobre 2023

Le 9 octobre 2023, durant la nuit, plusieurs bourrages successifs ont eu lieu dans un ou plusieurs cyclones situés en aval du sécher à tambour. Afin de débourrer ces cyclones pour relancer la production, les opérateurs ont stoppé l'alimentation en pulpe venant du sécheur en isolant ce dernier (pas de circulation d'air, ni de pulpe). Après avoir réalisé cette opération à plusieurs reprises durant la nuit, les opérateurs ont laissé le soin au quart suivant de débourrer et redémarrer les cyclones, puis de rouvrir la guillotine entre le four et le sécheur pour donner suite au dernier bourrage de cyclone. Une explosion s'est alors produite lors de la remise en route des cyclones et la réouverture de la guillotine. Le tambour de séchage a subi des effets importants ainsi que les parties supérieures de plusieurs des cyclones. A noter qu'entre le début de l'isolement du sécheur et sa réouverture par le quart suivant, un laps de temps d'environ 3h30 est passé.

Au début de l'enquête, les premiers constats recueillis par le BEA-RI sont :

- La présence très probable de pulpe de betterave dans le tambour de séchage en rotation sans circulation d'air ou de produit, et ce durant plusieurs heures,
- L'observation d'une température descendante dans le tambour,
- L'observation d'une température descendante dans les cyclones sauf cyclone 3 présentant une remontée en température inhabituelle,
- Une concentration de CO limitée à 113 ppm dans la zone four découplée du tambour durant toute la période de mesure,
- Ventelles d'alimentation du four fermé,
- Evacuation des fumées du four.

3 Etude de caractérisation des poussières de pulpe de betterave

Ce chapitre présente les travaux menés par l'Ineris pour apporter des éclairages aux questions posées par le BEA-RI (voir chapitre 1.2).

Dans un premier temps (Chapitre 3.1), une recherche bibliographique est menée pour collecter les informations quant aux caractéristiques d'explosivité de la pulpe de betterave. Dans un second temps (Chapitre 3.2), des essais sont menés pour :

- Compléter ces données d'explosivité au travers d'essais portant sur la pulpe de betterave,
- Caractériser l'auto-échauffement des pulpes de betterave,
- Caractériser la production de gaz de pyrolyse de la pulpe de betterave.

Ces essais sont menés sur des échantillons de pulpe directement sortis de séchoir fourni par Tereos, puis sur des échantillons ayant subi un processus de séchage/broyage illustratif des conditions de process avant l'accident.

Les résultats sont discutés dans le chapitre 4 pour répondre aux questions du BEA-RI.

3.1 Synthèse des données recueillies dans la littérature sur les caractéristiques de pulpes de betteraves

L'Ineris a réalisé une étude bibliographique sur la base de données GESTIS-CARATEX, afin de déterminer les caractéristiques d'inflammabilité et d'explosivité de produits similaires à de la pulpe de betterave[1]. Les données sont recensées ci-dessous :

Essai	Echantillon de « betterave sucrière, pellets »	Echantillon de « betterave sucrière, pellets »	Echantillon de « Betterave sucrière, pellets, dépôt de poussière, silo/bande transporteuse »	Echantillon de « Betterave sucrière, pellets, dépôt de poussière, hall de dépôt/bande transporteuse »
Granulométrie	90 % < 500 µm Dv 50 = 50 µm	100 % < 63 µm Dv 50 = 27 µm	100 % < 500 µm 94 % < 250 µm 61 % < 125 µm Dv 50 = 106,4 µm	86 % < 500 µm 72 % < 250 µm 24 % < 125 µm Dv 50 = 179,8 µm
Taux d'humidité	12 %	3,7 %	6,1 %	8,3 %
Limite Inférieure d'Explosivité (LIE)	125 $g.m^{-3}$	125 $g.m^{-3}$	30 $g.m^{-3}$	125 $g.m^{-3}$
Violence d'explosion (Kst, Pmax)	P_{max} = 4,5 bar K_{st} = 16 $bar.m.s^{-1}$ (Classe d'explosivité St1)	P_{max} = 8,4 bar K_{st} = 87 $bar.m.s^{-1}$ (Classe d'explosivité St1)	P_{max} = 7,4 bar K_{st} = 33 $bar.m.s^{-1}$ (Classe d'explosivité St1)	P_{max} = 6,8 bar K_{st} = 24 $bar.m.s^{-1}$ (Classe d'explosivité St1)

[1] Base de données GESTIS-CARATEX : Recherche par mot clefs « betterave » : https://staubex.ifa.dguv.de/exploergebnis.aspx?lang=f

Essai	Echantillon de « betterave sucrière, pellets »	Echantillon de « betterave sucrière, pellets »	Echantillon de « Betterave sucrière, pellets, dépôt de poussière, silo/bande transporteuse »	Echantillon de « Betterave sucrière, pellets, dépôt de poussière, hall de dépôt/bande transporteuse »
Energie Minimale d'Inflammation (EMI)	> 10^6 mJ	> 1000 mJ	> 1000 mJ	> 1000 mJ
Température Minimale d'Inflammation en nuage	-	400°C (en four BAM)	-	-
Température Minimale d'Inflammation en couche	270°C	270°C	-	-

Tableau 1 : Synthèse des données d'inflammabilité et d'explosivité recensés sur la base de données GESTIS-CARATEX

Les données recensées sont relatives aux betteraves sucrières et non à la pulpe de betterave qui est, un déchet issu du procédé de production de sucre à partir de betteraves sucrières et destiné à la production de nourriture animale.

Etant donné les informations collectées à la suite de la recherche bibliographique qui ne sont pas représentative d'un échantillon de « pulpe » et le fait que la teneur en sucre des betteraves évolue en fonction des années, la réalisation d'essais de caractérisation de l'inflammabilité et de l'explosivité des pulpes de betterave (chapitre 3.2) est nécessaire pour pouvoir répondre de manière précise aux sollicitations du BEA-RI sur l'explosion survenue le 9 octobre sur le site de Bucy-le-Long.

3.2 Caractérisation d'un échantillon de pulpe de betterave en sortie de sécheur sur le site de TEREOS

Le site TEREOS d'Origny-Sainte-Benoîte (02), a mis à disposition de l'Ineris un échantillon de pulpe de betterave récolté en sortie de sécheur. L'échantillon fourni par la société TEREOS a été réceptionné dans les laboratoires de l'Ineris le 15/01/2024 et identifié de la manière suivante :

- Référence TEREOS « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 » (Cf. Figure 2).

Figure 2 : Clichés photographiques de l'échantillon TEREOS "pulpe de betterave" - référence Ineris "24AC953" tel que reçu le 15/01/2024

Les essais réalisés ont pour objectif de :

- Caractériser l'explosivité et l'inflammabilité de la pulpe dans sa forme nominale (pulpe de betterave brute) dans le procédé de séchage ;
- Caractériser l'explosivité et l'inflammabilité de la pulpe telle qu'elle a pu se retrouver dans le sécheur le jour de l'accident (pulpe de betterave séchée).

Les résultats de ces essais sont synthétisés dans les chapitres suivants. Les résultats des mesures d'essais sont présentés en Annexe 2 et les descriptions d'essais en Annexe 3.

3.2.1 Essais sur la pulpe de betterave brute

Dans le chapitre suivant, sont présentés les essais réalisés sur l'échantillon de « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 » tels que reçus par l'Ineris. Les essais suivants ont été réalisés avec le produit brut afin de caractériser les risques d'inflammabilité et d'explosivité de la pulpe de betterave brute, telle que retrouvée de manière nominale dans le procédé de séchage.

En effet, par sa distribution granulométrique bien supérieure à 500 µm (Cf. Figure 2), la probabilité de formation d'une ATEX en cas de mise en suspension de ce produit est très faible.

Essai (Référentiel)	Echantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 »	Observation / Commentaire / Interprétation / Conclusion
Granulométrie par tamisage mécanique	> 1 mm : 98,4 % 1 mm – 500 µm : 1,0 % 500 µm – 315 µm : 0,3 % 315 µm – 180 µm : 0,3 % 180 µm – 100 µm : 0,0 % 100 µm – 63 µm : 0,0 % 63 µm – 40 µm : 0,0 % 40 µm – 32 µm : 0,0 %	L'échantillon est constitué à 0,6 % de particules fines (*i.e.* < 500 µm). Il est important de noter que l'échantillon reçu par l'Ineris pourrait contenir moins de particules fines que l'échantillon impliqué dans l'accident du 9 octobre. En effet, l'échantillon reçu par l'Ineris a été récupéré en sortie de cyclone, contrairement à l'échantillon impliqué qui est resté en rotation dans le sécheur, en amont du cyclone.

Essai (Référentiel)	Echantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 »	Observation / Commentaire / Interprétation / Conclusion
Taux d'humidité	11,26 %	/
Limite Inférieure d'Explosivité (LIE) en sphère de 20 L (NF EN 14034-1 et – 2 / NF EN ISO/IEC 80079-20-2)	/	Aucune surpression supérieure à 0,3 bar n'a été observée lors de l'essai en sphère de 20 L avec inflammateurs de 2 KJ (Cf. Figure). Cet échantillon n'est donc pas susceptible de générer une ATEX lors de sa mise en suspension dans l'air.
ATD/ATG (ASTM E 2550)	- Un phénomène exothermique initié à environ 230°C et s'étalant jusqu'à 300°C environ. La température pour laquelle l'écart de température entre l'échantillon et le témoin atteint 50°C est d'environ 238°C. La perte de masse correspondant à ce phénomène exothermique est de l'ordre de 85 %. - La température maximale atteinte lors du phénomène exothermique est de l'ordre de 600°C. - A 800°C, la perte de masse de l'échantillon est de 15 %.	Cet échantillon est combustible et possède une réactivité élevée (T < 250°C) vis-à-vis de l'oxy-réactivité[2]. Etant donné l'oxy-réactivité du produit testé, l'essai doit être complété par un essai d'auto-échauffement visant à déterminer le domaine de la taille critique en fonction de la température à partir duquel un risque d'auto-inflammation est possible.

[2] RAPPORT D'ÉTUDE, N°DRA – 2005 – 46055, 01/02/2005 : Méthodes pour l'évaluation et la prévention des risques accidentels (DRA 35 - rapport Ω 11), Connaissance des phénomènes d'auto-échauffement des solides combustibles.

Essai (Référentiel)	Echantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 »	Observation / Commentaire / Interprétation / Conclusion
Essais d'auto-échauffement en étuves isothermes (NF EN 15188)	Températures d'auto-inflammation mesurées expérimentalement : - 125 cm^3 = 202°C, - 216 cm^3 = 192°C, - 614 cm^3 = 177°C, - 1000 cm^3 = 172°C,	Les valeurs de températures critiques présentées ci-dessous ont été extrapolées selon la théorie de l'auto-échauffement[3] (Cf. Figure A5) : - A 150°C, un auto-échauffement est possible pour un stockage cubique d'arête supérieure à 17 cm ; - A 125°C, un auto-échauffement est possible pour un stockage cubique d'arête supérieure à 36 cm ; - A 100°C, un auto-échauffement est possible pour un stockage cubique d'arête supérieure à 80 cm ; - A 75°C, un auto-échauffement est possible pour un stockage cubique d'arête supérieure à 2 m ; - A 50°C, un auto-échauffement est possible pour un stockage cubique d'arête supérieure à 6 m ; - D'autres extrapolations ont été effectuées pour différentes formes de stockages (cylindre, dépôt), elles sont présentées à la Figure A6 (Annexe 2)

Tableau 2 : Résultats d'essais sur l'échantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 » brute

L'analyse de ces essais montre notamment que l'échantillon de pulpe de betterave brut ne présente pas de risque de formation d'atmosphères explosives (ATEX), principalement en raison de sa granulométrie élevée (> 500 µm). En effet, aucune surpression supérieur à 0,3 bar n'a été mesurée lors de l'essai de LIE.

Par ailleurs, la température de la pulpe en sortie de sécheur étant d'environ 100°C, un auto-échauffement est possible pour un volume cubique d'environ 80 cm d'arête (valeur similaire pour un stockage cylindrique), ce qui peut valider l'hypothèse d'un auto-échauffement dans le cyclone N°3 (observation d'une température montante). Les essais montrent également que la cinétique du phénomène d'auto-échauffement est rapide, les temps d'inductions expérimentaux (intervalles entre l'atteinte de la température de l'étuve et l'amorçage d'une inflammation) étant inférieurs à 1 h d'après les données. Il est d'ailleurs probable que cette cinétique d'auto-échauffement soit plus rapide en situation réelle étant donné la température de la pulpe en sortie de sécheur.

[3] Diffusion and heat transfer in chemical kinetics, FRANCK-KAMENETSKII D.A., 1969, Plenum Press

3.2.2 Essai sur la pulpe de betterave séchée

Lors des essais exposés dans le chapitre précédent, il a été observé que l'échantillon de pulpe de betterave brut ne présentait pas de risque d'atmosphères explosives (ATEX), principalement en raison de sa granulométrie élevée (> 500 µm).

Afin de reproduire au mieux les conditions de l'accident et d'identifier les facteurs ayant pu conduire à l'explosion survenue le 9 octobre sur le site de Bucy-le-Long (02), nous avons pris en compte les conditions présumées à l'intérieur du tambour de séchage juste avant l'incident, comme indiqué dans les premières constatations du BEA-RI :

- La présence de pulpe de betterave dans le tambour de séchage en rotation (température non monitorée) sans circulation d'air ou de produit, et ce durant plusieurs heures (environ 3 h 30),
- L'observation d'une température descendante dans le tambour,
- Ventelles d'alimentation du four fermées,
- Evacuation des fumées du four.

3.2.2.1 Essais d'abrasion sur la pulpe de betterave séchée

L'Ineris a ainsi mis en place les essais suivants afin de s'approcher au mieux des circonstances accidentelles :

- Séchage à 110°C pendant 3 h 30,
- Passage en tambour d'abrasion (TAR II ERWEKA) pendant 3 h 30.

Essai (Référentiel)	Echantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 »	Observation / Commentaire / Interprétation / Conclusion
Granulométrie par tamisage mécanique après séchage pendant 3h30 à 110°C	> 1 mm : 97,1 % 1 mm – 500 µm : 1,3 % 500 µm – 315 µm : 0,4 % 315 µm – 180 µm : 0,3 % 180 µm – 100 µm : 0,4 % 100 µm – 63 µm : 0,3 % 63 µm – 40 µm : 0,1 % 40 µm – 32 µm : 0,0 %	L'échantillon est constitué à 1,6 % de particules fines (*i.e.* < 500 µm).
Granulométrie par tamisage mécanique après séchage pendant 3h30 à 110°C et 3h30 en roue abrasive	> 1 mm : 94 % 1 mm – 500 µm : 1,4 % 500 µm – 315 µm : 0,5 % 315 µm – 180 µm : 0,5 % 180 µm – 100 µm : 1,2 % 100 µm – 63 µm : 0,7 % 63 µm – 40 µm : 0,7 % 40 µm – 32 µm : 1,0 %	L'échantillon est constitué à 4,6 % de particules fines (*i.e.* < 500 µm). L'échantillon présente une propension à l'abrasion.

Tableau 3 : Résultats d'essais de granulométrie de l'échantillon de pulpes de betterave

Après l'essai en roue abrasive de l'échantillon séché à 110°C pendant plusieurs heures, on observe que la quantité de particules fines susceptibles de générer des ATEX est de 4,6 % environ (0,6 % pour le produit brut uniquement séché). On peut en conclure que l'échantillon de pulpe de betterave séchée présente une propension à l'abrasion (usure par frottement des particules) non négligeable.

En considérant un débit d'alimentation en pulpe de betterave d'environ 12 t/h et un temps de séjour nominal dans le tambour de 7 min, la quantité probablement restée en rotation dans le sécheur pendant l'arrêt avoisine les 1,4 t.

Avec une composition de particule inférieure à 500 µm de 64,4 kg (1400 kg x 4,6%) dans le sécheur de volume égal à 315 m^3, la concentration de particules fines (< 500 µm) aurait pu être de 204 g/m^3 avant l'explosion (64,4 kg / 315 m^3).

L'échantillon de pulpe de betterave analysé par l'Ineris dans le cadre de cette enquête a été récupéré en pied de cyclone, en fonctionnement normal du procédé. Il est probable qu'une proportion des particules fines soit entrainée en tête de cyclone et ne se retrouve donc pas dans l'échantillon testé. La pulpe de betterave bloquée dans le tambour lors de l'accident n'est pas passée par cette étape de séparation dans le cyclone et pourrait donc présenter une proportion plus importante de particules fines.

3.2.2.2 Essais d'explosivité et d'inflammabilité sur la partie fine de l'échantillon

Les essais ci-dessous ont été réalisés après séchage (3h30 à 110°C) et broyage de la pulpe (< 500 µm) afin de caractériser l'inflammabilité et l'explosivité des poussières fines de betteraves, telles qu'elles auraient pu se retrouver dans le sécheur avant l'explosion.

Essai (Référentiel)	**Echantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 » séchée et broyée**	**Observation / Commentaire / Interprétation / Conclusion**
Granulométrie par diffraction LASER (ISO 13320)	Dv (10) = 78,6 µm Dv (50) = 395 µm Dv (90) = 643 µm 7,00 % < 63 µm 14,87 % < 180 µm 29,23 % < 315 µm 73,03 % < 500 µm	L'échantillon séché et broyé est constitué à 73,03 % de particules fines (*i.e.* ≤ 500 µm), la granulométrie médiane est de 395 µm (Figure).
Taux d'humidité	0,28 %	-
EMI avec inductance (NF EN ISO/IEC 80079-20-2)$	300 mJ < EMI < 1000 mJ	L'échantillon testé est peu sensible aux phénomènes électrostatiques.
Violence d'explosion en sphère de 20L (NF EN 14034-1 et – 2 / NF EN ISO/IEC 80079-20-2)	Pmax = 7,9 bars (+/- 10%) (dP/dt)max = 282 $bars.s^{-1}$ (+/- 20%) Kst = 77 $bar.m.s^{-1}$ (+/- 20%) Classe d'explosion : St1	Cet échantillon est susceptible de générer une ATEX lors de sa mise en suspension dans l'air avec une violence d'explosion faible (Classe d'explosion : St1).

Essai (Référentiel)	Echantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 » séchée et broyée	Observation / Commentaire / Interprétation / Conclusion
Limite Inférieure d'Explosivité (LIE) en sphère de 20 L (NF EN 14034-1 et – 2 / NF EN ISO/IEC 80079-20-2)	LIE = 190 g.m^{-3} (+/- 10%)	Cet échantillon est susceptible de générer une ATEX lors de sa mise en suspension dans l'air pour une limite inférieure d'inflammabilité de 190 g.m^{-3} (+/- 10%).
TMInuage (NF EN ISO/CEI 80079-20-2)	TMI_{nuage} = 420°C	Le contact entre un nuage de poussière et la paroi d'un équipement dont la température dépasse 420°C pourrait entrainer l'inflammation de ce nuage.

Tableau 4 : Résultats des essais réalisés sur la partie fine de l'échantillon de pulpe de betterave « 24AC953 »

Les essais réalisés sur l'échantillon **de pulpe de betterave séchée et broyée** sont présentés dans le Tableau 4. Ils nous permettent d'apporter des éléments de réponse par rapport aux caractéristiques de la pulpe étant restée dans le sécheur à la suite d'un fonctionnement dégradé du procédé dû à un bourrage dans un ou plusieurs cyclones).

En effet, en considérant que la pulpe bloquée pendant plusieurs heures dans le sécheur en rotation ait subi une abrasion consécutive aux chocs entre particules de pulpe ou contre les parois du sécheur. Elle aurait ainsi pu générer des poussières plus fines (< 500 µm) étant susceptibles de générer des ATEX. À la suite des essais réalisés au § 3.2.2.1, il a été montré **qu'une concentration de particules fines de l'ordre de 200 g/m^3 (ou supérieure) était probable dans le sécheur resté en rotation.**

Cette concentration étant supérieure à la LIE mesurée sur l'échantillon de pulpe séchée et broyée, la présence d'une ATEX composée d'un mélange de fines de pulpe de betterave dans l'air est considérée comme probable.

Concernant l'énergie d'activation du phénomène d'explosion, il est difficile de statuer mais nous pouvons amener les éléments suivants :

- L'échantillon présente une EMI entre 300 mJ et 1 J, cette énergie peut être apportée par des décharges électrostatique de type « étincelle » ou « glissante de surface ». Cette dernière étant une décharge énergétique causée par le claquage électrique à travers une couche diélectrique ayant une charge égale et opposée de part et d'autre de sa surface.
- L'échantillon présente une Température Minimale d'Inflammation en nuage d'environ 420°C.

3.2.2.3 *Essai en four tubulaire*

Les essais en four tubulaire nous permettent de caractériser de manière qualitative et quantitative, les gaz de pyrolyse émis lors du « blocage » de la pulpe dans le sécheur. Il s'agit notamment d'identifier les gaz pouvant être générés lors de l'échauffement du produit dans ces conditions de température et sous atmosphère contrôlée représentative des conditions possibles dans le sécheur lors de l'accident.

Par manque d'informations concernant la température à l'intérieur du sécheur, ces essais ont été réalisés à une température de 400°C afin de représenter une valeur située entre la température d'entrée de l'air chaud (700-800°C) et la température en sortie du four (environ 100°C). Le taux d'oxygène des essais est de 20% et 10% pour représenter une situation « normale » et une situation où le taux d'oxygène aurait pu être plus faible, lors de l'isolement du sécheur sans apport d'air, ni de pulpe.

Les essais ont été réalisés au four tubulaire à un débit gazeux de 2 L/min pour une prise d'essai de 5 g environ (soit 1 % en volume de remplissage du four).

Du fait du déplacement gazeux, beaucoup de matière s'est condensée en sortie de four. Ce qui n'était pas le cas dans le séchoir bouché, où toute la matière est restée à une température comprise entre 700°C et 400°C sans possibilité de sortie. Les quantités de gaz produites dans le séchoir devaient donc être plus importantes.

Essai (Référentiel)	Echantillon « pulpe de betterave » - référence Ineris « 24AC953 »
Essai en four tubulaire à 400°C sous balayage d'air appauvri (10 % d'O_2) sur un échantillon de pulpe de betterave. **Essai en four tubulaire et dosage des gaz en ligne par µGC/TCD.**	L'essai a été réalisé à 400°C sous air appauvri en O_2 pendant 2h. Composition des gaz de pyrolyse à 400°C : • H_2 = 0,048 mg/g • CH_4 = 1,75 mg/g • **CO = 77,2 mg/g** • **CO_2 = 704 mg/g** • Ethane = 0,339 mg/g • Propane = 0,829 mg/g • Butane = 0,698 mg/g • Pentane = 0,428 mg/g • Hexane = 0,397 mg/g
Essai en four tubulaire à 400°C sous balayage d'air sur un échantillon de pulpe de betterave. **Essai en four tubulaire et dosage des gaz en ligne par µGC/TCD.**	L'essai a été réalisé à 400°C pendant 2 h. Composition des gaz de pyrolyse à 400°C : • H_2 = 0,108 mg/g • CH_4 = 2,55 mg/g • **CO = 77,7 mg/g** • **CO_2 = 757 mg/g** • Ethane = 0,965 mg/g • Propane = 1,04 mg/g • Butane = 1,22 mg/g • Pentane = 0,259 mg/g • Hexane = < 0,3 mg/g

Tableau 5 : Présentation des résultats d'essais en four tubulaire de l'échantillon de pulpe de betterave « 24AC953 »

Les essais en four tubulaire nous permettent de conclure que l'inflammation des gaz de pyrolyse de la pulpe est peu probable, étant donné la composition en CO_2 (non-inflammable) importante et la composition en CO assez faible (< 1%).

4 Conclusions et réponses aux questions du BEA-RI

L'Ineris a fourni un appui technique en réponse à une demande formulée par le BEA-RI le 10 novembre 2023, dans le cadre d'une enquête post-accident concernant l'explosion d'une ligne de séchage de pulpe de betterave de la société TEREOS, survenue le 9 octobre sur le site de Bucy-le-Long (02).

Les essais réalisés visaient à déterminer les propriétés d'inflammabilité et d'explosivité d'un échantillon de pulpe de betterave afin de fournir des informations au BEA-RI pour l'identification des causes de l'accident.

Au regard des résultats, les réponses aux questions du BEA-RI sont données ci-dessous :

1 - La possibilité de formation d'une atmosphère explosive « poussière » par la pulpe de betterave :

La présence d'une ATEX poussière/air est probable. Dans les conditions normales, les échantillons en sortie de séchoir ne sont pas susceptibles de générer une ATEX. Cependant, il est important de noter que ces échantillons sont collectés après le passage dans le circuit de dépoussiérage et dans des conditions normales d'exploitation. En effet, en conséquence du maintien en rotation du sécheur pendant plusieurs heures, le taux d'humidité et la concentration de fines dans le sécheur ont pu être très largement modifiés par rapport au fonctionnement nominal d'exploitation. Les essais menés sur la pulpe de betterave obtenue après séchage et passage en tambour ont montré qu'une ATEX poussières/air était probable et que la LIE pouvait être atteinte pour ces conditions avec la quantité de matière présente dans le sécheur, a minima localement.

2 La possibilité de formation d'une atmosphère explosive « gaz » relative aux gaz de pyrolyse de la pulpe de betterave :

La présence d'une ATEX « gaz » ou « hybride » (gaz/poussière) est moins probable étant donné la faible quantité de gaz inflammable révélée par l'essai en four tubulaire, cependant, cette hypothèse ne peut pas être totalement exclue.

3 Inflammation par les gaz chauds du four :

Les essais réalisés montrent que le contact entre le nuage de poussières et la paroi du sécheur/four (TMI nuage = 420°C) lors de l'ouverture de la guillotine (air chaud à 700-800°C) pourrait être une source d'inflammation du nuage de poussières.

4 Auto-échauffement de la pulpe :

La montée en température observée dans le cyclone 3 en aval du sécheur pourrait être due à un auto-échauffement de la pulpe de betterave. En effet, à 100°C (température de sortie du sécheur), les essais montrent qu'un auto-échauffement est possible pour un stockage cubique d'arête supérieure à 80 cm pour la matière issue d'un fonctionnement nominal de l'installation. Ceci reste à comparer aux dimensions du cyclone. Les essais montrent également que la cinétique du phénomène d'auto-échauffement est rapide, les temps d'inductions expérimentaux (intervalles entre l'atteinte de la température de l'étuve et l'amorçage d'une inflammation) étant inférieurs à 1 h d'après les données. Il est d'ailleurs probable que cette cinétique d'auto-échauffement soit plus rapide en situation réelle étant donné la température de la pulpe en sortie de sécheur. Enfin, il est à noter que ce phénomène d'auto-échauffement peut générer du monoxyde de carbone (CO).

5 Introduction d'un point incandescent (escarbille) lors de l'ouverture :

Les essais réalisés montrent que la présence d'un point incandescent (escarbille) lors de l'ouverture peut être à la source de l'inflammation (TMI Nuage= 420°C).

6 Quelles sont les variations des propriétés d'explosivité de la pulpe en fonction de l'humidité :

Les essais réalisés ne permettent pas de distinguer les variations des caractéristiques en fonction de l'humidité pour la pulpe de betterave. Néanmoins, d'après la littérature les conditions d'humidité sur des produits similaires confirment qu'un taux d'humidité réduit favorise des conditions d'explosion plus néfastes (augmentation du Pmax et Kst).

7 Quelle évolution du taux d'humidité de la pulpe dans le sécheur dans les conditions ayant menées à l'accident :

Les essais menés par l'Ineris montrent que le produit soumis à plusieurs heures de séchage et rotation de tambour passait de 11 % d'humidité à moins de 1 %. Il est donc très probable que les 3 h 30 de rotation dans un tambour avec une température relativement élevée ait pu entraîner une baisse du taux d'humidité à un taux très inférieur aux conditions normales d'exploitation du sécheur (env. 80 % d'humidité en entrée à proximité du four). On notera par ailleurs que les résultats des essais réalisés sur la pulpe telle qu'elle se retrouve en fonctionnement nominal du procédé de séchage (temps de séchage maitrisé et dépoussiérage) rendent peu probables la formation d'une ATEX avec ce produit dans le tambour du sécheur en fonctionnement nominal.

5 Annexes

Liste des annexes :

- Annexe 1 : Lettre de saisine du BEA-RI du 12/04/2024 – 2 pages,
- Annexe 2 : Résultats des mesures d'essais – 10 pages,
- Annexe 3 : Description des essais – 13 pages.

ANNEXE 1

-

Lettre de saisine du BEA-RI du 12/04/2024

2 pages

MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
Liberté
Égalité
Fraternité

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

BEA-RI
Risques industriels

Le 12/10/2023, le BEA-RI a ouvert une enquête sur l'explosion survenue le 09/10/2023 au sein du site exploité par TEREOS France à Bucy le long (02).

Deux enquêteurs du BEA-RI, se sont rendus sur site le 19/10/2023. Selon les premiers éléments de l'enquête, cet accident semble être la conséquence d'une explosion au sein de l'installation de séchage de pulpe de betterave.

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

- L'analyse de la bibliographie sur les caractéristiques connues de la pulpe de betterave notamment en fonction de son degré de séchage
- En fonction du résultat de cette étude bibliographique de proposer le cas échant au BEA-RI les essais permettant de déterminer :
    - La possibilité de formation d'une atmosphère explosive « poussière »
    - La possibilité de formation d'une atmosphère explosive due au gaz de pyrolyse de la pulpe
- Le cas échéant de statuer sur l'énergie d'activation de ces atmosphères explosives suivant les trois modes envisageables
    - Inflammation par les gaz chauds du four
    - Auto-échauffement de la pulpe
    - Introduction d'un point incandescent (escarbilles) lors de l'ouverture
- En complément
        - Quelles sont les variations des propriétés d'explosivité de la pulpe en fonction de l'humidité

Mél : bea-ri@developpement-durable.gouv.fr
Tour Sequoia
1, place Carpeaux ,La Défense 6
92055 LA DÉFENSE CEDEX
http://www.igedd.developpement-durable.gouv.fr/bea-ri-r549.html

- Quelle évolution de l'humidité de la pulpe dans le sécheur dans les conditions ayant menées à l'accident

Nous souhaiterions pouvoir disposer de vos conclusions au travers d'un rapport (au format .pdf) selon un calendrier qui sera défini entre vos équipes et les enquêteurs en charge de l'affaire.

Fait à la Défense, le 24 octobre 2023

Henri Kaltembacher

Mél : bea-ri@developpement-durable.gouv.fr
Tour Sequoia
1, place Carpeaux ,La Défense 6
92055 LA DÉFENSE CEDEX
http://www.igedd.developpement-durable.gouv.fr/bea-ri-r549.html

ANNEXE 2

-

Résultats des mesures d’essais

10 pages

sage (minutes) :20 tamisage (%) :70		Masse tamisée (g) : 100		
Diamètre tamis vide	Masse tamis vide (g)	Masse tamis après tamisage avec échantillon (g)	Masse nette du refus (g)	Pourcentage du refus (%)
☑ 1000 µm	310.7	409.1	98.4	98.4
☑ 500 µm	279.1	280.1	1	1
☑ 315 µm	259.1	259.4	0.3	0.3
☐ 250 µm				
☑ 180 µm	245.3	245.6	0.3	0.3
☐ 125 µm				
☑ 100 µm	245.8	245.8	0	0
☑ 63 µm	243	243	0	0
☑ 40 µm	240,8	240.8	0	0
☑ 32 µm	230.4	230.4	0	0
-	433.1	433.1	0	0
		Total	100	100

) :

Figure A1 : Résultats de granulométrie par tamisage mécanique de l'échantillon Ineris « 24AC953 » tel que reçu

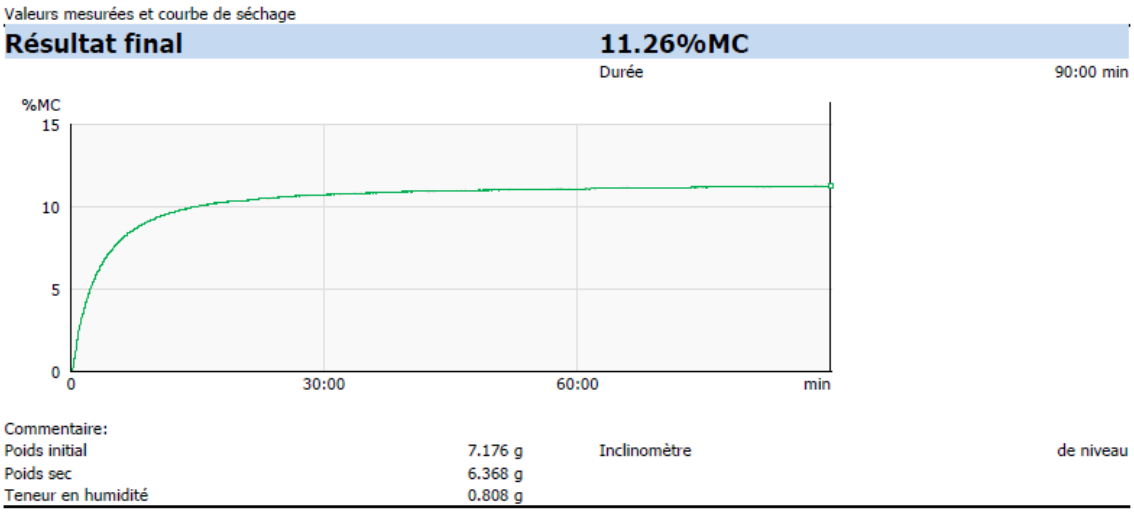


Figure A2 : Taux d'humidité de l'échantillon Ineris « 24AC953 » tel que reçu (110°C pendant 90 min)

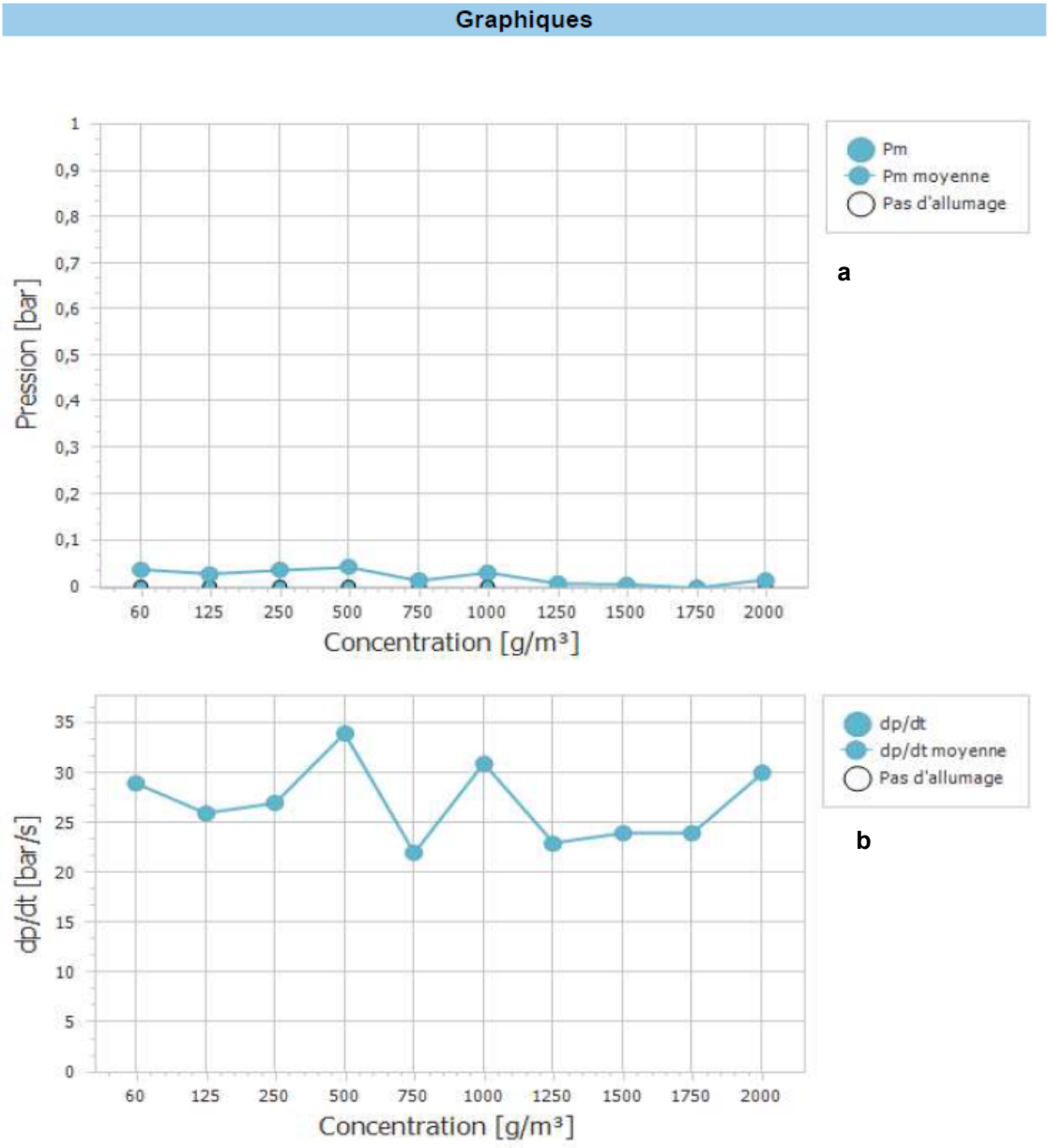


Figure A3 : Courbes représentant l'évolution de la pression d'explosion en fonction de la concentration (a) et la vitesse de montée en pression en fonction de la concentration (b) en sphère de 20L avec inflammateurs de 2 kJ pour l'échantillon Ineris « 24AC953 ».

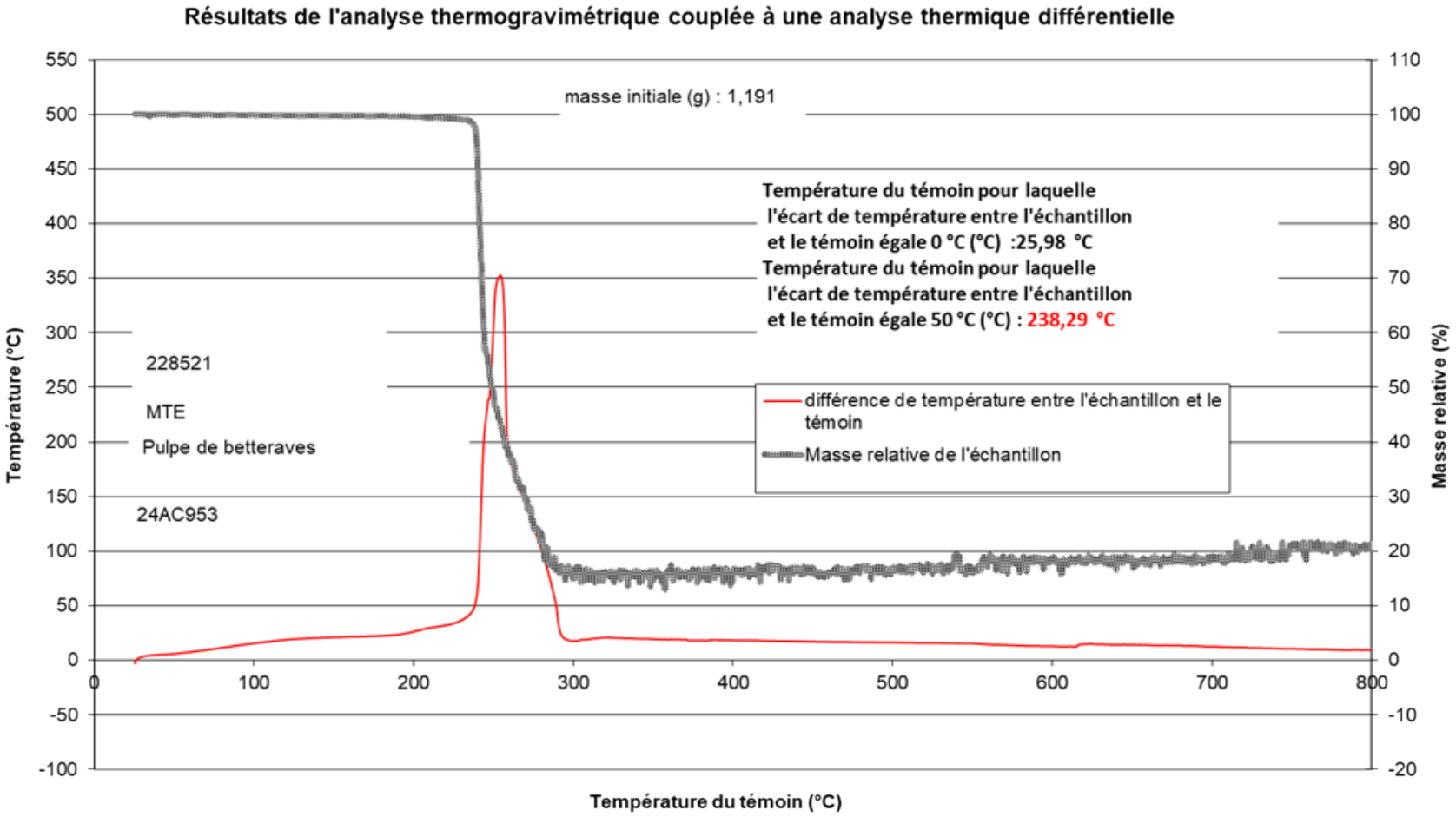


Figure A4 : Résultats de l'analyse thermogravimétrique couplée à un analyse thermique différentielle (ATD/ATG) de l'échantillon de pulpe de betterave « 24AC953 »

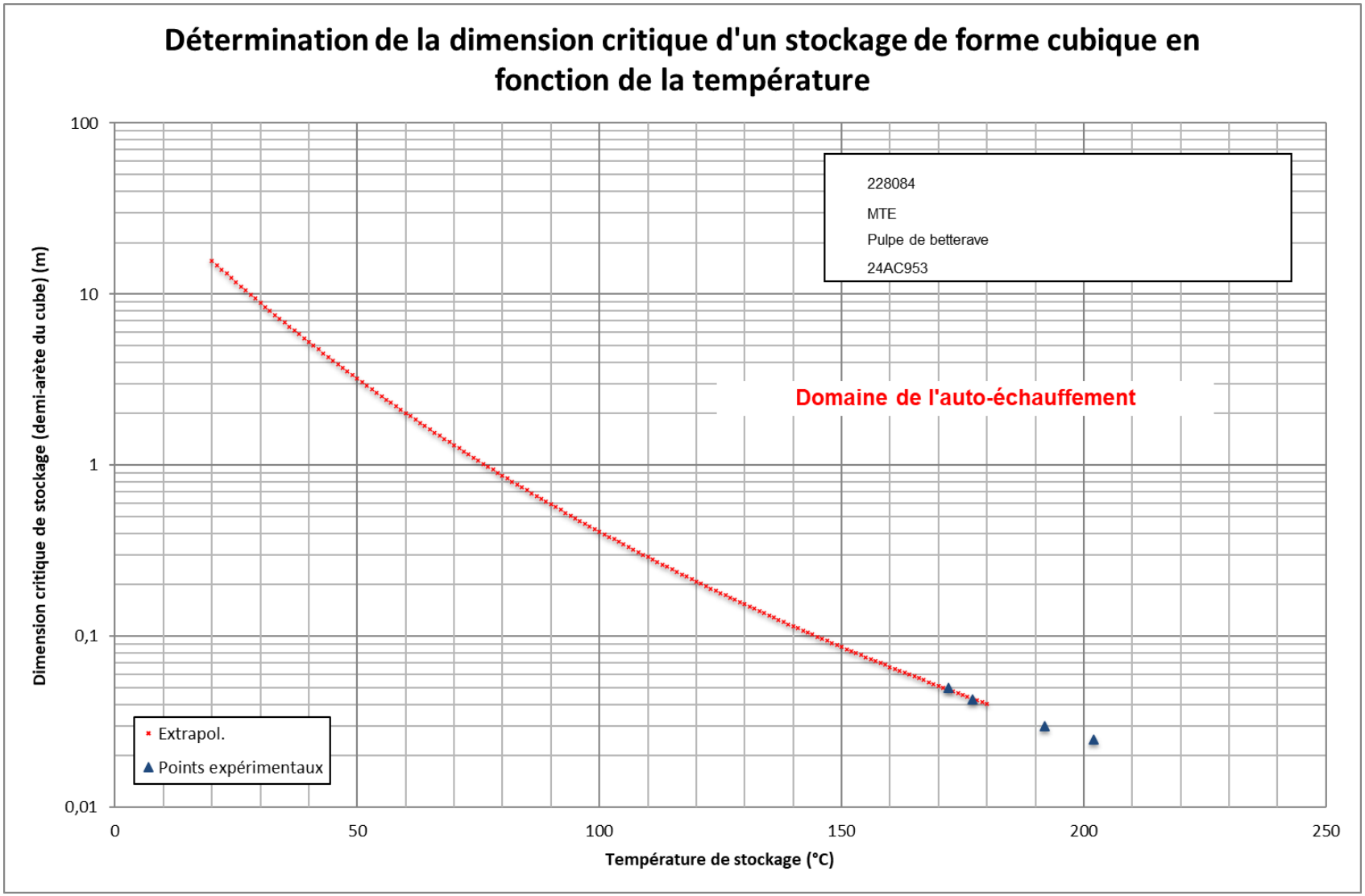


Figure A5 : Courbe d'extrapolation de la dimension critique d'un stockage cubique en fonction de la température (norme NF EN 15188 : 2020) pour l'échantillon « 24AC953 »

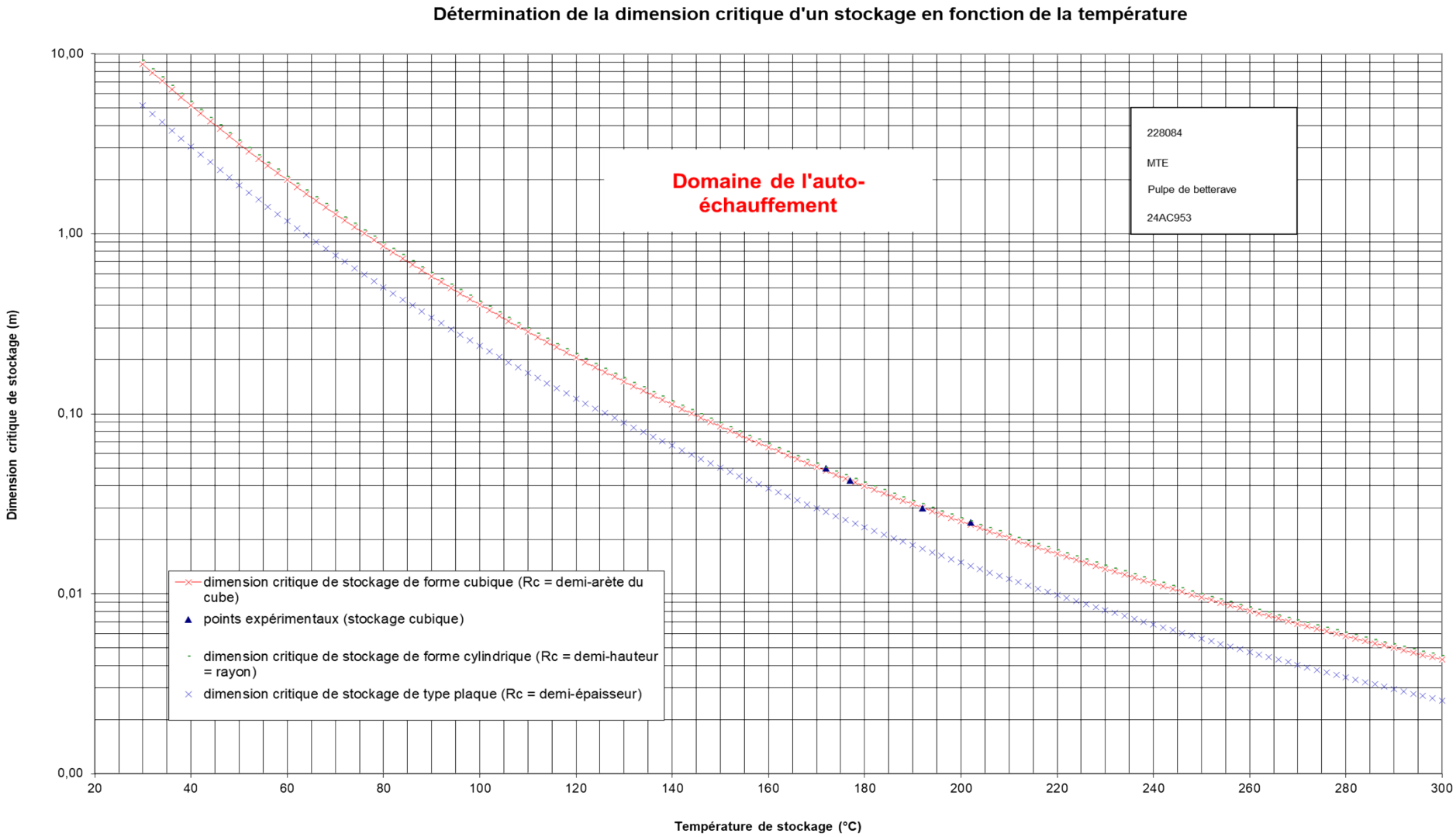


Figure A6 : Courbe d'extrapolation de la dimension critique de plusieurs formes de stockage en fonction de la température (norme NF EN 15188 : 2020) pour l'échantillon « 24AC953 »

ıisage·(minutes)°:30¶ ·tamisage·(%)°:70¤		Masse·tamisée°(g)·:·42¤		
Diamètre·tamis·vide¤	Masse·tamis·vide·(g)¤	Masse·tamis·après·tamisage·avec·échantillon·(g)¤	Masse·nette·du·refus·(g)¤	Pourcentage·du·refus·(%)¤
☐ 1000 µm ¤	310.5¤	350¤	39.5¤	94¤
☐ 500 µm ¤	282.5¤	283.1¤	0.6¤	1.4¤
☐ 315 µm ¤	263.6¤	263.8¤	0.2¤	0.5¤
☐ 250 µm ¤	¤	¤	¤	¤
☐ 180 µm ¤	246¤	246.2¤	0.2¤	0.5¤
☐ 125 µm ¤	¤	¤	¤	¤
☐ 100 µm ¤	245.7¤	246.2¤	0.5¤	1.2¤
☐ 63 µm ¤	242.8¤	243.1¤	0.3¤	0.7¤
☐ 40 µm ¤	240,6¤	240.9¤	0.3¤	0.7¤
☐ 32 µm ¤	230.4¤	230.6¤	0.2¤	0.5¤
-¤	412,6¤	412,8¤	0.2¤	0.5¤
		Total¤	42¤	100¤

Figure A7 : Résultats de granulométrie par tamisage mécanique de l'échantillon de pulpe de betterave « 24AC953 » après séchage à 110°C et passage en roue abrasive (TAR II de ERWEKA) pendant 3h30

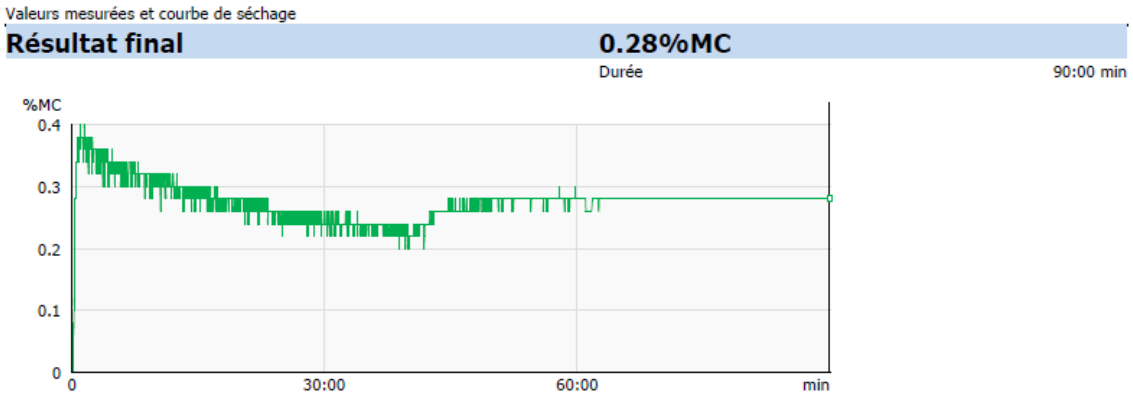


Figure A8 : Taux d'humidité de l'échantillon de pulpe de betterave « 24AC953 » après séchage à 110°C et passage en roue abrasive (TAR II de ERWEKA) pendant 3h30 (110°C pendant 90 min)

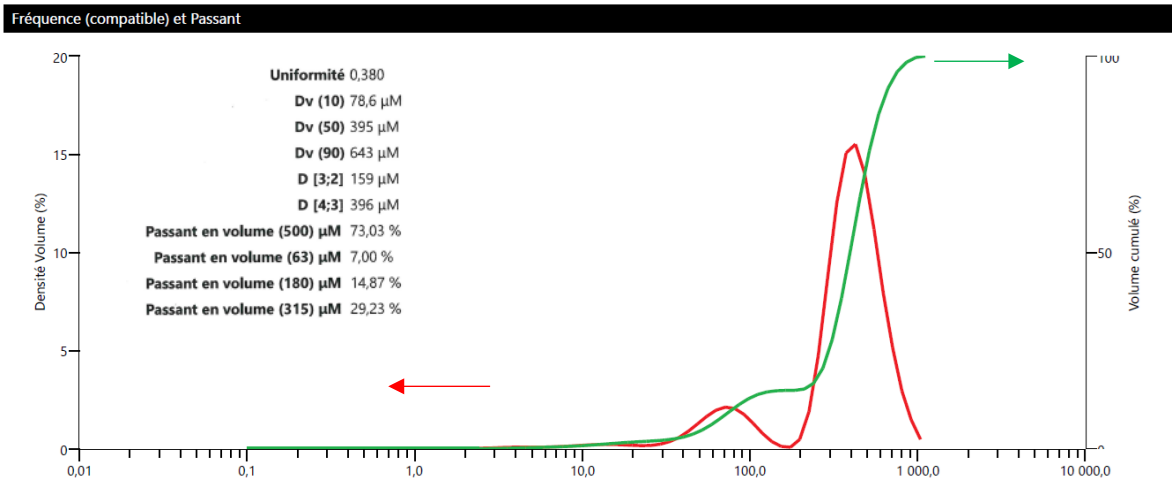


Figure A9 : Distribution granulométrique par diffraction LASER de l'échantillon Ineris « 24AC953 » séché et broyé

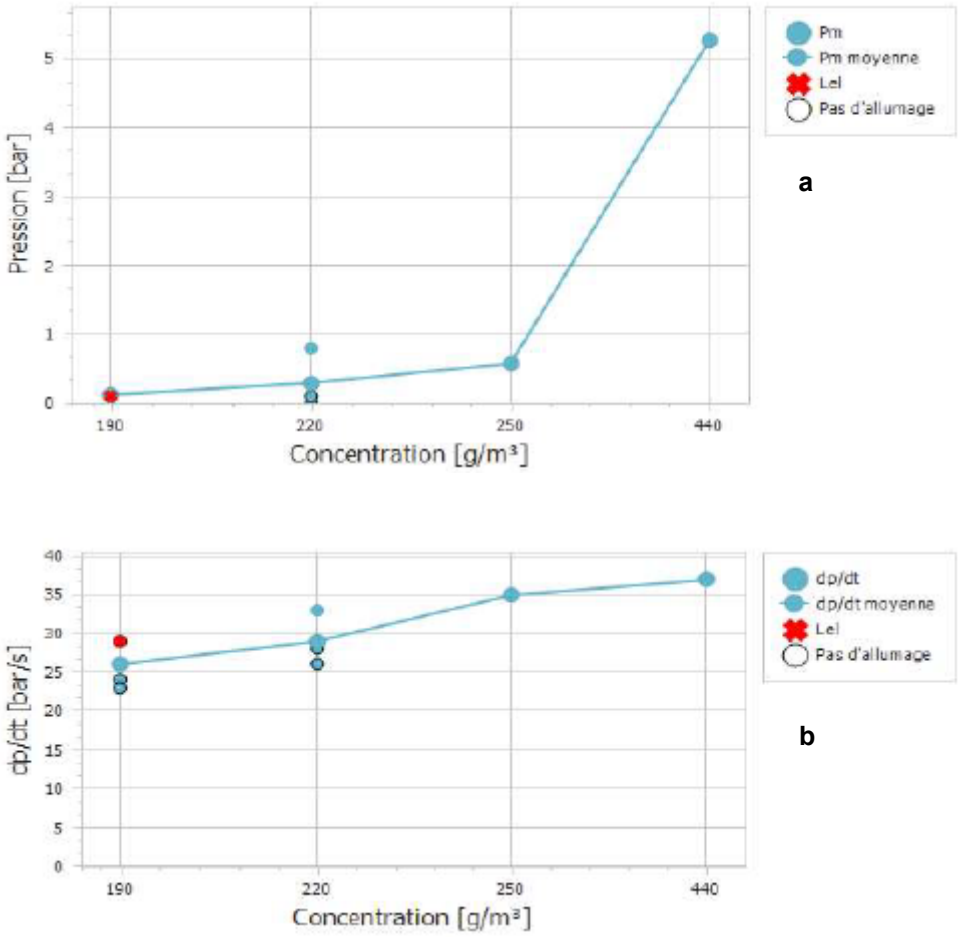


Figure A10 : Courbes représentant l'évolution de la pression d'explosion en fonction de la concentration (a) et la vitesse de montée en pression en fonction de la concentration (b) en sphère de 20L avec inflammateurs de 2 kJ pour l'échantillon Ineris « 24AC953 ».séché et broyé (< 500 µm)

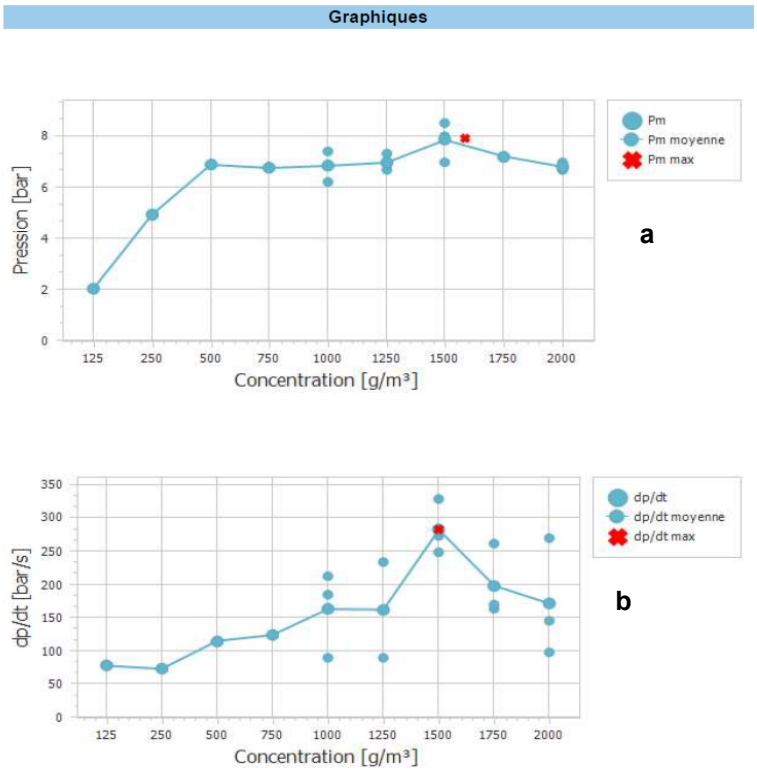


Figure A11 : Courbes représentant l'évolution de la pression d'explosion en fonction de la concentration (a) et la vitesse de montée en pression en fonction de la concentration (b) en sphère de 20L avec inflammateurs de 10 kJ pour l'échantillon Ineris « 24AC953 » séché et broyé (< 500 µm)

Les résultats d'essais reportés ci-après ne concernent que les échantillons soumis aux essais.

Résultats :

E_1 (300mJ) < EMI < E_2 (1000mJ)/ Es=720 mJ

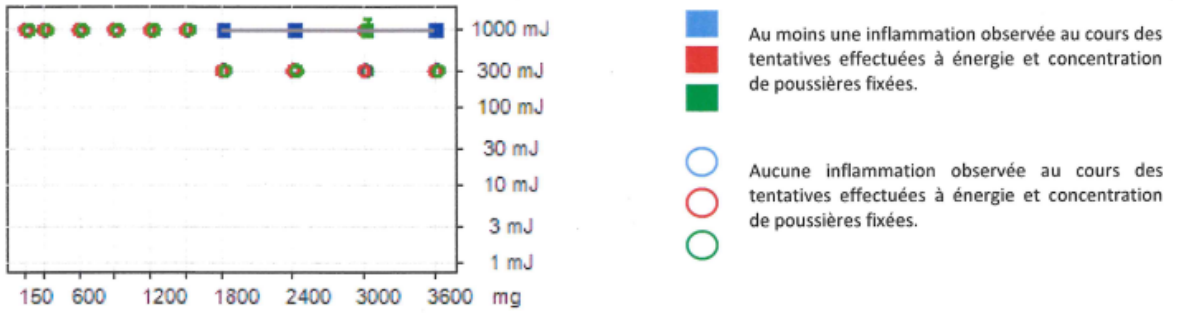


Figure A12 : Résultats des mesures de l'énergie minimale d'inflammation (EMI) avec inductance (1 mH) sur l'échantillon Ineris « 24AC953 » séché et broyé

INERIS

RESULTATS D'ANALYSES

Parc Technologique Alata
BP2
60550 VERNEUIL-EN-HALATTE
Tél : 03.44.55.66.77
www.ineris.fr

Essais à 400°C sous 10% O_2 :

Suivi des émissions

	H2	CO2	C2H6	C3H8	C4H10	C5H12	C6H14	CH4	CO
	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g
12:00:41	< 0,4	< 18	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	< 6
12:05:25	0,947	1663	117	456	< 11	< 15	< 18	< 3	58,2
12:08:16	5,53	60446	184	200	140	19,1	< 18	498	10873
12:11:13	5,09	56029	91,0	80,7	41,8	< 15	< 18	310	6482
12:14:07	4,41	60380	84,5	64,5	21,1	< 15	< 18	165	6219
12:16:58	4,85	61824	19,7	30,9	14,5	< 15	< 18	150	5929
12:19:52	3,15	54209	15,8	21,0	< 11	< 15	< 18	78,1	4982
12:22:48	3,04	50929	11,1	12,4	< 11	< 15	< 18	60,1	4508
12:25:39	2,46	45764	6,31	< 9	< 11	< 15	< 18	59,9	3928
12:28:35	1,94	40220	9,72	< 9	< 11	< 15	< 18	31,3	3467
12:31:27	1,88	37565	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	23,8	3078
12:34:23	1,23	30401	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	19,0	2533
12:37:16	1,09	27085	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	3,73	2166
12:40:08	0,671	20269	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	1595
12:43:04	< 0,4	15120	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	1152
12:45:56	< 0,4	11422	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	810
12:48:52	< 0,4	7136	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	483
12:51:45	< 0,4	5996	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	370
12:54:37	< 0,4	3934	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	231
12:57:33	< 0,4	3519	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	181
13:00:27	< 0,4	2674	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	133
13:03:20	< 0,4	2339	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	94,7
13:06:12	< 0,4	2193	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	97,4
13:09:05	< 0,4	1799	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	70,3
13:11:59	< 0,4	1962	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	80,0
13:14:53	< 0,4	1521	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	57,3
13:17:47	< 0,4	1717	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	71,1
13:20:43	< 0,4	1383	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	55,3
13:23:36	< 0,4	1478	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	60,8
13:26:28	< 0,4	1281	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	50,0
13:29:24	< 0,4	1250	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	49,5
13:32:15	< 0,4	1227	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	52,1
13:35:11	< 0,4	1064	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	44,7
13:38:02	< 0,4	1169	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	49,3
13:40:59	< 0,4	930	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	34,0
13:43:52	< 0,4	1054	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	44,9
13:46:44	< 0,4	830	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	31,5

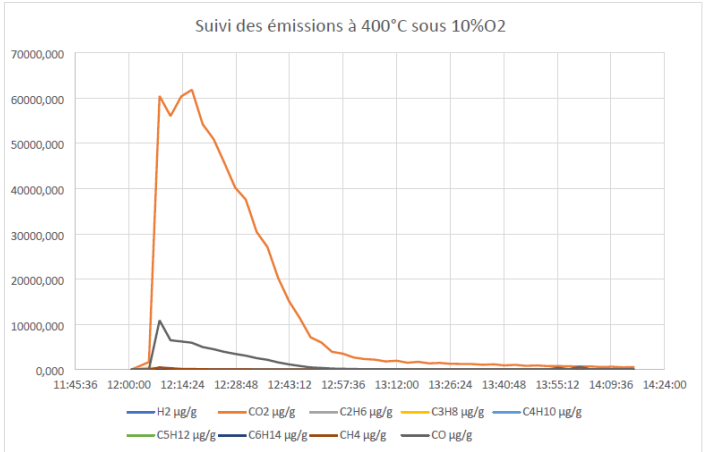
Le présent rapport d'essai ne concerne que les objets ou produits soumis à essai tels que reçus.

INERIS

RESULTATS D'ANALYSES

Parc Technologique Alata
BP2
60550 VERNEUIL-EN-HALATTE
Tél : 03.44.55.66.77
www.ineris.fr

13:49:40	< 0,4	915	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	48,5
13:52:34	< 0,4	781	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	73,9
13:55:25	< 0,4	775	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	383
13:58:19	< 0,4	738	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	93,5
14:01:15	< 0,4	661	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	619
14:04:09	< 0,4	694	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	47,9
14:07:00	< 0,4	571	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	27,3
14:09:56	< 0,4	636	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	84,0
14:12:52	< 0,4	502	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	24,8
14:15:43	< 0,4	565	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	156
Σ en µg/g	36,3	626617	539	866	218	19,1	-	1398	61679
Σ en mg/g	0,036	627	0,539	0,866	0,218	0,019	-	1,398	61,679



Le présent rapport d'essai ne concerne que les objets ou produits soumis à essai tels que reçus.

Figure A13 : Résultats des analyses en four tubulaire à 400°C (10 % O_2) sur l'échantillon Ineris « 24AC953 »

INERIS

RESULTATS D'ANALYSES

Parc Technologique Alata
BP2
60550 VERNEUIL-EN-HALATTE
Tél : 03.44.55.66.77
www.ineris.fr

Essais à 400°C sous air :

Suivi des émissions

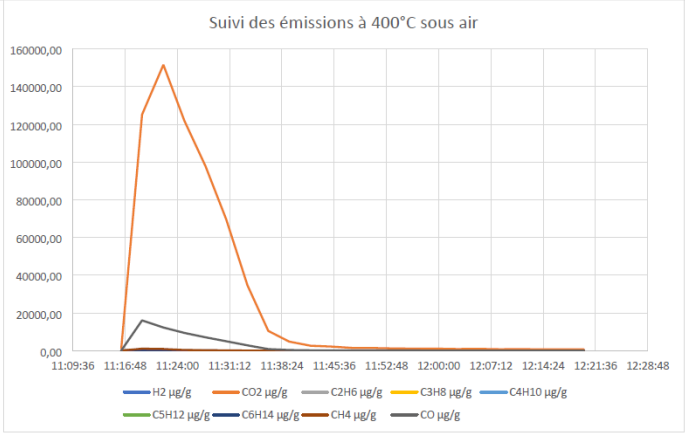
	H_2	CO_2	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	C_5H_{12}	C_6H_{14}	CH_4	CO
	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g	µg/g
11:16:17	1,46	1133	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	36,6
11:19:09	27,9	125186	499	666	169	28,6	240	1015	16022
11:22:05	30,8	151550	353	271	48,3	< 15	< 18	858	12241
11:24:59	15,1	121819	112	64,0	< 11	< 15	< 18	303	9367
11:27:53	9,76	97811	64,4	30,4	< 11	< 15	< 18	212	7039
11:30:44	5,56	69630	15,1	< 9	< 11	< 15	< 18	111	4953
11:33:40	1,44	34591	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	9,75	2773
11:36:32	< 0,4	10425	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	799
11:39:25	< 0,4	4756	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	302
11:42:21	< 0,4	2574	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	144
11:45:15	< 0,4	2130	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	97,0
11:48:06	< 0,4	1401	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	59,4
11:51:02	< 0,4	1356	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	51,3
11:53:56	< 0,4	1138	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	46,5
11:56:47	< 0,4	1021	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	38,3
11:59:41	< 0,4	1024	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	33,4
12:02:35	< 0,4	828	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	29,3
12:05:29	< 0,4	927	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	35,1
12:08:25	< 0,4	716	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	26,0
12:11:19	< 0,4	788	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	30,0
12:14:13	< 0,4	662	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	22,8
12:17:06	< 0,4	653	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	24,2
12:20:00	< 0,4	623	< 6	< 9	< 11	< 15	< 18	< 3	18,6
Σ en µg/g	92	632743	1044	1032	217	28,6	240	2509	54189
Σ en mg/g	0,092	633	1,05	1,03	0,217	0,029	0,240	2,51	54,2

Le présent rapport d'essai ne concerne que les objets ou produits soumis à essai tels que reçus.

INERIS

RESULTATS D'ANALYSES

Parc Technologique Alata
BP2
60550 VERNEUIL-EN-HALATTE
Tél : 03.44.55.66.77
www.ineris.fr



Le présent rapport d'essai ne concerne que les objets ou produits soumis à essai tels que reçus.

Figure A14 : Résultats des analyses en four tubulaire à 400°C sur l'échantillon Ineris « 24AC953 »

ANNEXE 3

-

Description des essais

13 pages

Répartition granulométrique par tamisage mécanique

PRINCIPE

Le tamisage consiste à mesurer le poids d'un échantillon soumis à essai retenu par les toiles de mailles de tamis calibrés. Chaque tamis est superposé par taille de maille décroissante selon une progression mathématique. Le poids d'échantillon retenu (refus de tamis) peut alors être connu et permet d'obtenir le pourcentage de refus pour chaque diamètre de maille par rapport au poids total de produit.

MODE OPÉRATOIRE

L'opération consiste à tamiser 100 g d'échantillon sur une table vibrante pendant 30 minutes avec des tamis (grilles à maille carrée) de diamètre différents (1000, 500, 315, 180, 100, 63, 40 et 32 µm).
Les refus récoltés sur chaque tamis sont pesés sur une balance.

Répartition granulométrique par diffraction LASER (ISO 13320)

DISPOSITIF D'ESSAI

L'analyse est conduite par diffraction LASER, sauf si une fraction du produit dépasse la borne supérieure de la gamme de mesure du granulomètre LASER, égale à 1000 µm.

Les mesures granulométriques sont effectuées à l'aide d'un granulomètre à laser de type Malvern MASTERSIZER 3000 E respectant les principes généraux de la norme ISO 13320.

MODE OPÉRATOIRE

L'échantillon à analyser est préalablement dispersé dans un liquide porteur adapté, à une concentration adéquate, puis est soumis au faisceau d'une source lumineuse monochromatique (un LASER). La lumière diffusée par les particules à divers angles est mesurée par un détecteur multi-canaux.

La distribution granulométrique est alors déterminée suivant 73 classes à partir de valeurs collectées, à l'aide d'un modèle mathématique approprié, de façon à répartir la proportion du volume total des particules dans un nombre discret de catégories de tailles. La distribution granulométrique est exprimée en pourcentage volumique.

Détermination du taux d'humidité

DISPOSITIF D'ESSAI

L'analyse est conduite à l'aide d'un dessiccateur thermique HX204, qui fait appel à une technologie halogène qui permet un chauffage rapide et un contrôle précis de la température. Le dessiccateur thermique est équipé d'une cellule de pesée MonoBloc et d'un récepteur de charge suspendu haute performance, avec une résolution de 0,1 mg maximum. Les courbes de séchage permettent de visualiser l'évolution de la mesure à l'écran. Les graphiques de contrôle affichent la tendance du taux d'humidité en continu (résolution de 0,001 % TH et répétabilité de 0,01 % pour un échantillon de 10 g).

MODE OPÉRATOIRE

L'échantillon est réparti dans une coupelle en aluminium elle-même déposée dans le dessiccateur thermique et séché à l'aide d'une lampe halogène à une température de 105°C pendant 90 minutes. Le taux d'humidité est calculé par pesée différentielle au cours du séchage et suivi en continu.

Caractérisation de la friabilité et de l'abrasion d'une poudre ou d'un comprimé

DISPOSITIF D'ESSAI

Les systèmes particulaires sont classés selon leurs propriétés de taille, forme, porosité inter et intra-particulaire.

Deux grandes catégories sont distinguées :
- Poudre cohésive,
- Poudre à écoulement libre.

Le mélange des poudres est fortement dépendant des propriétés d'écoulement des constituants, elles-mêmes liées directement aux caractéristiques des poudres, telles que :
- Distribution granulométrique,
- Cohésion,
- Taux d'humidité
- Formes et propriétés de surface des particules
- Densité apparente et tassée,
- Les forces de Van Der Waals,
- Les charges électrostatiques,
- La friabilité impacte par exemple le choix du mélangeur (mélangeur convectif, cuve tournante…) car la formation de poussières peut se révéler gênante dans plusieurs procédés.

La friabilité décrit la tendance des particules à se désintégrer sous l'effet des contraintes mécaniques d'abrasion et d'attrition. Les petites particules ainsi formées modifient les propriétés d'usage de la poudre (masse volumique du lit, coulabilité, propriété d'instantanéité…). Pour les agglomérats, on parlera de résistance mécanique : elle dépend en particulier de la nature et de la consolidation des ponts établis entre les particules durant l'agglomération. Plusieurs techniques sont employées pour mesurer la friabilité des poudres (Bemrose et Bridgwater, 1987 ; Yan et Barbosa-Canovas, 2001 ; Utsumi et al., 2001). Elles consistent, en général, à soumettre la poudre à des chocs mécaniques (vibrations) dans un appareil spécifique pendant un temps donné.

L'un des critères de test de la résistance mécanique des comprimés et des noyaux est le test de friabilité et d'abrasion. Au cours du processus d'enrobage, de transport et d'emballage, le comprimé perd un peu de poids.

Le tambour de friabilité a été conçu pour tester la résistance au roulement et aux chocs des comprimés. Une fracture prématurée ou un signe d'usure sur les bords indique que ces comprimés peuvent ne pas résister aux rigueurs du transport. Le tambour d'abrasion permet d'effectuer des essais d'abrasion sur l'attrition (usure) des comprimés causée par le frottement du produit pendant le transport.

Pour mesurer la perte de poids, les échantillons sont comptés et pesés. Ensuite, le test de friabilité est effectué. Les échantillons sont culbutés à chaque tour du tambour de l'instrument de test de friabilité. Une fois le test de friabilité terminé, les échantillons doivent être dépoussiérés et pesés à nouveau. La différence de poids avant et après le test est déterminée comme étant la friabilité ; elle ne doit généralement pas dépasser 1 %. Les comprimés d'un poids supérieur à 650 mg, les échantillons d'un diamètre supérieur ou de forme irrégulière sont testés alors que l'instrument est soulevé d'un côté à l'aide de pieds pliables jusqu'à un angle de 10 %.

Analyse Thermique Différentielle et Thermique Gravimétrique

PRINCIPE

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 dépourvu d'effets thermiques dans le domaine de température étudié. L'Analyse Thermique Gravimétrique permet de mesurer les variations de masse (Δm) d'un échantillon au cours de son chauffage.

MODE OPÉRATOIRE

Un échantillon du produit à examiner, placé dans une nacelle en toile métallique identique à celle 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 B1)**.

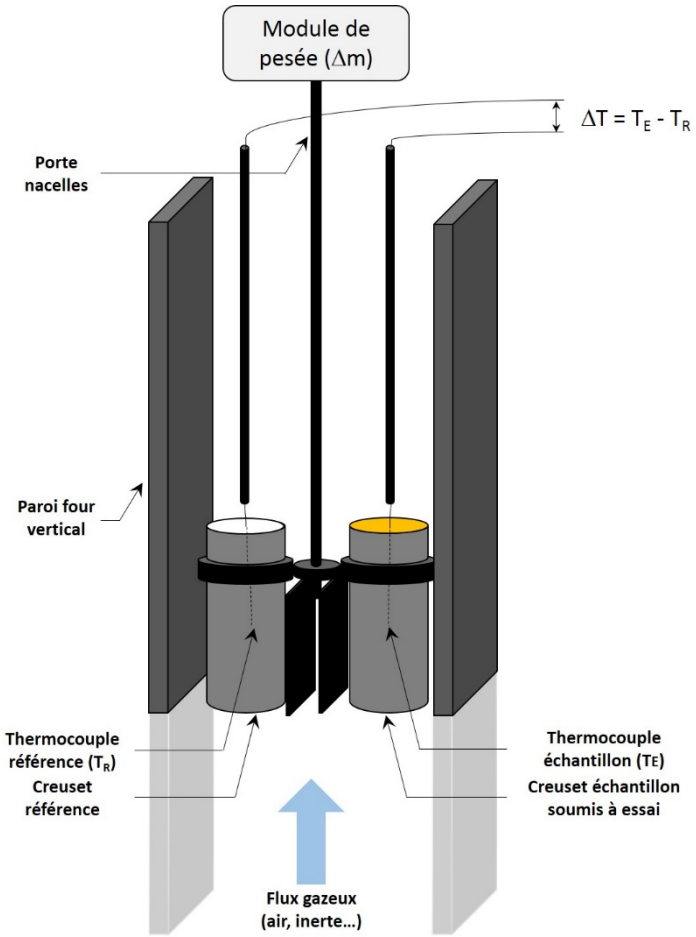


Figure B1 : Schéma général de l'ATD/ATG

Dans ces conditions, en comparant les températures de l'échantillon (T_E) et de la substance inerte choisie comme référence (T_R), il est possible de mettre facilement en évidence de façon semi-quantitative tout phénomène endo ou exothermique qui pourrait se produire au cours du chauffage.

L'emballement d'une réaction d'oxydation est pris en compte dès lors que la différence ΔT entre l'échantillon et la référence est égale ou supérieur à 50°C. Ceci permet d'enregistrer seulement les réactions exothermiques franches sans tenir compte des faibles différences de températures entre l'échantillon et le témoin pouvant s'expliquer par une conductivité thermique élevée de l'échantillon, une réaction d'oxydation ne s'accompagnant pas d'une élévation de température susceptible de présenter un danger, *etc*...

Les valeurs de température de la substance de référence au début de l'emballement d'une réaction d'oxydation permettent de :

- définir le danger du produit testé vis-à-vis du risque d'auto-échauffement,
- de hiérarchiser l'oxy-réactivité de différents échantillons afin de procéder à des essais complémentaires sur l'échantillon représentant le plus de risque d'auto-échauffement.

Un échantillon est considéré comme ayant une réactivité élevée vis-à-vis de l'oxy-réactivité lorsque la température du témoin, pour un $\Delta T = 50°C$, est inférieure ou égale à 250°C. L'essai doit être complété par un essai d'auto-échauffement visant à déterminer le domaine de la taille critique en fonction de la température à partir duquel un risque d'auto-inflammation existe.

La réactivité est moyenne lorsque la valeur de la température témoin, pour un $\Delta T = 50°C$, est comprise entre 250°C et 400°C. L'essai d'auto-échauffement n'est à réaliser que pour des stockages de grande taille à température ambiante ou une utilisation du produit à des températures élevées.

L'oxy-réactivtié d'un échantillon est faible lorsque la valeur de la température témoin, pour un $\Delta T = 50°C$ est supérieure à 400°C.

Essais d’auto-échauffement en étuves isothermes (EN 15188)

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 en théorie d'extrapoler jusqu'à un volume de stockage plus important.

MODE OPÉRATOIRE

Pour cela, les échantillons sont placés à température ambiante dans des récipients de forme cubique dont les parois sont formées par une toile métallique à mailles 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 air chaud régulée 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.

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 corréler 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 s’appuyant sur la théorie de l'auto-échauffement 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.

Mesure de l'énergie minimale d'inflammation (EMI) (EN 13821)

DISPOSITIF D'ESSAI

L'énergie minimale d'inflammation du produit a été déterminée au moyen d'un inflammateur à étincelle électrique (appareil MIKE3 de la société KÜHNER).

Dans cet appareil, la poussière est dispersée pneumatiquement à l'intérieur d'un tube ouvert et la mise à feu est assurée au moyen d'une étincelle électrique amorcée à l'intérieur du nuage entre deux électrodes distantes de 6 mm **(Figure B2)**.

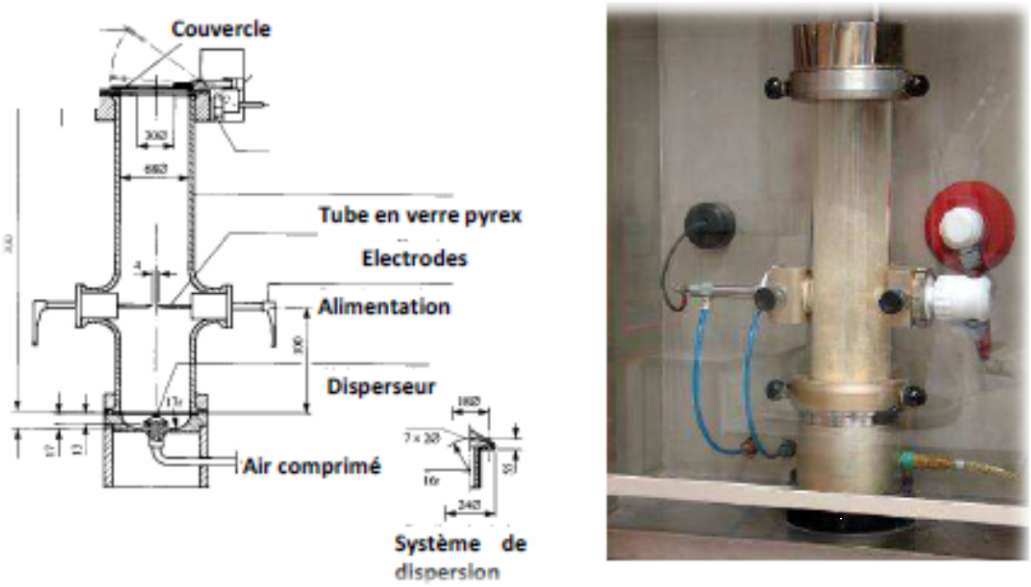


Figure B2 : Représentation schématique et photographie du MIKE3

L'énergie électrique de cette étincelle est stockée dans des condensateurs électriques. Le diagnostic de l'inflammation est visuel : propagation ou non d'une flamme **(Figure B3)**.

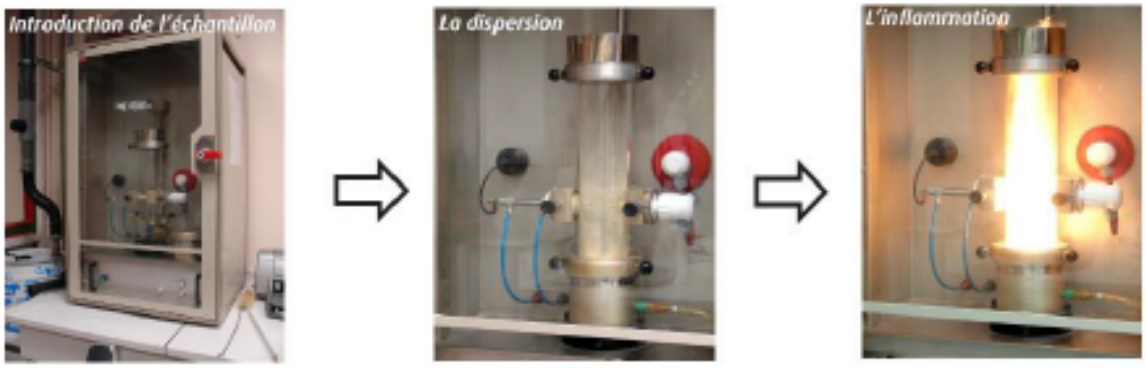


Figure B3 : Phases d'utilisation de l'appareil MIKE3

Les paramètres que l'on fait varier au cours de l'épreuve sont les suivants :

- le délai entre le début de la dispersion et le déclenchement de l'étincelle,
- la quantité de poussière qui est dispersée et donc la concentration en poussière dans le nuage,
- l'énergie électrique stockée dans le système de décharge.

MODE OPÉRATOIRE

Chaque série d'essais (une série comporte cinq essais) est réalisée pour une concentration de poussières dans le nuage et un délai entre la dispersion pneumatique et l'étincelle donnés. Différentes séries d'essais sont conduites avec des concentrations de poussière dans le nuage et des délais variables. On note pour chaque série le nombre de résultats de « non-inflammation (NI) » et d'« inflammation » (I). Les essais débutent par la valeur de la capacité la plus élevée (énergie 1000 mJ). Pour chaque série d'essai, on note les deux valeurs d'énergies suivantes :

- E1, qui correspond à l'énergie la plus faible pour laquelle on observe au moins un résultat (I) sur cinq essais, et,
- E2, qui correspond à l'énergie la plus élevée pour laquelle on observe cinq résultats (NI) sur cinq essais.

L'énergie minimale d'inflammation (EMI) est l'énergie initialement stockée dans les condensateurs qui est juste suffisante pour provoquer l'inflammation des particules en suspension, dans les conditions optimales de délai d'inflammation et de concentration en poussière. La sensibilité d'un pulvérulent aux phénomènes électrostatiques est fonction de la valeur de son EMI **(Tableau T1)**.

Valeur de l'Energie Minimale d'Inflammation (EMI)	Sensibilité au risque d'inflammation par un phénomène d'origine électrostatique
1000 mJ < EMI	Pas ou peu sensible
30 mJ < EMI < 1000 mJ	Sensible
3 mJ < EMI < 30 mJ	Très sensible
EMI < 3 mJ	Extrêmement sensible

Tableau T1 : Sensibilité d'un pulvérulent aux phénomènes électrostatiques en fonction de la valeur de son EMI

Détermination de la pression maximale d'explosion (Pmax) et du coefficient de violence d'explosion (Kst) en sphère de 20 L (NF EN 14034-1 et 2)

PRINCIPE

La mesure réalisée consiste à enregistrer la montée en pression en fonction du temps dans des conditions d'essais spécifiées, à l'intérieur d'un récipient fermé lors d'une explosion de poussière en mélange avec l'air.

On en déduit la surpression maximale d'explosion (P_{max}) et la vitesse maximale de montée en pression $(dP/dt)_{max}$ **(Figure B4)**.

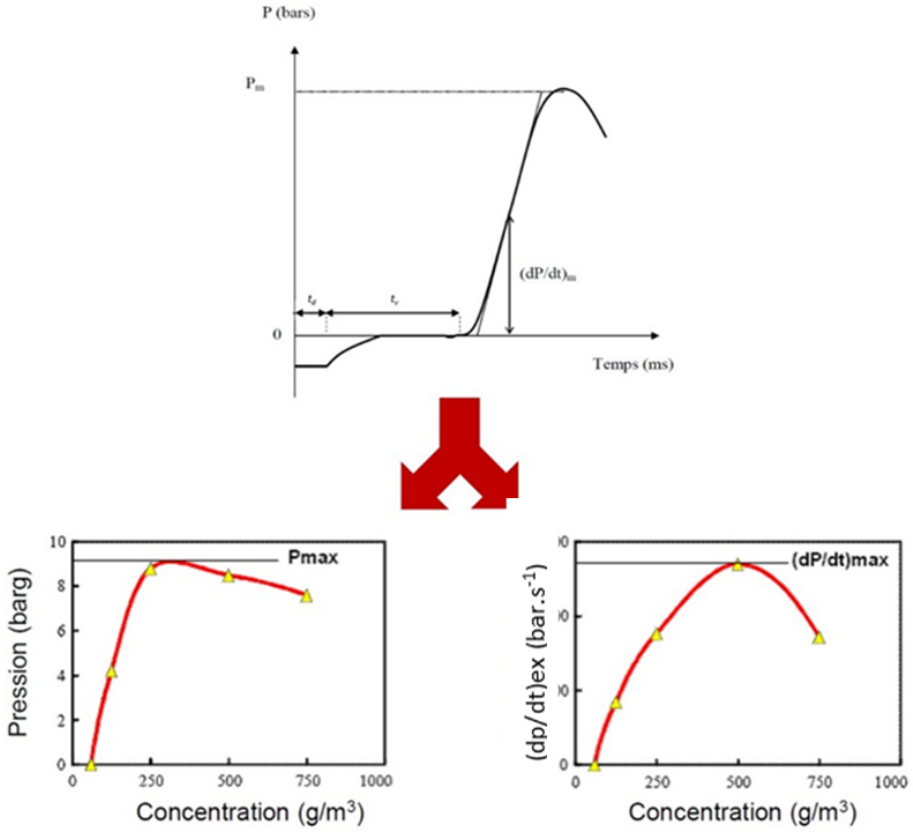


Figure B4 : Représentation graphique des étapes permettant d'obtenir la valeur de Kst

MODE OPÉRATOIRE

L'essai de référence pour la détermination de la violence d'explosion est réalisé en chambre de 1 m^3. La norme appliquée permet également de déterminer la violence d'explosion dans une chambre sphérique de 20 litres.

La quantité de poudre (généralement des concentrations allant de 50 à 2500 g/m^3) à disperser dans la chambre de 20 litres est stockée dans un réservoir de 1 litre. La poudre est dispersée sous une pression de 20 bar dans la chambre initialement placée sous vide (- 400 mbar) via une buse d'injection de manière à obtenir une suspension à la pression atmosphérique lors de la mise à feu.

L'énergie mise en jeu lors de la mise à feu de la suspension de poudre, de l'ordre de 10 kJ, est délivrée par deux allumeurs pyrotechniques disposés au centre de la chambre. Le délai entre le début de la dispersion et la mise à feu est égal à 60 ms. Ce dernier paramètre a une influence sur le niveau de turbulence de la suspension de poudre et aussi sur la violence d'explosion.

L'essai est répété en faisant varier la quantité de produit. On note une concentration optimale de poussières dans le nuage pour laquelle la caractéristique $(dP/dt)_{max}$ est maximale.

A partir de cette donnée expérimentale, on détermine la constante de la poussière testée, Kst selon la loi cubique :

$$Kst = \left(dP/dt\right)_{max} \times V^{1/3} \text{ (bar.m.s}^{-1}\text{)}$$

- V étant le volume de la sphère (m^3),
- $\left(dP/dt\right)_{max}$ la valeur maximale de montée en pression pour une concentration donnée (bar/s).

Les essais sont répétés deux fois à la concentration optimale ainsi qu'aux concentrations supérieure et inférieure voisines. Le calcul du Kst s'appuie sur une moyenne des trois $(dP/dt)_{max}$ obtenus.

Les constantes Kst permettent de classer la poussière en St1, St2 ou St3 **(Tableau T2)**.

Classe d'explosion[4]	**Kst (bar.m/s)**	**Violence d'explosion**
St_1	1 à 200	Faible
St_2	201 à 300	Moyenne
St_3	> à 300	Forte

Tableau T2 : Relation entre les classes d'explosion de poussières et les valeurs de Kst

[4] Selon la norme VDI 2263-1

Détermination de la Limite Inférieure d'Explosivité (LIE) en sphère de 20 L (NF EN 14034-3)

PRINCIPE

La mesure de la Limite Inférieure d'Explosivité (LIE) correspond à la limite pour laquelle la concentration minimale de poussière dans l'air ne produira pas d'explosion.

MODE OPÉRATOIRE

La détermination de la Limite Inférieure d'Explosivité (LIE) de la poussière en nuage est effectuée dans une chambre sphérique de 20 litres. La mesure réalisée consiste à enflammer un nuage de poussières et à enregistrer la montée en pression en fonction du temps. On considère qu'il y a explosion si la surpression, enregistrée à l'intérieur de la sphère dépasse la valeur seuil de 0,5 bar.

La quantité de poudre à disperser dans la chambre de 20 litres est stockée dans un réservoir de 1 litre. La poudre est dispersée sous une pression de 20 bar dans la chambre initialement placée sous vide (- 400 mbar) via une buse d'injection et de manière à obtenir une suspension à la pression atmosphérique lors de l'inflammation.

L'énergie mise en jeu lors de la mise à feu de la suspension de poudre, égale à 2 kJ, est délivrée par deux allumeurs chimiques disposés au centre de la chambre. Le délai entre le début de la dispersion et l'inflammation est égal à 60 ms. Ce dernier paramètre exerce une influence sur le niveau de turbulence de la suspension de poudre et aussi sur la violence d'explosion.

En diminuant progressivement la concentration en poussières du nuage, on détermine la concentration pour laquelle aucune explosion n'est constatée. L'absence de phénomène d'explosion à cette concentration est confirmée en répétant l'essai deux fois. Cette concentration est la Limite Inférieure d'Explosivité (LIE).

Détermination de la Température Minimale d'Inflammation (TMI) en nuage (NF EN 50281-2-1)

PRINCIPE

La Température Minimale d'Inflammation est la température la plus basse à laquelle s'enflamme la substance mélangée avec de l'air dans les conditions définies dans la méthode d'essai sans autre apport d'énergie comme flamme ou étincelle.

MODE OPÉRATOIRE :

La température est déterminée dans le four "Godbert-Greenwald" **(Figure B5)**.

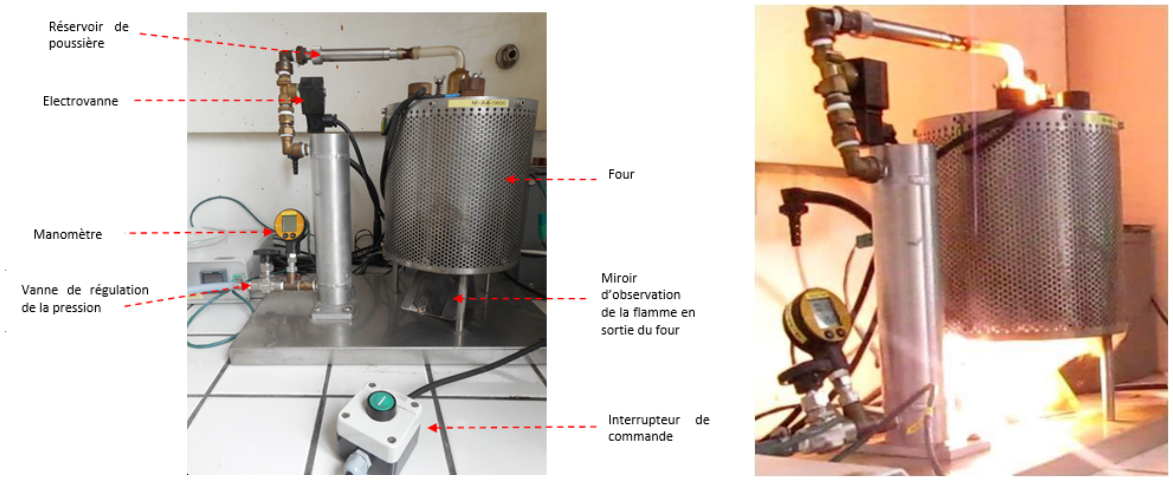


Figure B5 : Cliché photographique du four Godbert-Greenwald (à gauche) et d'une inflammation lors de l'épreuve de mesure de la TMI nuage (à droite)

La démarche consiste à mettre en suspension la poussière au contact de la paroi du four chauffé et à constater l'inflammation ou non de la poussière. Plusieurs tentatives sont nécessaires pour un test complet sur une poussière, en faisant varier les principaux paramètres de contrôle de l'inflammation :

- la température du four par paliers espacés de 20°C,
- la masse de poussière testée (0,1 - 0,2 – 0,3 g),
- la pression d'air de mise en suspension de la poussière (0,1 – 0,2 – 0,3 bar).

Une inflammation a lieu lorsqu'un jet de flamme est observé au-delà de l'extrémité inférieur du tube du four **(Figure B4)**. Un délai d'inflammation est acceptable. Des étincelles sans flamme ne constituent pas une inflammation.

La température minimale d'inflammation est la plus faible température pour laquelle au moins une inflammation se produit sur une dizaine de tentatives.

Essai en four tubulaire de 150°C à 400°C sous balayage d’air

Le four tubulaire de l'Ineris permet d'étudier, sous atmosphère contrôlée, la dégradation thermique d’échantillons solides ou liquides. Les gaz et les particules émis lors de la combustion sont piégés et analysés. [Norme de référence : NF X 70-100-2].

Cf Fiche Ineris :

https://prestations.ineris.fr/fr/solutions-thematiques/substances-produits/proprietes-dangers/caracterisation-degradation-thermique

Institut national de l'environnement industriel et des risques
Parc technologique Alata • BP 2 • F-60550 Verneuil-en-Halatte
03 44 55 66 77 • ineris@ineris.fr • www.ineris.fr

RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité

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

MTEECPR / 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