

DIN EN 15188



ICS 13.230

Entwurf

Einsprüche bis 2019-06-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15188:2007-11

**Bestimmung des Selbstentzündungsverhaltens von Staubschüttungen;
Deutsche und Englische Fassung prEN 15188:2019**

Determination of the spontaneous ignition behaviour of dust accumulations;
German and English version prEN 15188:2019

Détermination de l'aptitude à l'auto-inflammation des accumulations de poussières;
Version allemande et anglaise prEN 15188:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-04-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nasg@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 72 Seiten

DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15188:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 305 „Explosionsfähige Atmosphären — Explosionsschutz“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 095-02-09 AA „Kenngrößen für Stäube, Gase und Dämpfe“ im DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15188:2007-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) im Anwendungsbereich wurde eine Einschränkung aufgenommen, dass das in der Norm beschriebene Prüfverfahren nicht für Mixturen mit festen oder flüssigen Oxidanten gilt;
- b) in Abschnitt 3 wurden Definitionen für Schüttdichte, Staub und Granulat aufgenommen;
- c) Anforderungen an Probenkörbe und Ofen (Abschnitt 3) wurden genauer festgelegt;
- d) das Prüfverfahren und die Auswertung der Prüfungen wurde überarbeitet;
- e) Abschnitt 7 „Genauigkeit“ wurde eingefügt;
- f) Anhang A „Auswertung der experimentellen Ergebnisse von Selbstentzündungstemperaturen“ wurde gestrichen;
- g) Anhang C „Extrapolation auf Temperaturen oder interessierende Volumina durch numerische Lösung der Fourier-Gleichung“ komplett überarbeitet;
- h) Anhänge A „Theoretische Grundlagen zu Bestimmungen und Hochrechnungen“, B „Hochrechnung der Induktionszeiten“, D „Alternatives Verfahren zur adiabatischen Durchführung von Tests und Interpretation der Ergebnisse“, E „Sicherheitsvorkehrungen“ und F „Wesentliche Änderungen zwischen dieser europäischen Norm und EN 15188:2007“ eingefügt;
- i) redaktionelle Überarbeitung.

CEN/TC 305

Datum: 2019-04

prEN 15188:2019

CEN/TC 305

Sekretariat: DIN

Bestimmung des Selbstentzündungsverhaltens von Staubschüttungen

Détermination de l'aptitude à l'auto-inflammation des accumulations de poussières

Determination of the spontaneous ignition behaviour of dust accumulations

ICS:

Deskriptoren

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe.....	6
4 Untersuchungsapparatur.....	7
4.1 Probenkörbe.....	7
4.2 Ofen- und Prüfbedingungen.....	8
4.3 Thermoelemente.....	9
4.4 Einrichtung für die Temperaturaufzeichnung.....	9
5 Vorbereitung der Staubproben.....	9
6 Untersuchungsverfahren.....	10
6.1 Experimentelles Vorgehen.....	10
6.2 Auswertung der Experimente.....	11
6.3 Kalibrierung der Thermoelemente.....	12
7 Untersuchungsbericht.....	12
8 Präzision.....	13
8.1 Allgemeines.....	13
8.2 Extrapolation der Ergebnisse.....	13
8.3 Versuch mit einzeltem Korb (10-cm-Korb).....	14
Anhang A (normativ) Theoretische Grundlage für die Bestimmungen und Extrapolationen.....	15
A.1 Einleitung.....	15
A.2 Verfahren, die auf der Theorie der Wärmeexplosion beruhen.....	15
A.3 Modifikation der Theorie um realistische Grenzbedingungen.....	17
A.4 Einschränkungen der Analyse anhand der Theorie der Wärmeexplosion.....	19
A.5 Auftragung im Diagramm (Pseudo-Arrhenius-Diagramm).....	19
Anhang B (informativ) Extrapolation der Induktionszeiten.....	21
Anhang C (informativ) Extrapolation auf relevante Temperaturen oder Volumina durch die numerische Lösung der Fourier'schen Gleichung.....	23
C.1 Numerische Lösung der Fourier'schen Gleichung.....	23
Anhang D (informativ) Alternatives Verfahren zum adiabaten Durchführen von Versuchen und Interpretieren der Ergebnisse.....	26
D.1 Zusammenfassung und Begründung.....	26
D.2 Versuchsaufbau.....	26
D.3 Experimentelles Vorgehen.....	27
D.4 Auswertung der Experimente.....	28
Anhang E (normativ) Sicherheitsvorkehrungen.....	31
E.1 Allgemeines.....	31
E.2 Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen:.....	31
Anhang F (informativ) Wesentliche Änderungen dieser Europäischen Norm gegenüber EN 15188:2007.....	32

Anhang ZA (Informativ) Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und den grundlegenden Anforderungen der Richtlinie 2014/34/EU, deren Einhaltung angestrebt wird.....	34
Literaturhinweise.....	35

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15188:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 305 „Explosionsfähige Atmosphären – Explosionsschutz“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15188:2007 ersetzen.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinie 2014/34/EU.

Zum Zusammenhang mit EU-Richtlinie 2014/34/EU siehe informativen Anhang ZA, der Bestandteil dieses Dokuments ist.

Einleitung

Das Selbstentzündungsverhalten von Stäuben und Schüttgütern und deren Gemischen hängt sowohl von deren chemischer Zusammensetzung als auch von den dazu in Beziehung stehenden Stoffeigenschaften ab. Es hängt außerdem von der Größe und der Geometrie der Schüttung sowie von der Umgebungstemperatur ab.

Der Grund für die Selbsterhitzung (oder möglicherweise die Selbstentzündung) ist, dass — schon bei gewöhnlichen Temperaturen — die Oberflächenmoleküle brennbarer Staubpartikeln oder Schüttgüter exotherme Reaktionen mit der Luft oder anderen oxidierenden Atmosphären eingehen, die sich in den Hohlräumen zwischen den Partikeln befinden. Die dabei freigesetzte Wärme wird einen Temperaturanstieg des reaktionsfähigen Systems bewirken. Dadurch wird die Reaktion von weiteren Molekülen mit Sauerstoff beschleunigt usw. Die Wärmebilanz zwischen der im Innern der Schüttung produzierten Wärme (bestimmt von der Anzahl an reaktionsfähigen Oberflächenmolekülen und deren Oberfläche sowie von der spezifischen Wärmeproduktionsrate) und dem Wärmeverlust an die Umgebung (bestimmt von der Wärmeleitfähigkeit und der Größe der Schüttung, vom Wärmeübergangskoeffizienten an deren äußerer Oberfläche und von der Größe dieser Oberfläche) entscheidet darüber, ob ein stationärer Temperaturzustand bei leicht höherem Temperaturniveau erreicht wird (die Rate der Wärmeverluste ist dann größer als die Rate der produzierten Wärmemengen) oder ob die Temperaturen in der Schüttung weiter bis zur Selbstentzündung des Staubes ansteigen (in diesem Fall ist die Rate der Wärmeentwicklung dann größer als die Rate der Wärmeverluste).

Die experimentelle Grundlage für die Beschreibung des Selbstentzündungsverhaltens eines gegebenen Staubes oder Schüttguts ist die Bestimmung der Selbstentzündungstemperaturen (T_{SI}) unterschiedlich großer Schüttvolumina durch isoperibole Warmlagerungsexperimente (Lagerung bei konstanten Ofentemperaturen) in kommerziell erhältlichen Öfen. Die auf diese Weise erhaltenen Ergebnisse geben die Abhängigkeit der Selbstentzündungstemperaturen vom Volumen der Schüttung wieder.

Verschiedene Bewertungsverfahren — beschrieben in Anhang A — ermöglichen die Interpolation und Extrapolation zur Bestimmung des Selbstentzündungsverhaltens von Ablagerungen unterschiedlicher Größe und unterschiedlicher geometrischer Schüttgutformen. Das primäre Verfahren ist die Bewertung basierend auf der thermischen Theorie der Wärmeexplosion von Frank-Kamenetskii (Anhang A.2) und Thomas (Abschnitt A.3).

Labor-Ringversuche haben ergeben, dass es erforderlich ist, die vorgeschriebenen Prüfbedingungen sicherzustellen, z. B. durch Anbringen eines Drahtmaschenkäfigs in dem Ofen, der die Staubproben und Thermoelemente umgibt. Auf diese Weise lässt sich die Streuung der Ergebnisse verringern. Wenn auf Basis geeigneter thermoanalytischer Messverfahren (adiabate, isotherme oder dynamische Experimente) ein verlässliches formalkinetisches Modell abgeleitet werden kann, das die Wärmeproduktion der Substanz als Funktion der Temperatur beschreibt, kann die Volumenabhängigkeit der Selbstentzündungstemperatur nach den im Anhang A beschriebenen Verfahren berechnet werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Prüf- und Auswerteverfahren zur Bestimmung der Selbstentzündungstemperaturen (T_{SI}) brennbarer Stäube oder Schüttgüter als Funktion des Schüttvolumens fest. Das geschieht durch Warmlagerungsuntersuchungen in Öfen bei konstanter Ofentemperatur. Das spezifische Prüfverfahren ist auf jeden Feststoff anwendbar, für den die Theorie der Wärmeexplosion nach Anhang A.2 gilt (d. h. nicht begrenzt auf ausschließlich oxidativ instabile Stoffe).

Die spezifische Prüfung ist auf jeden Staub oder jedes Schüttgut anwendbar, das primär mit Luftsauerstoff reagiert. Aus Sicherheitsgründen darf diese Prüfung nicht mit Stoffen durchgeführt werden, die mit festen/flüssigen Oxidantien gemischt sind (z. B. Schießpulver, Thermit, mit flüssigem Sauerstoff imprägniertes Holz) oder mit Stoffen, bei denen heftige nicht oxidative Reaktionen entstehen könnten (z. B. Peroxide, Explosivstoffe). Jedoch dürfen im Einzelfall einige Arten von Stoffen geprüft werden, bei denen nicht oxidative Reaktionen entstehen können (z. B. nicht heftige exotherme Zersetzungsreaktionen), vorausgesetzt, dass zusätzliche Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden. Bei Zweifeln über Gefahren aufgrund der Eigenschaften des zu untersuchenden Stoffes (z. B. ob er toxisch oder explosiv ist), sollte der Rat eines Experten eingeholt werden.

Dieses Dokument gilt nicht für die Entzündung von Staubablagerungen oder Feststoffansammlungen unter belüfteten Bedingungen (wie z. B. in einem Fließbett-Trockner).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 1127-1, *Explosionsfähige Atmosphären — Explosionsschutz — Teil 1: Grundlagen und Methodik*

EN 13237, *Explosionsgefährdete Bereiche — Begriffe für Geräte und Schutzsysteme zur Verwendung in explosionsgefährdeten Bereichen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 13237, EN 1127-1 und die folgenden Begriffe.

3.1 Selbstentzündungstemperatur

T_{SI}
höchste Temperatur, bei der ein gegebenes Staubvolumen gerade noch nicht entzündet wird

Anmerkung Die Selbstentzündungstemperatur wird in °C angegeben.

3.2 Ofentemperatur

arithmetischer Mittelwert der Messwerte von zwei Thermoelementen, die beide frei in einem Ofen in einem Abstand von 5 cm zur Staubprobe eingebaut sind

Anmerkung Die Ofentemperatur wird in °C angegeben.

3.3 Probentemperatur

Temperatur, die in der Mitte der Staubprobe mit einem Thermoelement gemessen wird

Anmerkung Die Probentemperatur wird in °C angegeben.

3.4

Induktionszeit

zeitlicher Abstand zwischen dem Erreichen der Lagerungstemperatur und einer Entzündung (definiert durch den Wendepunkt, siehe Bild 3, Fall C)

Anmerkung Die Induktionszeit wird in h angegeben.

3.5

Entzündung

Einleiten der Verbrennung

[EN ISO 19353:2016, 3.20]

3.6

Schüttdichte

Masse der Probe geteilt durch das bestimmte Volumen des Korbs

3.7

Staub

fein zerteilte Feststoffteilchen mit einer Nenngröße von bis zu 500 µm

3.8

Granulat

diskrete Teilchen, die größer sind als 500 µm

4 Untersuchungsaapparatur

4.1 Probenkörbe

Die Proben müssen locker in unterschiedlich große Körbe aus Drahtnetzgewebe gefüllt werden. Die Körbe müssen oben offen und am Boden geschlossen sein. Sie müssen aus zwei Schichten eines engmaschigen Drahtnetzgewebes z. B. aus nicht rostendem Stahl bestehen. Die Maschenweite des inneren Probenbehälters muss so gewählt werden, dass der Staub nicht durch die Maschen hindurchfallen kann, aber die Diffusion der Ofenluft in das Innere der Staubprobe nicht behindert wird (z. B. Maschenweite von 0,05 mm). Der äußere Korb sollte aus einem großmaschigeren Drahtnetz bestehen (z. B. Maschenweite von 0,5 mm). Der äußere Korb definiert das Probenvolumen; deshalb sollte der innere Korb darin fest sitzen, damit er sich beim Einbringen nicht verdrehen kann. Die empfohlenen Formen der Drahtnetzkörbe sind ein Würfel oder ein Zylinder mit einem Verhältnis von Höhe zu Durchmesser von 1.

Damit eine Abschätzung des Selbstentzündungsverhaltens von größeren Staubablagerungen in einem größeren Maßstab als dem des Labormaßstabs durch Extrapolation möglich ist, müssen für diese Versuche mindestens vier Drahtnetzkörbe unterschiedlichen Volumens verwendet werden.

Normalerweise sollte das kleinste Volumen im Bereich von 100 cm³ liegen und das größte Volumen sollte nicht kleiner als etwa 1 000 cm³ sein. Das Volumenverhältnis der Körbe sollte etwa 1:1,7:5:8 sein; z. B. Würfel mit einer Kantenlänge von 5 cm, 6 cm, 8,5 cm und 10 cm.

ANMERKUNG 1 Größere Körbe sind akzeptabel, wenn ausreichend Material vorhanden ist.

Steht nur eine begrenzte Menge an Probenmaterial zur Verfügung, dürfen auch kleinere Körbe benutzt werden.

ANMERKUNG 2 Zum Zweck des Vergleichs von Produkten hinsichtlich ihres Selbstentzündungsverhaltens in Geräten oder Apparaturen, bei denen die Größe der Staubschüttungen konstruktionsbedingt begrenzt ist, reicht häufig für die Bestimmung der Selbstentzündungstemperatur ein Korb von 400 cm³ oder 1 000 cm³ aus.

Das Volumen der Probenkörbe muss durch die Verwendung eines geeigneten Schüttguts mit ausreichend kleinen Teilchen in Kugelform und mit glatter Oberfläche und einer bekannten und stabilen Schüttdichte

bestehen, z. B. Glaskügelchen mit einem Durchmesser von etwa 0,3 mm. Die Körbe werden mit dem geeigneten Schüttgut befüllt; überschüssiges Schüttgut muss vom oberen Rand entfernt werden. Der Korb wird vor und nach der Befüllung gewogen. Das Volumen ergibt sich aus dem Gewicht des eingefüllten Schüttguts mit bekannter Schüttdichte (mittlerer Wert aus mindestens zwei Messungen).

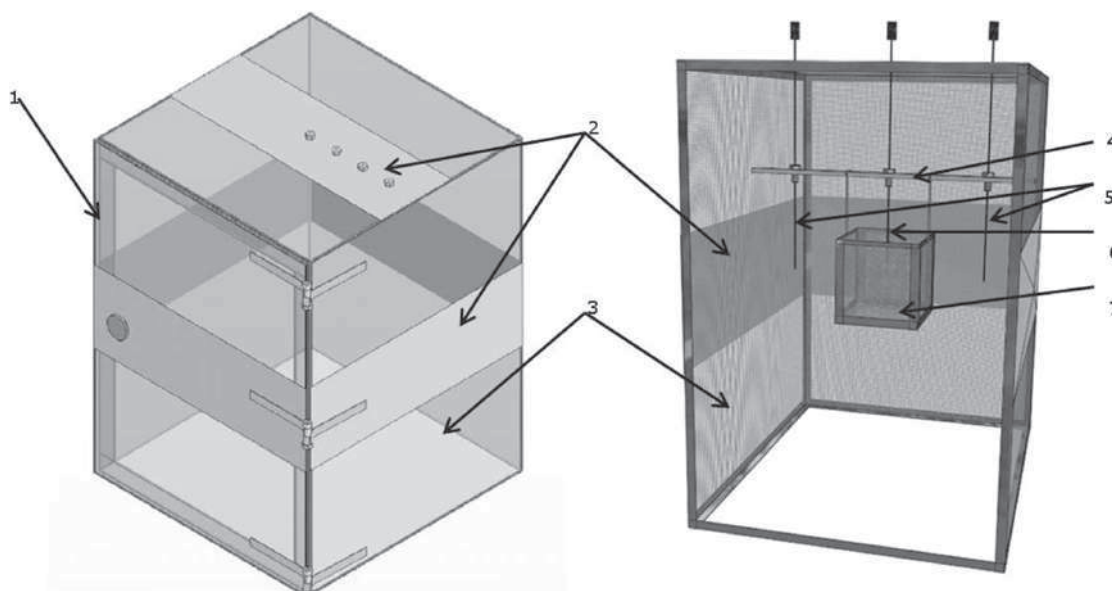
4.2 Ofen- und Prüfbedingungen

Es können kommerziell verfügbare Ofen (natürliche und erzwungene Konvektion) verwendet werden. Sie müssen im unteren Bereich über eine Lufteintrittsöffnung und im oberen Bereich über eine Luftaustrittsöffnung verfügen und sollten im Temperaturbereich von 35 °C bis 300 °C regelbar sein. Nach Erreichen der Prüftemperatur muss die Ofentemperatur im Bereich von ± 1 K konstant sein.

Das die Probe umgebende Temperaturfeld darf maximale Raumtemperaturdifferenzen von 4 K bei einer Ofentemperatur von 120 °C aufweisen. Um die Differenzen zu bestimmen, muss die Temperatur an 6 Seiten eines 10 cm großen Probenwürfels in einem Abstand von 5 cm gemessen werden. Diese Messung muss nach der Installation der Einrichtung durchgeführt werden und wenn die Einrichtung (einschließlich Warmlagerungsöfen) geändert wird. Die Messung muss einmal pro Jahr wiederholt werden.

Um diese Bedingungen zu erreichen, muss in dem Ofen ein Drahtmaschenkäfig angebracht werden. Der Mindestabstand zwischen Käfig und Ofenwänden muss 5 cm betragen. Der Käfig besteht aus Drahtmaschen mit einer Maschenweite von z. B. 0,5 mm. Der Käfig muss über eine Vordertür und eine Probenhalterung verfügen, siehe Bild 1. Die Probenkörbe müssen frei im Ofen hängen. Zusätzliche Metallplatten (Dicke von 0,25 mm bis 0,5 mm) können auf halber Höhe und an der Oberseite angebracht werden, um die Probe vor Strahlung zu schützen. Die Breite der Platten muss so gewählt werden, dass der größte in dem Käfig hängende Probenkorb abgedeckt ist.

Zum Messen der Ofentemperatur müssen zwei Thermoelemente an gegenüberliegenden Seiten in einem Abstand von 5 cm zur Probe angebracht werden. Die Thermoelemente müssen im Falle von Probenkörben unterschiedlicher Größen neu positioniert werden. Der Mindestabstand zwischen den Thermoelementen und der Wand des Käfigs beträgt 2,5 cm, siehe Bild 2.



Legende

- | | | | |
|---|-------------------------|---|--|
| 1 | Vordertür | 5 | Thermoelemente zur Messung der Ofentemperatur |
| 2 | Metalplatten (optional) | 6 | Thermoelemente zur Messung der Proben temperatur |
| 3 | Drahtmaschen | 7 | Drahtnetzbehälter mit Staubprobe |
| 4 | Probenhalter | | |

Bild 1 — Im Ofen anzubringender Drahtmaschenkäfig

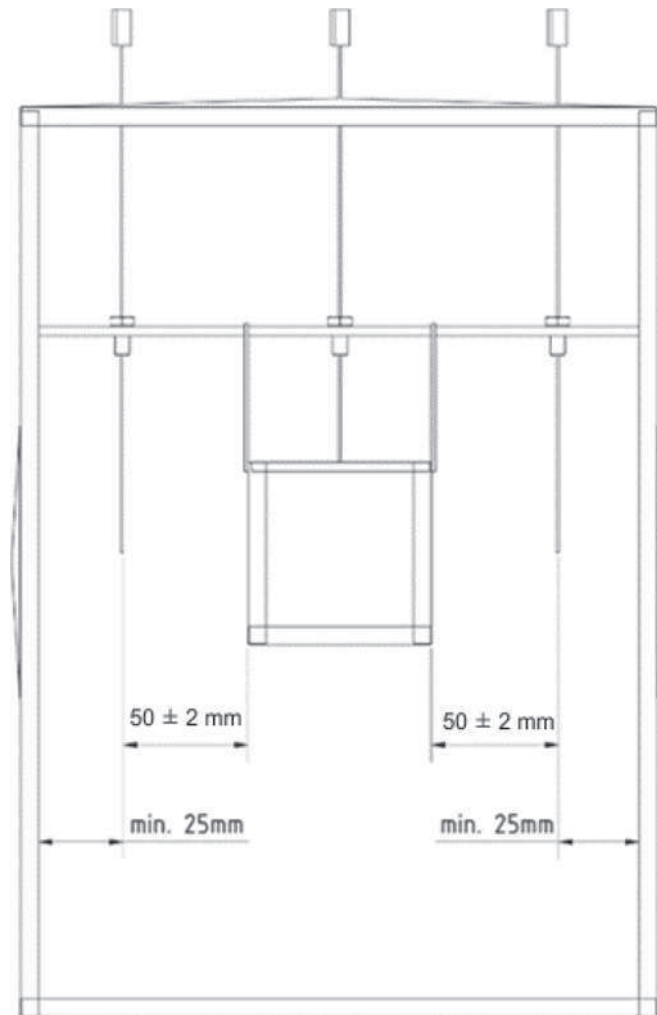


Bild 2 — Position der Probe und der Thermoelemente

Alternative Prüfanordnungen können verwendet werden, um die festgelegten Prüfbedingungen zu erreichen.

4.3 Thermoelemente

Zum Messen der Proben­temperatur und zum Messen der Ofentemperatur werden ummantelte Thermoelemente mit einem Außendurchmesser von z. B. 1 mm empfohlen.

4.4 Einrichtung für die Temperat­uraufzeichnung

Zum Aufzeichnen der Thermoelement-Messungen darf eine geeignete Datenerfassungseinrichtung benutzt werden.

5 Vorbereitung der Staubproben

Für praxisbezogene Untersuchungen sollte eine repräsentative Probe verwendet werden (die unter den Betriebsbedingungen des Prozesses erzeugt wurde). Die Eigenschaften der Probe sind im Prüfbericht festzuhalten.

Die Schüttdichte der Probe sollte an die entsprechenden praktischen Bedingungen (falls bekannt) angepasst werden.

Die Schüttdichte muss in den Körben bestimmt werden und darf nicht stärker als $\pm 2\%$ in den Prüfrei­hen variieren.

6 Untersuchungsverfahren

6.1 Experimentelles Vorgehen

Der Prüfkorb muss mit der Staubprobe mit sich gelegter Schüttdichte befüllt werden. Überschüssiger Staub muss vom oberen Rand entfernt werden. Es muss durch Wägen geprüft werden, ob die sich gelegte Schüttdichte mit einer Genauigkeit von $\pm 2\%$ erreicht wurde. Der Korb wird in der Mitte des Ofens positioniert (siehe Bild 1), der auf die Prüftemperatur vorgewärmt wurde.

ANMERKUNG Es ist auch möglich, den Ofen in der Mitte des kalten Ofens zu positionieren, wenn die Ziel-Ofentemperatur innerhalb von 30 min erreicht wird und stabil bleibt.

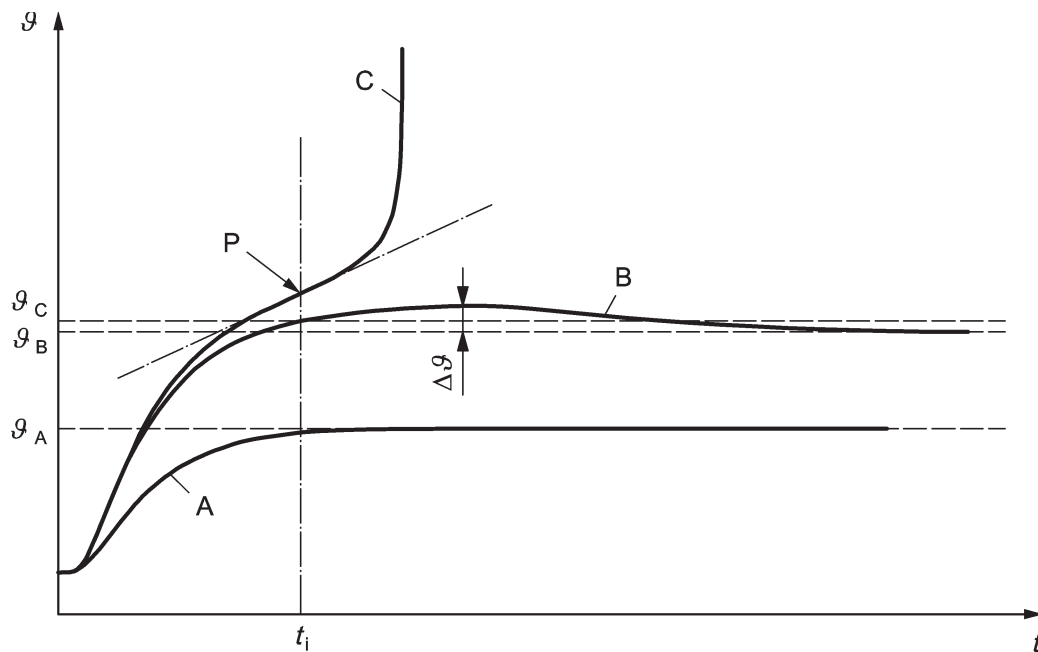
Das Thermoelement zum Messen der Probertemperatur ist mit seiner Lötstelle direkt in der Mitte des Probenvolumens anzuordnen. Die Lötstellen von zwei zusätzlichen Thermoelementen sind auf jeweils gegenüber liegenden Seiten frei im Luftraum zu installieren, und zwar in einem Abstand von 5 cm zur Probe (siehe Bild 2). Diese beiden Thermoelemente werden verwendet, um die Ofentemperatur zu messen, die — unter kritischen Temperaturbedingungen — der T_{SI} entspricht. Die Temperaturen dieser drei Thermoelemente sind während dieser Zeit kontinuierlich aufzuzeichnen.

Falls sich die Probe entzündet, kann sich die Ofentemperatur aufgrund der von der brennenden Probe abgegebenen Wärme erhöhen. Um Fehlinterpretationen zu verhindern muss die Temperatur am Übergangspunkt (Punkt, an dem die Temperatur der Probe erstmals die Ofentemperatur erreicht und dieser entspricht) zur Bewertung der Prüfung gemessen werden.

Die Temperaturdifferenz zwischen den beiden Thermoelementen, mit denen die Ofentemperatur gemessen wird, darf 2 K nicht übersteigen. Wenn eine höhere Temperaturdifferenz zu beobachten ist, müssen die Kalibrierung der Thermoelemente und, falls erforderlich, die Raumtemperaturdifferenzen um die Probe geprüft werden.

Die Lufteintritts- und Luftaustrittsöffnungen des Ofens müssen während des Versuchs offen bleiben, damit Frischluft in den Ofen gelangen kann und die Verbrennungsgase den Ofen verlassen können. Es ist eine ausreichende Anzahl an Warmlagerungsversuchen — jeweils mit einer frischen Staubprobe — vorzunehmen, um die höchste Ofentemperatur zu bestimmen, bei der keine Entzündung erfolgt, und desgleichen die niedrigste Ofentemperatur, bei der sich die Staubprobe bei dem jeweils gewählten Probenvolumen entzündet. Gewöhnlich kann die Prüfung abgebrochen werden, wenn die Temperatur in der Probe fällt (siehe Fall B in Bild 3) oder falls eine Situation wie beim Fall C in Bild 3 auftritt. Besonderheiten bei der Prüfung (z. B. Entstehung von Gasen, physikalische Veränderungen der Probe) und der Masseverlust der Proben müssen aufgezeichnet werden.

Bild 3 ist eine idealisierte Darstellung. In bestimmten Fällen wird die Kurve vom Typ B, nachdem der Temperaturabfall aufgetreten war, von einem steilen Anstieg der Probertemperatur abgelöst. Es ist zu beachten, dass dieser Anstieg nach beträchtlich langen Zeitspannen auftreten kann. In derartigen Fällen müssen solche Kurven, die dann vom Typ B abweichen, als Kurven des Types C bewertet werden. Diese Situation kann auch bei Kurven vom Typ A auftreten.



Legende

- ϑ Temperatur der Umgebung (bei Prüfungen ist das die Ofentemperatur)
- t Dauer des Versuchs
- P Wendepunkt
- t_i Induktionszeit (Kurve C)

Bild 3 — Idealisierte Temperaturverläufe über Zeit in Staubproben desselben Volumens bei Warmlagerungstemperaturen ϑ_A bis ϑ_C

6.2 Auswertung der Experimente

Bild 3 zeigt Abtragungen idealisierter Kurven der Proben­temperatur über der Zeit, die aus drei Warmlagerungsversuchen des gleichen Volumens und des gleichen Staubes stammen, sich aber in den Ofentemperaturen unterscheiden. Die gestrichelten waagerechten Linien sind die Ofentemperaturen (ϑ_A bis ϑ_C) der jeweiligen Warmlagerungsversuche (A, B und C).

Wird bei Temperaturen deutlich unterhalb der T_{SI} gearbeitet, dann nähert sich die Proben­temperatur asymptotisch der Ofentemperatur an (Kurve A).

Bei höheren Ofentemperaturen treten in der Staubschüttung merkliche Reaktionen mit Sauerstoff auf. Die Proben­temperaturen können dann vorübergehend höher sein als die Ofentemperaturen. Damit kündigt sich der Beginn eines Selbsterhitzungsprozesses an (Kurve B), ohne dass die Probe sich selbst entzündet.

Bei dem Versuch hat eine Entzündung stattgefunden, wenn eines von zwei Kriterien erfüllt ist:

- a) wenn die gemessene Temperatur-Zeit-Kurve in der Mitte der Probe während der Aufwärmphase einen Wendepunkt aufweist und dies über der Ofentemperatur auftritt;

oder

- b) wenn die Temperatur in der Mitte der Probe mindestens um 60 K über die Ofentemperatur ansteigt.

Kurve B bezieht sich auf eine Ofentemperatur ϑ_B , die geringfügig unterhalb der T_{SI} liegt. In ihrem Maximum übersteigt die Proben­temperatur die Ofentemperatur um einen Betrag $\Delta\vartheta$ (weniger als 60 K). Danach sinkt die Proben­temperatur (wieder) auf die Ofentemperatur ab.

Kurve C bezieht sich auf die Ofentemperatur ϑ_C , einen Wert knapp oberhalb der T_{SI} . Die Wärmeentwicklung in der Probe hat nun einen Punkt erreicht, ab dem sie kontinuierlich den Wärmeverlust (durch Wärmeleitung, Konvektion und Strahlung) übertrifft. Jetzt können sich keine stationären Zustände mehr einstellen. Nach einer Induktionszeit steigt die Temperatur in der Probe sehr schnell an, bis die Selbstentzündung eintritt.

Die Selbstentzündungstemperatur liegt zwischen den Ofentemperaturen der Kurve B und Kurve C.

Die Auswahl der Warmlagerungstemperaturen für die entscheidenden beiden letzten Versuche muss so erfolgen, dass die Ofentemperaturen des Versuchs, bei dem gerade Entzündung eintritt (Kurve C), und desjenigen Versuchs, der noch keine Entzündung zeigt (Kurve B), sich um nicht mehr als 2 K voneinander unterscheiden. Der entscheidende Versuch, bei dem keine Entzündung entsteht, muss wiederholt werden. Die T_{SI} ist die höchste Ofentemperatur, bei der ein gegebenes Staubvolumen gerade noch nicht entzündet wurde.

Neben den Temperaturaufzeichnungen sollte bei jedem Versuch auch der Zeitraum zwischen der Positionierung der Probe im Ofen und dem Erreichen der Lagerungstemperatur sowie die gesamte Lagerungsdauer aufgezeichnet werden. Außerdem sollte der Zeitraum zwischen dem Erreichen der Lagerungstemperatur und der Entzündung (Induktionszeit, Fall C), d. h. dem Erreichen der Maximaltemperatur (Fall B), aufgezeichnet werden.

Unterschiedliche Verfahren ermöglichen die Extrapolation der Laborversuchsergebnisse auf größere Lagerungsvolumina, siehe Anhang A. Das Primärverfahren ist die Bewertung basierend auf der Theorie der Wärmeexplosion nach Frank Kamenetskii (Anhang A.2) oder Thomas (Anhang A.3). Diese Verfahren erlauben zudem die Ableitung reaktionskinetischer Daten des Selbstentzündungsprozesses.

In Anhang A.5 wird ein vereinfachtes, empirisches Verfahren beschrieben (Pseudo-Arrhenius-Plot).

Die Ergebnisse dieser Prüfungen sind in einer Tabelle zu dokumentieren, in der die untersuchten Probenvolumina, die entsprechenden T_{SI} -Werte und die Induktionszeiten einander gegenüberzustellen sind. Außerdem sind die Ergebnisse in Diagrammen, wie Bild A.1 und Bild A.2, graphisch darzustellen.

6.3 Kalibrierung der Thermoelemente

Die Kalibrierung der gesamten Messkette (Thermoelemente, Kompensationskabel, A/D-Konverter, Datenerfassungssystem) muss in Abständen nach intern festgelegten Regeln, jedoch mindestens jährlich vorgenommen werden.

7 Untersuchungsbericht

Der Untersuchungsbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Verweis auf dieses Dokument (prEN 15188:201x);
- b) Name und Anschrift der Institution, bei der die Untersuchungen vorgenommen wurden;
- c) Name und Anschrift des Kunden;
- d) Charakterisierung der Probe:
 - 1) Probenbeschreibung (einschließlich Korngrößenverteilung und Feuchtigkeitsgehalt, falls bekannt);
 - 2) Name oder chemische Zusammensetzung der Probe;
 - 3) Schüttdichte;
 - 4) Probenvorbereitung (falls erforderlich, z. B. für den Vergleich unterschiedlicher Stäube);

- e) jegliche Veränderungen des Prüfaufbaus oder des Prüfablaufs, wie sie in diesem Dokument festgelegt sind, samt den Gründen für die Abweichungen, sowie alle weiteren für besondere Prüfungen notwendigen Informationen;
- f) Eingangsdatum der Probe und Datum der Untersuchungen;
- g) Besonderheiten während der Untersuchung (z. B. Entwicklung von Gasen, physikalische Veränderungen der Probe);
- h) Untersuchungsergebnisse, dargestellt als Tabelle der geprüften Volumina zusammen mit den entsprechenden T_{SI} -Werten und Induktionszeiten; falls eine Extrapolation durchgeführt wird, Diagramme entsprechend Anhang A.2/A.3 (Bild A.1) oder Anhang A.5 (Bild A.2)
- i) Unterschrift der verantwortlichen Person und Datum
- j) Erklärung, dass sich die Ergebnisse ausschließlich auf die in Empfang genommenen und untersuchten Proben beziehen.

8 Präzision

8.1 Allgemeines

Die Messunsicherheit der T_{SI} , die durch Extrapolation $U_{\text{extrapolation}}$ (Verfahren: Pseudo-Arrhenius-Diagramm, Anhang A.5) berechnet wurde, wurde auf Grundlage der in den Labor-Ringversuchen 2010-2011 0 und 2015-2016 0 erhaltenen Vergleichpräzision s.d. S_R bestimmt. Die in Labor-Ringversuchen erhaltene Vergleichpräzision s.d. S_R ist eine gültige Grundlage für die Messunsicherheitsschätzung 0 und 0.

In diesem Verfahren wird ein Erweiterungsfaktor $k=2$ auf Basis des Vertrauensniveaus von 95,45 % verwendet, um die erweiterte Messunsicherheit U auszudrücken.

Die Angabe des Erweiterungsfaktors k im Laborversuchsbericht 0 ist verpflichtend. Der Erweiterungsfaktor k und das entsprechende Vertrauensniveau sind für Sicherheitsexperten und dementsprechend auch für die korrekte Entscheidung bezüglich geeigneter Sicherheitsmaßnahmen von großer Bedeutung und dürfen von $k=2$ abhängig von den echten Betriebsbedingungen und Erfordernissen von technischen Anwendungen abweichen.

8.2 Extrapolation der Ergebnisse

Wenn die Extrapolation auf dem Pseudo-Arrhenius-Modell (Anhang A.5) basiert, sind die berechneten Werte von T_{SI} grundsätzlich von der Messunsicherheit des Laboratoriums und dessen Extrapolation ($T_{SI \text{ calc}} \pm U_{\text{extrapolation}}$) betroffen.

Dabei gibt $U_{\text{extrapolation}}$ die Unsicherheit von T_{SI} berechnet durch Extrapolation an

$$U_{\text{extrapolation}} = k \cdot \text{Vergleichpräzision s.d. } S_R \text{ (abhängig vom Lagerungsvolumen)}$$

Die Vergleichpräzision in Bezug auf die Unsicherheit der Extrapolation von T_{SI} hängt vom Volumen/Oberflächen-Verhältnis der Ablagerung ab. Durch einen Erweiterungsfaktor $k=2$ ergibt sich eine entsprechende funktionale Gleichung:

$$U_{\text{extrapolation}} = 2 \left(4,451 + 1,472 \times \log\left(\frac{V}{A}\right) - 0,273 \times \left(\log\left(\frac{V}{A}\right)\right)^2 \right) [^{\circ}\text{C}] \quad (1)$$

Dabei wird $\log\left(\frac{V}{A}\right)$ mit V in m^3 und A in m^2 berechnet. Gleichung (7.1) gilt für Volumina zwischen 1 dm^3 und $1\,000 \text{ m}^3$.

In Tabelle 2 sind die Unsicherheiten der Extrapolation aus den Labor-Ringversuchen in den Jahren 2010-2011 und 2015-2016 für sieben unterschiedliche Volumina (Würfel) aufgeführt.

Tabelle 1 — Unsicherheit von T_{SI} für ($k = 2$) von sieben Volumina

Lagerungsvolumen (Würfel) [m^3]	Unsicherheit der extrapolierten T_{SI} $U_{\text{extrapolation}}$ ($k = 2$) [$^{\circ}\text{C}$]
0,45	6,0
1	6,5
3	7,1
27	8,2
100	8,8
500	9,4
1 000	9,7

8.3 Versuch mit einzeltem Korb (10-cm-Korb)

Wenn nur der 10-cm-Korb (Würfel mit Nennvolumen von 1 dm^3) geprüft wird, ist die Präzision der bestimmten T_{SI} für ein Lagerungsvolumen von 1 dm^3 folgende:

Tabelle 2 — Vergleichpräzision s.d. und Messunsicherheit ($k = 2$) für einen Versuch mit einzeltem Korb (10-cm-Würfel)

Lagerungsvolumen (Würfel) [m^3]	Vergleichpräzision s.d. S_{R} [$^{\circ}\text{C}$]	Messunsicherheit U ($k = 2$) [$^{\circ}\text{C}$]
0,001	1,0	2,0

Anhang A (normativ)

Theoretische Grundlage für die Bestimmungen und Extrapolationen

A.1 Einleitung

Für die Auswertung der Ergebnisse der experimentellen Bestimmung von Selbstentzündungstemperaturen stehen mehrere Verfahren zur Verfügung, die sich durch ihren mathematischen Hintergrund unterscheiden.

A.2 Verfahren, die auf der Theorie der Wärmeexplosion beruhen

Die Theorie der Wärmeexplosion basiert auf dem Wärmegleichgewicht zwischen der Erzeugungsrate durch einen Körper, der exotherme Reaktionen durchlaufen kann und der Verlustrate dieser Wärme an die Umgebung. Die Theorie besagt, dass es kritische Temperatur- und Größenbedingungen gibt, unter denen sich ein Körper bis zu einem Grenzwert selbst erwärmen kann. Über dieser kritischen Bedingung erwärmt sich der Körper bis zur Selbstentzündung oder Wärmeexplosion. Diese Vorhersage entspricht den Beobachtungen in Versuchen und im echten Leben.

Die Wärmeverlustrate hängt von der Form und Größe des Körpers, den physischen Eigenschaften des Körpers und der Umgebungstemperatur sowie von der Luftströmung in der Umgebung ab. Die Wärmeerzeugungsrate hängt von der Exothermie der Reaktion und möglicherweise der Luftdiffusion in der Probe für oxidative Reaktionen ab.

Die Standardform der Theorie der Wärmeexplosion, die auf Festkörper und Staubschüttungen angewendet ist, ist die Version nach Frank Kamenetskii [1]. Diese geht von einem unendlichen Wärmetransferkoeffizienten im Grenzbereich aus, sodass der Widerstand gegenüber Wärmeübertragung innerhalb des Körpers leitfähig ist. Die in dieser Theorie definierte Selbstentzündungstemperatur (T_{SI}) ist jene in der Umgebung. Nach dieser Theorie ist ein Zusammenhang zwischen einer charakteristischen Länge der Staubprobe r und deren T_{SI} durch folgende Gleichung gegeben:

$$\ln\left(\frac{\delta_{cr} T_{SI}^2}{r^2}\right) = \ln\left(\frac{\rho H_0}{\lambda} \frac{E_a}{R} k_0\right) - \frac{E_a}{RT_{SI}} \quad (A.1)$$

Dabei ist

δ_{cr} der kritische Frank-Kamenetskii-Parameter;

r die charakteristische Länge der Staubprobe (Würfel: halbe Kantenlänge, Zylinder: Radius);

H_0 der Brennwert;

k_0 der Präexponentialfaktor;

R die universelle Gaskonstante;

T_{SI} die Selbstentzündungstemperatur;

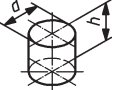
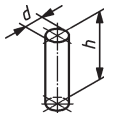
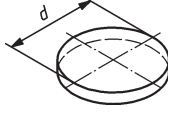
ρ die Schüttdichte;

λ die Wärmeleitfähigkeit;

E_a die scheinbare Aktivierungsenergie.

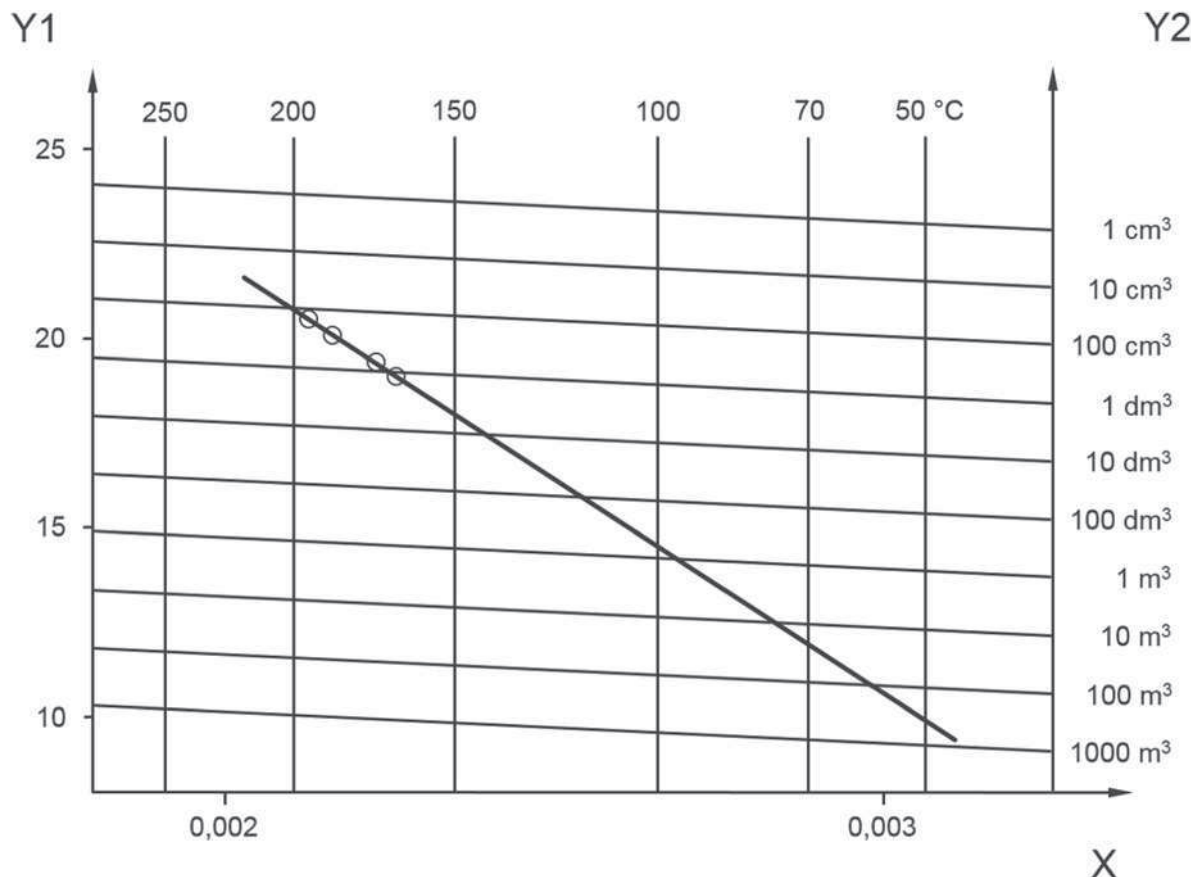
Der kritische Frank-Kamenetskii-Parameter δ_{cr} hängt von der geometrischen Form der Staubprobe ab. Einige Werte für mehrere Formen sind in Tabelle A.1 aufgeführt. Für experimentelle Bestimmungen sind der Würfel und der äquidistante Zylinder die relevanten Formen. Kritische Parameter für andere Formen mit Rotationssymmetrie sind in der Literatur zu finden, wie z. B. Bowes⁰ für die meisten Formen von praktischem Interesse und Boddington für eine Reihe anderer Formen.

Tabelle A.1 — Kritischer Frank-Kamenetskii-Parameter δ_{cr} verschiedener einfacher geometrischer Formen

Geometrie der Schüttung	Kritischer Frank-Kamenetskii-Parameter δ_{cr} ($Bi = \infty$) ^a
 Kugel	3,32
 Zylinder ($d = h$)	2,76
 Würfel	2,52
 Endloszylinder ($h \rightarrow \infty$)	2,00
 Endlose ebene Schicht ($d \rightarrow \infty$)	0,88
^a Bi ist die Biot-Zahl, siehe Gleichung (A.4).	

Gleichung (A.1) stellt eine lineare Beziehung zwischen dem Ausdruck $\ln(\delta_{cr} \cdot T_{SI}^2 / r^2)$ und dem Reziprokwert der T_{SI} mit dem Ausdruck (E_a/R) als Steigung dar. Ein Beispiel findet man im sogenannten Arrhenius-Diagramm in Bild A.1.

Unter der Voraussetzung, dass alle in Gleichung (A.1) enthaltenen Konstanten bekannt sind, ermöglicht diese Gleichung, iterativ den unbekannten T_{SI} -Wert für jeden r -Wert oder umgekehrt vorherzusagen. Dies kann auch graphisch unter Verwendung eines Arrhenius-Diagramms durchgeführt werden, ohne alle Parameter zu kennen. Die Steigung des Arrhenius-Diagramms kann verwendet werden, um eine Schätzung der effektiven Aktivierungsenergie bereitzustellen, die in anderen Modelformen wie in Anhang C beschrieben verwendet werden darf.



Legende

Y1	$\ln \left(\delta_{cr} \frac{T_{si}^2 / 1 K^2}{r^2 / 1 m^2} \right)$	X	reziproke Selbstentzündungstemperatur, $\frac{1}{T_{si}/1K}$
Y2	V = Volumen (Würfel)	δ_{cr}	Frank-Kamenetskii-Parameter aus Tabelle A1

**Bild A.1 — Arrhenius-Diagramm von Selbstentzündungstemperaturen —
Frank-Kamenetskii-Bedingung ($Bi = \infty$)**

A.3 Modifikation der Theorie um realistische Grenzbedingungen

Wie von Frank-Kamenetskii [1] eingehend dargelegt wurde, beruht sein Lösungsweg auf der Annahme eines unendlich großen Wärmeübergangskoeffizienten an der Grenzfläche zwischen der Staubprobe und deren Umgebung. Das gilt jedoch nur für sehr große Proben. Ein realistischerer Lösungsweg wurde von Thomas [2] vorgeschlagen, indem er für endliche Werte des Wärmeübergangskoeffizienten eine Korrektur der δ_{cr} -Werte einführte. Die korrigierten Werte $\delta_{cr}(Th)$ werden dann

— für Würfel ($d = h$):

$$\delta_{cr}(Th)_{cube} = \frac{0,7009}{0,2728 + \frac{0,6351}{Bi}} \quad (A.2)$$

Dabei ist

$\delta_{cr}(Th)_{cube}$ der kritische Frank-Kamenetskii-Parameter, korrigiert nach Thomas, für Würfel;

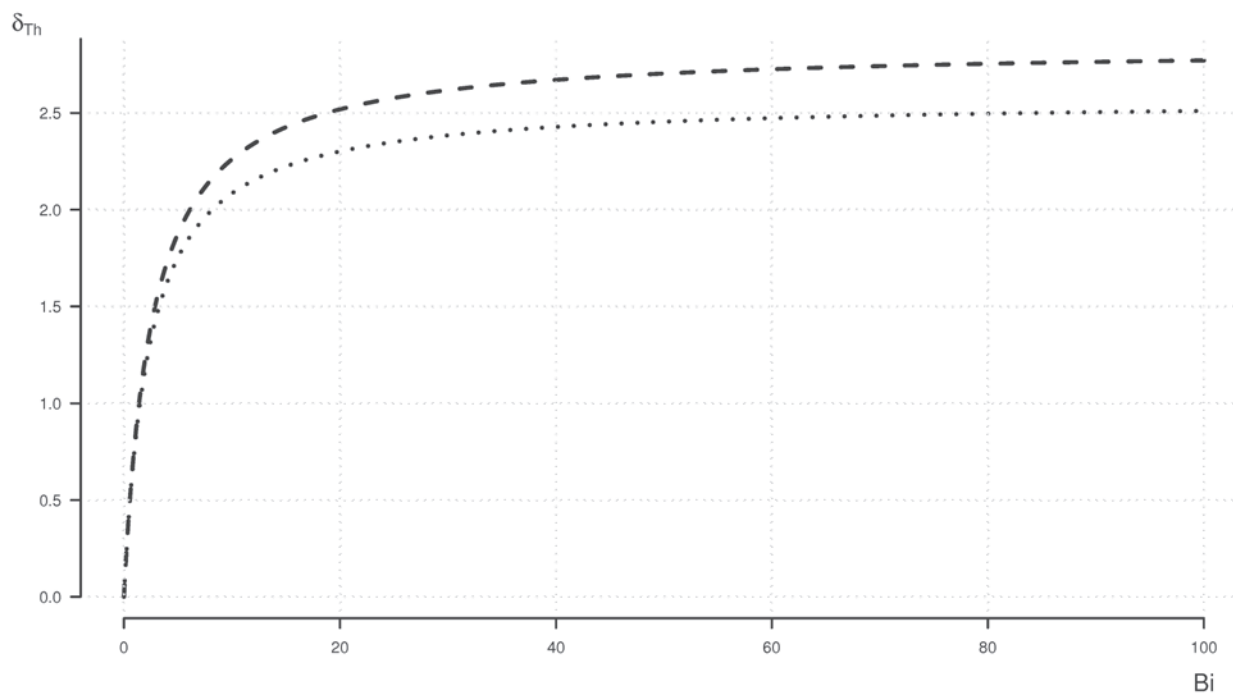
Bi die Biot-Zahl

— für Zylinder ($d = h$):

$$\delta_{cr}(Th)_{cyl} = \frac{0,804\,7}{0,283\,0 + \frac{0,729\,2}{Bi}} \quad (A.3)$$

$\delta_{cr}(Th)_{cyl}$ der kritische Frank-Kamenetskii-Parameter, korrigiert nach Thomas, für Zylinder.

ANMERKUNG Für Einzelheiten siehe Literaturhinweise [3] und [4].



Legende

Bi	Biot-Zahl	-----	Beziehung für äquidistante Zylinder
δ_{Th}	Thomas-Korrektur des Frank-Kamenetskii-Parameters		Beziehung für Würfel

Bild A.2 — Thomas-Korrektur des Frank-Kamenetskii-Parameters (δ) als Funktion der Biot-Zahl

Die Biot-Zahl Bi ist das Verhältnis zwischen der internen Wärmeübertragung innerhalb eines Körpers oder einer Schüttung und der Wärmeübertragung auf der Oberfläche. Sie kann für kompakte Formen (wie äquidistante Zylinder und Würfel) nach folgender Gleichung (A.4) berechnet werden:

$$Bi = \left(\frac{H_r + H_c}{\lambda} \right) r = \frac{\left[4\sigma T_{\text{amb}}^3 + (2 + 0,6 Ra^{1/4}) \frac{\lambda_{\text{air}}}{d} \right] r}{\lambda} \quad (\text{A.4})$$

Dabei ist

- Bi die Biot-Zahl;
- H_r die Strahlungskomponente des Wärmedurchgangskoeffizienten;
- H_c die konvektive Komponente des Wärmedurchgangskoeffizienten;
- r der Radius oder eine charakteristische Länge von kompakten Körpern;
- σ die Stefan-Boltzmann-Konstante;
- T_{amb} die Umgebungstemperatur der Probe;
- Ra die Rayleigh-Zahl;
- λ die Wärmeleitfähigkeit der Staubprobe;
- λ_{air} die Wärmeleitfähigkeit von Luft;
- d der Körperdurchmesser.

Diese Korrektur kann die Lösung von Gleichung (A.1) beträchtlich verändern.

A.4 Einschränkungen der Analyse anhand der Theorie der Wärmeexplosion

Obwohl die „Theorie der Wärmeexplosion“ fortgeschrittener — und damit präziser — ist als die empirische Auftragung im Diagramm ($\lg(V/A)$ -versus- $1/T_{\text{SI}}$), bestehen doch einige Einschränkungen hinsichtlich ihrer Anwendbarkeit:

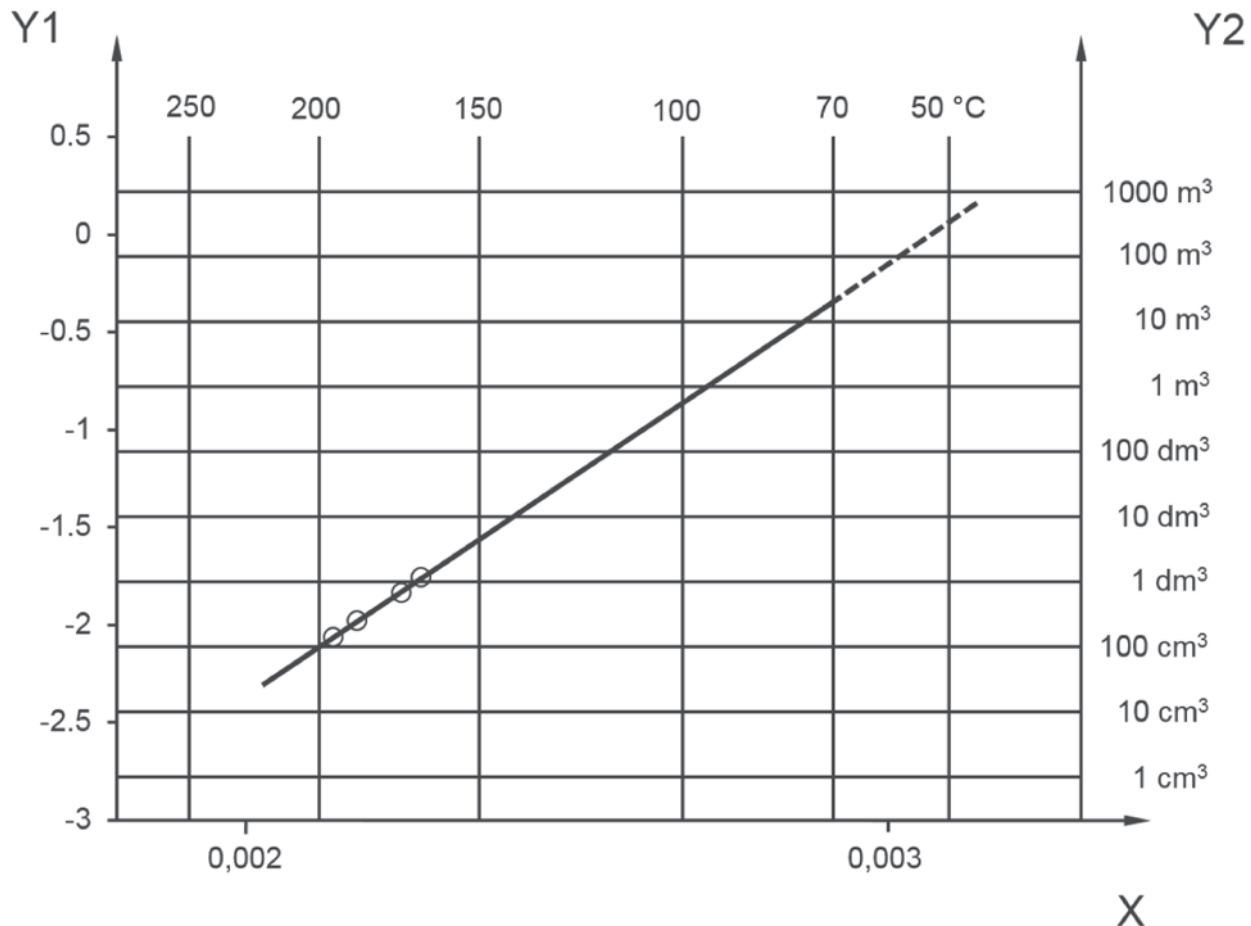
- a) es können damit nur einfache geometrische Formen, die in Tabelle A.1 erwähnt sind, behandelt werden;
- b) einige thermische Randbedingungen können nicht behandelt werden, z. B. Wärmestrom nicht gleich null;
- c) Aussagen über die zeitliche Temperaturentwicklung können nicht gewonnen werden.

Einige Approximationen in der Literatur befassen sich mit der Lockerung einiger Parameter. Jedoch ermöglichen numerische Verfahren eine umfassende Lockerung dieser Einschränkungen und Erweiterung auf komplexere Formen. Diese werden im Anhang C aufgeführt.

A.5 Auftragung im Diagramm (Pseudo-Arrhenius-Diagramm)

Das einfachste Verfahren, eine Beziehung zwischen dem einschlägigen geometrischen Parameter V/A und der entsprechenden Selbstentzündungstemperatur zu erhalten, ist die Auftragung von $\lg(V/A)$ über $1/T_{\text{SI}}$, wie sie in Bild 5 dargestellt ist. Dieses Verfahren wurde von Leuschke⁰ als empirische Alternative zum Frank-Kamenetskii-Diagramm entwickelt. Seine Gültigkeit basiert jedoch auf einer angemessenen

Übereinstimmung mit den Vorhersagen der Theorie der Wärmeexplosion (siehe oben) für eine beschränkte Anzahl an Materialien und über einen beschränkten Lagerungsvolumen- und Temperaturbereich. In Bild 5 ist die T_{SI} mehrerer unterschiedlicher Staubvolumina in einem Diagramm ($\lg(V/A)$ über $1/T$) dargestellt. Die Gerade, die durch die T_{SI} -Werte hindurchgeht, trennt die Bereiche von thermisch stabilem und instabilem Verhalten der Staubschüttungen. Selbstentzündung tritt im Bereich oberhalb der Kurve auf.



Legende

Y1 $= \lg \left(\frac{V/1m^3}{A/1m^2} \right)$

Y2 $V = \text{Volumen (Würfel)}$

X reziproke Selbstentzündungstemperatur, $\frac{1}{T_{SI}/1K}$

Bild A.3 — Pseudo-Arrhenius-Diagramm der Selbstentzündungstemperaturen

Aufgrund von Unsicherheiten des empirischen Ansatzes sollte die Extrapolation auf Lagerungsvolumina von etwa $1\,000\,m^3$ beschränkt werden. Bei größeren Lagerungsvolumina sollte das Selbstentzündungsverhalten nach Anhang A.2/A.3 oder Anhang C bestimmt werden.