



Ricerca di Sistema elettrico

Realizzazione di un laboratorio di caratterizzazione incendio ed esplosione di sistemi di accumulo elettrochimico: considerazioni tecnico economiche e progettazione preliminare

Cinzia Di Bari

REALIZZAZIONE DI UN LABORATORIO DI CARATTERIZZAZIONE INCENDIO ED ESPLOSIONE DI SISTEMI DI ACCUMULO ELETTROCHIMICO: CONSIDERAZIONI TECNICO ECONOMICHE E PROGETTAZIONE PRELIMINARE

Cinzia Di Bari (ENEA)

Settembre 2017

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2016

Area: Trasmissione e distribuzione dell'energia elettrica

Progetto: Sistemi di accumulo di energia per il sistema elettrico

Obiettivo: Sviluppo di procedure di prova in grado di prevedere e valutare le situazioni di degrado e/o rischio legati all'uso ed al riuso delle batterie

Responsabile del Progetto: Pier Paolo Prosini, ENEA

Indice

SOMMARIO.....	4
1 INTRODUZIONE.....	5
1.1 FINALITÀ DEL LABORATORIO DI CARATTERIZZAZIONE INCENDIO ED ESPLOSIONE DI SISTEMI DI ACCUMULO ELETTROCHIMICO.....	6
1.2 INDIVIDUAZIONE DELLE PRINCIPALI ATTREZZATURE	7
1.2.1 <i>Studi sulla sicurezza non standardizzati: dieci studi del PAR 2015</i>	7
1.2.2 <i>Norme tecniche e standard sulla sicurezza dei SA elettrochimico.....</i>	10
1.3 I LABORATORI DI SICUREZZA DI ISTITUZIONI INTERNAZIONALI: GLI ESEMPI DEL NREL E DELL' INERIS	11
1.3.1 <i>NREL Battery Thermal and Life Test Facility.....</i>	11
1.4 IL LABORATORIO STEEVE SÉCURITÉ (INERIS)	13
2 FUNZIONALITÀ DEL LABORATORIO SICUREZZA.....	14
2.1 ABUSO ELETTRICO	15
2.1.1 <i>Cortocircuito esterno</i>	15
2.1.2 <i>Cortocircuito interno.....</i>	15
2.1.3 <i>Sovracarica/sottoscarica</i>	15
2.2 TEST AMBIENTALI	15
2.2.1 <i>Stabilità termica.....</i>	15
2.2.2 <i>Shock termico.....</i>	15
2.2.3 <i>Surriscaldamento</i>	16
2.2.4 <i>Incendio</i>	16
2.3 AGENTI CHIMICI	16
2.3.1 <i>Emissions related tests</i>	16
2.3.2 <i>Flammability tests</i>	17
3 STRUMENTAZIONE DI BASE: DESCRIZIONE E COSTING.....	17
3.1 EV+ ACCELERATING RATE CALORIMETER SYSTEM.....	17
3.2 CALORIMETRO A CONO	17
3.2.1 <i>Il Calorimetro a cono "iCone"</i>	22
3.3 SINGLE BURNING ITEM	22
3.3.1 <i>Preparazione della Test room e installazione.....</i>	24
4 CONCLUSIONI.....	25
5 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI	26
6 ABBREVIAZIONI ED ACRONIMI	27

Sommario

Gli studi sulla sicurezza dei sistemi di accumulo elettrochimico commerciali del tipo Litio-ione o Sodio ad alta temperatura hanno messo in luce alcuni aspetti critici (pericoli) specifici della chimica dei sistemi studiati e delle condizioni di uso. Questo significa che alla caratterizzazione elettrica di ogni tipologia di cella o batteria, è necessario affiancare una caratterizzazione chimico-fisica e, ai fini della prevenzione dei rischi, una caratterizzazione del comportamento ad abuso ovvero dell'incendio e dell'esplosione che ne possono derivare. Nel corso di tali attività si è evidenziata la necessità di ricorrere ad alcune indagini specifiche e ripetibili, condotte su scala di laboratorio, con la strumentazione che verrà elencata in questo elaborato.

Un laboratorio di caratterizzazione incendio ed esplosione di sistemi di accumulo elettrochimico si inserisce nell'ambito degli studi di sicurezza sui sistemi di accumulo come compendio essenziale alle attività in campo aperto (impianto FARO) che è stato possibile realizzare grazie ai fondi del MiSE-Ricerca di sistema elettrico (PAR 2014, 2015, 2016, 2017). La sua realizzazione è finalizzata alla caratterizzazione, su scala di laboratorio e in ambiente confinato, del pericolo di incendio ed esplosione attraverso test riproducibili e, più avanti, standardizzati: sia su sistemi di accumulo commerciali che su sistemi in fase di sviluppo o pre-commercializzazione. Questo laboratorio, nel caso dell'ENEA, troverebbe una collocazione funzionale nell'ambito del Laboratorio DTE PCU STMA dove è presente una *facility completa* per la caratterizzazione elettrica, fondamentale per le verifiche di specifica tecnica e la creazione delle condizioni di abuso.

Questo RT illustrerà la strumentazione di base necessaria, la tipologia di test che consente di effettuare, una valutazione igienistico industriale, una stima delle aree necessarie per l'installazione e una stima dei costi della strumentazione costituendo, di fatto, una progettazione preliminare del Laboratorio Sicurezza.

1 Introduzione

Nel corso del PAR 2012 sono stati compiuti studi preliminari alla progettazione di un laboratorio di verifiche strumentali per la sicurezza [1], concepito per l'indagine di agenti fisici e chimici che si possono sviluppare nel corso delle prove di funzionamento di batterie Litio-ione in condizioni normali (carica e scarica) e nelle condizioni di abuso, anche in vista dello *start up* della camera climatica per prove di abuso che era stata appena acquisita. Tale studio ha gettato le basi per le attività svolte fino ad oggi: approfondire i pericoli connessi ai sistemi Litio-ione; realizzare un campo prove all'esterno (Impianto FARO); progettare le prove all'aperto in sicurezza; gestire in sicurezza e a norma l'eliminazione dei rifiuti provenienti dalle prove; costruire o acquistare alcune attrezzature (Impianto DeTONAT, Termocamera IR; un box REI 120 appositamente realizzato (sulla base di studi effettuati in ENEA) per lo stoccaggio temporaneo in sicurezza delle batterie Litio-ione in attesa di essere studiate; affidare all'Università "La Sapienza" di Roma, Dipartimento di chimica, studi di caratterizzazione chimica ex ante e post e valutazioni più approfondite igienistico-industriali che verranno pubblicate questo anno.

Le analisi che si desiderava condurre in tale laboratorio intendevano monitorare la composizione dell'aria circostante le celle Litio ione e i sistemi di accumulo, per evidenziare l'eventuale presenza di Agenti Chimici Pericolosi (tra cui i cancerogeni) e di agenti fisici, così come identificati dal D.Lgs. 81/08 recante norme sulla tutela della salute e della sicurezza dei lavoratori.

All'interno di tale laboratorio si prevedeva di effettuare le seguenti operazioni/indagini:

- A. Manipolazione di batterie litio ione dopo prove e prove d'abuso per ispezione visiva interna (cappa aspirazione cancerogeni (vapori e polveri) con possibilità di ciclo chiuso e manipolazione dall'esterno, macchina fotografica con cavalletto da banco per macro) e misura perdita in peso (bilancia da tenere sotto cappa per pesatura celle eventualmente "esplose" e/o danneggiate da prove di abuso).
- B. Campionamenti e Misure (Tabella 1) di
 - a. Agenti fisici (CEM, Rumore, Infrasuoni e Ultrasuoni)
 - b. Agenti chimici e cancerogeni; sostanze infiammabili
 - c. Polveri, polveri sottili, nano polveri (compresi nebbie e fumi) contenenti con diversi stati di ossidazione: Li, Mn, Co, Ni, Al, C, Cu, Fe, P e PO₄, LiPF₆ - Sali di litio; aerodispersi: EC, EMC, H₂, O₃, CO, CO₂, HF e F, CH₄, NO_x
 - d. Ozono

A tal fine furono parzialmente individuate: RISORSE STRUMENTALI e RISORSE UMANE necessarie e fatta una ipotesi di riorganizzazione di un ex-laboratorio di preparazioni chimiche, rivelatasi poi impraticabile.

Gli studi sulla sicurezza dei sistemi di accumulo elettrochimico commerciali del tipo Litio-ione o Sodio ad alta temperatura effettuati negli anni a seguire e tuttora in corso, hanno messo in luce alcuni aspetti critici (pericoli) specifici della chimica dei sistemi studiati e delle condizioni di uso. Questo significa che alla caratterizzazione elettrica di ogni tipologia di cella o batteria, è necessario affiancare una caratterizzazione chimico-fisica e, ai fini della prevenzione dei rischi, una caratterizzazione del comportamento ad abuso ovvero dell'incendio e dell'esplosione che ne possono derivare. Nel corso di tali attività si è evidenziata la necessità di ricorrere ad alcune indagini specifiche e ripetibili, condotte su scala di laboratorio, con la strumentazione che verrà elencata in questo elaborato.

Tabella 1. Agenti fisici e loro misura

Agente	Attrezzatura	Da banco	Portatile	Esempi di utilizzo specifico (modo d'uso)
CEM	<i>Da identificare</i>		X	Monitoraggio individuale e ambientale nel corso delle prove dei sistemi di accumulo.
Rumore	Fonometro		X	Pressione sonora
Velocità aria	Anemometro multi sonda TESTO (filo caldo e ventola)		X	Test sull'efficienza dello scambio termico
Temperatura aria statica			X	Test sull'efficienza dei sistemi di aspirazione localizzata
Umidità aria				Monitoraggio delle condizioni di prova
Peso	Bilancia gravimetrica	X		Misura di eventuale perdita in peso dei celle litio ione nel corso di prove di elementi singoli.
Dimensioni celle	Calibro ventesimale	X		Come sopra
Armadio per custodia strumentazione				-
Cavalletti	-Generalmente acquistati con la strumentazione			

1.1 Finalità del laboratorio di caratterizzazione incendio ed esplosione di sistemi di accumulo elettrochimico.

Il Laboratorio di caratterizzazione incendio ed esplosione di sistemi di accumulo elettrochimico (Laboratorio Sicurezza) potrà consentire di effettuare le seguenti attività:

- a. *Caratterizzazione Incendio&Esplosione e termica di sistemi di accumulo elettrochimico*
 - i. **commerciali,**
 - ii. **sperimentali**
- b. *Insieme alla caratterizzazione elettrica, consentirà di effettuare verifiche delle Specifiche tecniche e di progettazione termica adeguata*
- c. *Caratterizzazione Incendio&Esplosione di altri sistemi per l'energia: materiali per il fotovoltaico, fluidi di processo per il solare termodinamico, ecc.*
- d. *Sviluppo e sperimentazione di sistemi di smaltimento del calore e di dispositivi di allarme*
- e. *Sperimentazione e sviluppo di test di sicurezza standardizzati*
- f. *Insieme all'Impianto FARO, sperimentazione di sistemi di estinzione incendi*
- g. Servizi per lo Stato (collaborazione con il CNNVF), alle imprese e come terza parte

Per quanto riguarda i SA Litio-ione, si ricorda che l'accumulo di calore, localizzato o sistemico, costituisce la principale causa di innesco di reazioni chimiche indesiderate, la principale fonte di rischio di incendio ed esplosione tipico di questi sistemi [2]. Le reazioni chimiche che avvengono durante i processi di carica e di scarica sono influenzate dalla temperatura, sia in termini termochimici che cinetici con effetti, rispettivamente, sulla sicurezza e sulle prestazioni.

In particolare:

In order to design battery pack management systems¹, the designers need to know the thermal characteristics of modules and batteries. Thermal characteristics that are needed include heat

¹ BMS

capacity of modules, temperature distribution and heat generation from modules under various charge/discharge profiles][3].²

I metodi per la determinazione di questi parametri per le celle e per le batterie sono svariati: i più sofisticati utilizzano IR Imaging³ e tecniche calorimetriche [3] (EV-ARC o DSC [4]): queste ultime necessitano di strumentazione costosa opportunamente adeguata a lavorare su oggetti di dimensioni contenute: generalmente celle 18650 e, al momento, sembra che solo l'EV-ARC (di cui si stanno acquisendo specifiche e preventivi) sia adatto a celle di dimensioni superiori. Ci sono casi in cui è stata messa a punto una apparecchiatura ad hoc [5].

1.2 Individuazione delle principali attrezzature

Le attrezzature individuate sono state selezionate sulla base delle precedenti attività di studio, la normativa tecnica e l'esame delle informazioni raccolte sui laboratori di sicurezza attivi in altre istituzioni internazionali.

1.2.1 Studi sulla sicurezza non standardizzati: dieci studi del PAR 2015

Nel corso del PAR 2015 [2] è stata effettuata anche una *review* degli approcci sperimentali alla sicurezza, evidenziando quanto siano dipendenti dalla estrazione culturale del gruppo di ricerca. Un ulteriore approfondimento riguarda le tecniche strumentali impiegate (Tabella 2):

- la maggior parte degli esperimenti non sono ripetibili
- non si utilizzano prove standardizzate
- c'è un disallineamento tra gli studi scientifici e le norme tecniche applicabili ai sistemi di accumulo.

² **Parametri termici:** Capacità termica; Calore generato; distribuzione della temperatura, inclusa la corretta individuazione dei punti di misura della temperatura.

³ Termocamera FLIR

Tabella 2. Tecniche sperimentali (Fonte: [2])

ID	Anno	Autori	Istituzione	Batterie o miscele sostanze chimiche	Tecniche sperimentali	Finalità di prova
1	2003	Spotnitz (a) e Franklin (b)	(a) Battery Design Co., Pleasanton, CA, USA; (b) Solvay Research and Technology, Bruxelles, Belgium	Celle litio ione per veicoli elettrici, 42 V. Chimica: NCO e MO	Modellizzazione unidimensionale del comportamento termico	Abuso
2	2004	P. Roth e altri	Sandia National Laboratories, Albuquerque, New Mexico 87185 and Livermore, California 94550	Sony 18650; GEN 1 e GEN 2	Thermal Block	Destructive Cell Testing
					DSC	-
					ARC	-
					Microcalorimetria	-
					GC/MS	EGA
					TGA/FTIR	EGA
					Liquid Chromatography/Mass Spectrometry (LC/MS)	Electrolyte Decomposition products
					XRD	Thermal Degradation of Cathode Materials
					Ignition test	-
3	2007	Seung-Wook Eom, Min-Kyu Kim e altri	Battery Research Group, Korea Electrotechnology Research Institute; Reliability Assessment Center, Korea Electrotechnology Research Institute; Department of Chemical Engineering, Hanyang University, Seoul	batterie Litio-ione soft pouch con tensione nominale di 3.7V e capacità di 1000 mAh: Composizione chimica non fornita		Analisi della affidabilità con modello di Weibull; analisi FMEA ; prove di abuso effettuate secondo lo standard IEC 62133 - (2002)
4	2012	P. Ribiere, S. Gruegon e altri	Laboratoire de Reactivite et Chimie des Solides, UMR CNS; Institut National de l'Environnement et des Risques (INERIS), Direction des Risques Accidentels	batterie commerciali a bustina da 2,9 Ah (11Wh) del peso di 95 g. Catodo: LiMn ₂ O ₄ . Determinata Composizione % dei componenti	Fire Calorimetry mediante "Fire Propagation Apparatus" (ASTM E2058, NFPA 287) : calorimetro di Tewarson. Equipaggiato con: Spettrografo IR a Trasformata di Fourier, Analizzatore paramagnetico, Detector a Ionizzazione di Fiamma. Glove box in presenza di Argon. Diffrazione a raggi X.	Utilizzo di tecniche di Fire Calorimetry al fine di evidenziare l'insufficienza dei test di sicurezza normati da diversi enti.
5	2014	A. W. Golubkov, D. Fuchs e altri	VIRTUAL VEHICLE Research Center, Inffeldgasse 21a, 8010 Graz, Austria; Graz Centre for Electron Microscopy; Institute of Analytical Chemistry and Food Chemistry, Graz University of Technology; Varta Micro Innovation; Institute of Chemical Engineering and Environmental Technology, Graz University of Technology	LCO/NMC, NMC, LFP. Distribuzione % componenti principali	Reattore per adiabatico per batterie 18650 sviluppato dagli autori; FIB (Focused Ion Beam), SEM-EDX, ICP-OES, GC-MS	caratterizzazione del runaway: gas evoluti, determinazione temperature critiche, calore sviluppato. Meccanismi delle reazioni indesiderate. Analisi dei gas evoluti

ID	Anno	Autori	Istituzione	Batterie o miscele sostanze chimiche	Tecniche sperimentali	Finalità di prova
6	2015	N. Ponchaut, K. Marr., F. Colella, V. Somandepalli, Q. Horn	Exponent Inc	LCO pouch cells, 7.7 Wh nominal, 2.1 Ah, 3.7 V	ARC; dispositivi di prova messi a punto dalla Exponent's laboratories; calorimetro a cono	Caratterizzazione del runaway: gas evoluti, determinazione temperature critiche; calore sviluppato. Caratterizzazione del comportamento a fuoco con calorimetro a cono. Modello di propagazione del danno all'interno di un pacco batterie
7	2015	A. W. Golubkov e altri	Kompetenzzentrum – Das Virtuelle Fahrzeug Forschungsgesellschaft GmbH, Institute of Chemical Engineering and Environmental Technology, Graz University of Technology; Institute of Analytical Chemistry and Food Chemistry, Graz University of Technology; Varta Micro Innovation GmbH	LFP, con catodo LiFePO ₄ e una NCA con catodo Lix(Ni _{0.80} Co _{0.15} Al _{0.05})O ₂ . Composizione chimica Determinata con misure e su base teorica	Reattore per adiabatico per batterie 18650 sviluppato dagli autori; FIB (Focused Ion Beam), SEM-EDX, ICP-OES, GC-MS	caratterizzazione del runaway: gas evoluti, determinazione temperature critiche, calore sviluppato. Meccanismi delle reazioni indesiderate

1.2.2 Norme tecniche e standard sulla sicurezza dei SA elettrochimico

Le tecnologie Litio-ione sono in continuo sviluppo, insieme ad altre elettrochimiche: il Laboratorio Sicurezza si occuperà di effettuare test su sistemi già in commercio che su quelli in via di sviluppo favorendo, in questo caso, l'introduzione sul mercato di tecnologie più sicure, per tutti gli usi finali previsti: dall'elettronica di consumo, all'elettromobilità all'Accumulo stazionario.

La necessità di effettuare prove sperimentali per verificare la sicurezza dei sistemi di accumulo è enfatizzata anche dall'Unione Europea [6], ad esempio, quando tratta di mobilità sostenibile, anche al fine dello sviluppo di norme tecniche.

In particolare, si cita testualmente:

Battery safety constitutes one of the most relevant factors for consumer confidence in and widespread adoption of e-mobility in our society. Safety is and will remain a key aspect of e-mobility and two aspects go hand in hand in its assessment, namely the intrinsic characteristics of the battery and its foreseen application. Standards and regulations require testing in abusive conditions to evaluate the safety performance of batteries at different levels - from cell, module to pack level and often set minimum requirements to ensure safe use of large size battery packs for EV application.

Abuse tests, classified in electrical, thermal and mechanical types, can lead to various potential hazards, such as chemical (e.g. electrolyte spillage, gas emissions), electrical (e.g. electrocution, arcing), thermal runaway propagation, fire or explosion or a combination thereof.

The various risks associated with a battery depend highly on its cell constituents. Tests to ascertain safety are needed, not only at cell level, but at different levels, including the complete system, with risks assessed (e.g. Failure Mode and Effect Analysis (FMEA)) at each level of integration: cell, module, system software (e.g. Battery Management System (BMS)), vehicle, etc.

Nel Report citato, vengono individuate tra le aree per future attività di ricerca, le seguenti:

- **Assessment of safety implications of new chemistries** (e.g. Li-metal anode) and of new system designs / protection mechanisms.
- **Understanding of ageing path dependency and relationship between ageing status and battery safety at end-of-life (EOL)** (e.g. relevant for second use applications).
- **Study of failure mechanisms at different levels (cell, module, pack).**
- **Evaluation of Accelerated Rate Calorimeter (ARC) testing for inclusion in standards.**
- **Development of protocols** for post-mortem analyses.
- **Currently, fuel cells and supercapacitors⁴ are not included in the scope of the battery directive, with resulting concerns for the environment.**

Mentre, nel settore normative sono necessari i seguenti sviluppi:

- **Fitness-for-purpose of safety test procedures.** Safety-related test protocols in standards need to represent realistic abuse scenarios, from material level testing up to vehicle level testing. A classic example that raises concerns is the nail penetration test required in various standards, which tries to emulate, unsuccessfully, an internal short circuit.
- **Repeatability and reproducibility of safety test results** need to be ensured by the test procedure description. However, this is not the case in many situations (e.g. the nail

⁴ I super condensatori hanno una composizione chimica: contengono carbone, solventi organici infiammabili (acetoneitrile), sostanze chimiche che contengono Li ione. In effetti, le prove di sicurezza possono includere anche questa tipologia di sistemi di accumulo <http://www.uttei.enea.it/veicoli-a-basso-impatto-ambientale/file-veicoli-basso-impatto-ambientale/il-supercondensatore>. https://www.yuden.co.jp/ut/solutions/lithium_ion/property/

(penetration test is an example where the standards' description does not ensure repeatability).

- *Harmonised classification of tests as reliability tests or as abuse tests.*
- *Guidance on the classification of the status of a battery (e.g. damaged/defective, showing risk of thermal runaway), composition (e.g. presence of flammable electrolyte or not) and selection of correct transport containers and packaging methods to avoid safety risk. Currently a standard for labelling is under development (IEC 62902 [30]) but it does not offer a satisfactory solution to the matter according to the experts in the workshop.*

1.3 I Laboratori di Sicurezza di istituzioni internazionali: gli esempi del NREL e dell' INERIS

Tra i Laboratori che sono stati esaminati, si citano i seguenti in quanto ci hanno consentito di assumere alcune informazioni fondamentali per la progettazione preliminare.

1.3.1 NREL Battery Thermal and Life Test Facility

Il *National Renewable Energy Laboratory* (NREL), con sede a Golden, Colorado (USA), è il laboratorio del Dipartimento dell'Energia (DOE) Americano – Ufficio dell'Efficienza Energetica e delle Energie Rinnovabili, ed è gestito dalla *Alliance for Sustainable Energy - LLC*⁵, una partnership tra l'Istituto Battelle e MRIGlobal. È stato istituito il 16 settembre 1991 dal Presidente George Bush, ma la sua nascita risale effettivamente a più di due decadi precedenti (1971). Dal 2002 ad oggi, i finanziamenti per anno fiscale sono aumentati gradualmente da 215,8 M\$ a 458,0 M\$.

La realizzazione dei laboratori per *Battery Thermal and Life Test* ha ricevuto nel 2010 2M\$ e ha visto il coinvolgimento di numerosi partner privati: AeroVironment, Arbin, Bitrode, Cincinnati Sub Zero e produttori di strumentazione per prove calorimetriche e di incendio, quali: Netzs⁶, Thermal Hazard Technologies⁷, ThermTest⁸.

Le fasi del progetto esecutivo consentono di evidenziare le attrezzature che sono state implementate (Tabella 3):

Tabella 3. Esempio di Piano di realizzazione

Month-Year	Milestone	Status
June 2010	Progress Report on the Acquisition of Equipment and Facility Modifications – for ARRA funded Battery Thermal and Life Test Facility	Completed
December 2010	<ul style="list-style-type: none"> • Acquire Battery Cyclers • Acquire and Install Environmental Chambers • Acquire and Install Small Cell Calorimeter • Power Point Progress Report 	Completed
June 2011	<ul style="list-style-type: none"> • Complete Facility Modifications • Install and Calibrate All Battery Cyclers • Acquire, Install and Calibrate All Thermal Conductivity Meters • Power Point Progress Report 	On Track
December 2011	<ul style="list-style-type: none"> • Complete Install, Shake-Down, and Calibration of All Equipment 	On Track
June 2012	<ul style="list-style-type: none"> • Final Report 	On Track

La dotazione del Laboratorio del NREL è riassunta nella Tabella 4:

⁵ <http://www.allianceforsustainableenergy.org/>

⁶ <https://www.netzsch.com/it/>

⁷ <http://www.thermalhazardtechnology.com/>

⁸ <https://thermttest.com/>

Tabella 4. Principali attrezzi Laboratorio Sicurezza del NREL

	Attrezzature NREL	Note	Commenti
	Ciclatori: 100 canali		
	Camere climatiche: 5		
	Calorimetro per prove su celle di piccole dimensioni: 2. Isothermal IBC-001 e IBC-002	Range temperatura: -20 °C ÷ 80 °C Dimensioni della camera di test: 35,5 mm x 34,5 mm x 61,5 mm	Adatto per celle sperimentali o celle a bottone. Non adatto alle 18650.
	Thin Film Thermal Conductivity Meter: 1. Netzsch		<i>Developing a test procedure for accurately measuring the thermal conductivity of battery materials – thin films.</i>
	Glow box UNILAB doppia con purificatore gas, sensore di Ossigeno e umidità (< 5 ppm)	Apertura delle celle in sicurezza per comprendere il meccanismo di guasto	
	Bulk Thermal Conductivity Meter: ThermTest ⁹ TPS 500	T Range: -100°C to 200°C Sample Size (ϕ): 13mm to unlimited Sample Thickness: 3mm to unlimited Sample Types: Solid, Liquid, Powder, Paste	<i>Developing a test procedure for accurately measuring the thermal conductivity of battery materials – bulk materials.</i>

Le fasi di realizzazione del progetto sono state le seguenti:

1. *Identify equipment manufacturers ed effettuare approvvigionamento*
2. *Identify existing space and acquire new laboratory equipment.*
3. *Perform an ES&H review on the new space to ensure a safe working environment.*

⁹ <https://thermttest.com/distributors#filter=.Europe>

4. Identify necessary utility modifications—electrical, HVAC, chilled water, communication, and safety improvements.
5. Complete RFPs for modifications and send out for bid.
6. Evaluate bids and award contracts.
7. Complete facility/utility modifications.

In Figura 1 è mostrato il sommario del piano di finanziamento.

Financials: ARRA Battery Upgrade Financial Summary					
Description	Purpose	Estimated Cost	Cost to Date	Estimated Total Cost	
Module Battery Cycler	Thermal and life cycle testing of cells	\$490,977	\$ 486,850.00	\$ 486,850.00	
Pack Battery Cycler	Thermal and life cycle testing of cells	\$159,553	\$ 158,360.00	\$ 158,360.00	
Cell Battery Cycler	Thermal and life cycle testing of cells	\$54,548	\$ 51,360.00	\$ 51,360.00	
Custom Cell Calorimeter	Evaluates heat generation and efficiency of cells	\$201,933	\$ 30,000.00	\$ 201,933.00	
Small Cell Calorimeter	Evaluates heat generation and efficiency of cells	\$105,057	\$ 49,950.00	\$ 49,950.00	
Module Environmental Chamber - 32 ft ³	Controls temperature of cells under test	\$115,390	\$ 113,420.00	\$ 113,420.00	
Pack Environmental Chamber - 64 ft ³	Controls temperature of cells under test	\$46,156	\$ 41,195.00	\$ 41,195.00	
Thermal Conductivity - Bulk Materials	Measure thermal conductivity of materials	\$57,695	\$ 20,000.00	\$ 20,000.00	
Xenon Flash Thermal Conductivity Instrument - Thin Films	Measure thermal conductivity thin films	\$70,808	\$ 79,173.00	\$ 79,173.00	
Thermal management in the loop testing apparatus	thermal management in the loop testing apparatus	\$125,880	\$ 9,800.00	\$ 125,800.00	
Battery Internal Evaluation	Disassemble batteries to understand failure mechanisms in cells.	\$62,940	\$ 38,520.00	\$ 62,940.00	
Additional Equipment - Due to Cost Overrun - Isothermal Baths, Dilatometer, Scales, etc...	Controls temperature of cells under test		\$ -	\$ 75,000.00	
Miscellaneous - Connectors, Materials, etc.	-	\$26,225	\$ 21,500.00	\$ 26,225.00	
Laboratory Modifications		\$150,000	\$ 151,000.00	\$ 176,450.00	
Labor		\$332,839	\$ 158,460.00	\$331,344	
Total		\$2,000,000	1,409,588	\$2,000,000	
	POs Completed	Evaluating Technologies	On-Going	Long Term	

NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY

26

Figura 1. Sintesi del piano di finanziamento

1.4 Il laboratorio STEEVE sécurité (INERIS)¹⁰

Established by the French Government in 1990 as the National competence centre for Industrial Safety and Environmental Protection, INERIS¹¹ has developed expertise in the areas of chronic and hazardous risks.

Le attrezzature¹²:

- Cellules d'essais environnementaux : température, dépression, vibrations
- Cellules d'essais destructifs: immersion, surcharge, sur-décharge, courtcircuit, chauffage adiabatique, choc dynamique, déformations mécaniques, percement au clou, feu
- Moyens d'analyse et expérimentaux performants : – Tension, courant, température, accélération, ... – Analyse qualitative et quantitative des gaz émis, – Observation visuelle (caméra rapide, thermique), – Calorimètre FPA (Fire Propagation Apparatus), pour

¹⁰ <http://www.ineris.fr/prestations/solutions/plateforme-essais-steeve-securite>

¹¹ <http://www.ineris.fr/en/about-ineris/who-are-we/Presentation>

¹² <http://www.ineris.fr/centredoc/pdf-steeve-20sept2016-1476099960.pdf>

réaliser des essais à petite échelle, – Installations expérimentales (galerie incendie) pour une extrapolation à l'échelle 1 (ex : sur un véhicule électrique ou hybride).

2 Funzionalità del Laboratorio Sicurezza

Il Laboratorio Sicurezza dei Sistemi di accumulo è finalizzato alla esecuzione di test di abuso elettrico e termico e delle loro conseguenze sull'ambiente esterno, in termini di caratterizzazione della quantità di energia e di materia che possono essere sviluppate, con particolare interesse verso la prevenzione dei rischi per i lavoratori e gli utilizzatori finali e la gestione delle emergenze durante l'impiego nell'accumulo stazionario e in quello della mobilità. La messa a punto di prove standardizzate, anche attraverso la sperimentazione di quanto presente nella Normativa tecnica internazionale, è di fondamentale interesse ai fini dei possibili servizi che possono essere erogati all'esterno dell'ENEA.

L'abuso meccanico potrà essere preso in considerazione parallelamente attraverso uno studio specifico che si appoggi sui test di caratterizzazione meccanica dei materiali, applicabili a questo settore specifico.

In particolare, tenendo conto delle strutture ENEA già disponibili, si intende procedere come descritto si prevede di poter procedere secondo il seguente piano di prova (Tabella 5):

Tabella 5. Test da effettuare nel Laboratorio Sicurezza

PROVE NON DISTRUTTIVE	Dimensioni fisiche	Misure di peso e di dimensioni lineari
	RX	Imaging
	Caratterizzazione elettrica	<ul style="list-style-type: none"> - Cycling per verifica caratteristiche elettriche - Cicli standard di precondizionamento - Carica al SOC desiderato
CARATTERIZZAZIONE CHIMICO-FISICA DELLA Unità ELEMENTARE	Apertura batterie	
	Prelievo unità elementare	
	Prelievo del BMS	Analisi delle funzioni
	Parametri termici della cella	
	Apertura cella e campionamento ex ante: analisi chimica	Glow Box
PROVE DISTRUTTIVE (Prove di abuso)	Sulle celle	Abuso elettrico Test ambientali Agenti chimici
	Su batterie con e senza BMS	
ANALISI CHIMICHE	Caratterizzazione chimica dei residui di prove distruttive	Campionamento e invio ad altro Laboratorio
	Analisi dei gas evoluti durante le prove distruttive	Campionamento e invio ad altro Laboratorio
AGENTI FISICI con impatto sui lavoratori esposti	CEM, Rumore, Infrasuoni e Ultrasuoni	

E' possibile programmare l'acquisizione di un GC-MS e di un ICP- Massa per completare il laboratorio con una sezione dedicata di analisi chimiche, con una ovvia ripercussione sulle Risorse Umane necessarie.

Quando si tratta di prove di abuso, intendiamo focalizzarci sui seguenti test:

- Abuso elettrico:
 - Corto circuito esterno
 - Corto circuito interno
 - Sovracarica e sottoscarica
- Test ambientali:
 - Stabilità termica
 - Shock termico

- Surriscaldamento
- Incendio
- Agenti chimici:
 - Sostanze emesse
 - Infiammabilità

A seguire, la descrizione, in inglese [6], delle prove di abuso cui si è maggiormente interessati.

2.1 Abuso elettrico

2.1.1 Cortocircuito esterno

The purpose of this test is to evaluate the safety performance of a DUT when applying an external short circuit. The test can evaluate the activation of the overcurrent protection device or the ability of cells to withstand the current without reaching a hazardous situation (e.g. thermal runaway, explosion, fire). The main risk factors are heat generation at cell level (thermal runaway [109]) and arcing which may damage circuitry or may lead to reduced isolation resistance.

2.1.2 Cortocircuito interno

The occurrence of internal short circuits, one of the main concerns for battery manufacturers, potentially leads to venting, thermal runaway, along with sparking which can ignite the electrolyte vapours escaping from the cell. The generation of these internal shorts can be triggered by manufacturing imperfections, presence of impurities in the cells, dendritic growth of lithium etc. and leads to most of in-field safety incidents. Multiple internal short circuits scenarios are possible (e.g. electrical contact of cathode/ anode, aluminium current collector/copper current collector, aluminium current collector/anode) each with a different contact resistance.

2.1.3 Sovraccarica/sottoscarica

In order to evaluate the functionality of the overcharge/overdischarge protection system, the battery is charged or discharged beyond the limits recommended by the manufacturer, situations that could occur due to a charger failure, for example.

2.2 Test ambientali

Con la locuzione “test ambientali”, si accoglie la classificazione utilizzata da Ruiz (2017):

Environmental testing aims at evaluating the safety performance of a system under conditions of temperature change, such as an accident scenario involving fire, or extreme weather exposure in certain geographic areas. [...] the most common environmental tests, thermal stability, thermal shock, overheat and extreme cold temperature and fire tests are described.

2.2.1 Stabilità termica

This test evaluates the stability of a battery at an elevated temperature to identify the temperature where thermal runaway begins.

O, comunque, esplorare il comportamento di una batteria all'interno del campo di funzionamento definite dal costruttore (veridicità delle dichiarazioni) e al di fuori, fino a determinare la temperatura di innesco dello *swallowing* (rigonfiamento irreversibile), del *venting* (emissione di vapori e gas attraverso il dispositivo di venting, caratterizzazione del dispositivo) e del *runaway*(con rottura catastrofica della batteria, esplosione e sviluppo di gas/incendio).

2.2.2 Shock termico

This test is designed to evaluate changes in the integrity of the DUT¹³ arising from expansion and contraction of cell components upon exposure to extreme and sudden changes in temperature

¹³ DUT: Device under test

(e.g. the vehicle is entering or exiting a heated garage, during transport [63]) and potential consequences of such changes. During a thermal shock the DUT is exposed to two temperature limits and held at each temperature limit for a specified period of time.

2.2.3 **Surriscaldamento**

The overheat test, also referred to as rapid charge/discharge, cycling without thermal management, single point thermal control system failure, over-temperature protection test, aims at evaluating the effect of temperature control failure or failure of other protection features against internal overheating during operation.

2.2.4 **Incendio**

The objective of the fire test is to expose a battery or a vehicle to a fire and assess the risk of explosion. The source of the fire can be spilled fuel either from the vehicle itself or a nearby vehicle. This test it is often termed Fuel fire test but can be also called: Radiant heat, Projectile fire, External fire simulation, Exposure to simulated vehicle fire, High temperature hazard or Fire resistance test.

i) Radiant-heat test: the battery ... is placed inside a cylindrical metallic fixture, which is externally heated by means of radiant heat (e.g. quartz lamps, tube furnace and conveyor mechanism). A temperature of 890 °C shall be reached in less than 90 s and held for 10 min. Hazardous substance monitoring (e.g. EPA Methods TO-15 and TO-17) is performed by sampling of combustion products to determine the possible presence of hazardous gas species released during the test.

ii) Projectile test: in this case the DUT, exposed to a uniform fire, is surrounded by a steel wire mesh screen in a way that no part of an exploding cell or battery can penetrate through the mesh (e.g. 0.25 mm diameter wire and grid density of 6–7 wires cm⁻¹).

2.3 **Agenti chimici**

It is of importance to identify and quantify substances being released from the battery during tests representing misuse and abuse events and to ensure that the amounts released are not hazardous to vehicle occupants and first aid responders. Within this context, the development of warning sensors for passengers, first aid responders and rescue workers has been advised. For example, fire brigades include in their guidelines advice related to the chemical risks of batteries for EVs and HEVs (i.e. gas and liquid releases) such as: use of full PPE (personal protective equipment), avoid standing close to hot battery remnants and avoid inhaling the fumes under any circumstances [7, 8, 9].

2.3.1 **Emissions related tests**

Some standards [10,11,12,13,14] require hazardous substances measurements (e.g. gas, smoke, flames, and particulates) and for this analytical techniques or gas sensors are recommended.

When manufacturers indicate the possibility that toxic gases can be released during abusive conditions, gas monitoring is needed during the tests by utilizing one of the following techniques (or equivalent) as described in UL 2580:2013 and SAE J2464:2009:

ASTM (the American Society for Testing and Materials) D4490:
standard practice for measuring concentrations of toxic gases of
vapours using detector tubes .

ASTM D4599: standard practice for measuring concentrations of toxic
gases of vapours using length-of-stain dosimeters.

OSHA: Evaluation guidelines for air sampling methods utilizing
spectroscopic analysis .

NIOSH (The National Institute for Occupational Safety and Health):

Manual for analytical methods .

EPA Methods TO-15 for the determination of VOC's (volatile organic compounds) in air analysed by Gas Chromatography and Mass spectrometry.

EPA Methods TO-17 for the determination of VOC's in air using active sampling onto sorbent tubes.

More sophisticated devices for gas detection of evaporated compounds can be Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR) and mobile detection systems (e.g. detection of O₂, CO, H₂, C₂H₄O, HF and of toxic VOC's as used by German fire brigades [15]).

2.3.2 Flammability tests

In abusive conditions, it is possible that LIBs emit flammable gases (e.g. methane, ethane, hydrogen, carbon monoxide). SAE J2929:2013, for example, highlights this hazard and recommends that consideration should be given to preventing the build-up of flammable gases that could get in contact with vehicle ignition sources (e.g. sparks from a short circuit, fire in the vicinity). Determination of the flammability of any substance (e.g. liquid, solid materials) emitted from the battery is mandatory in many standards [61,63,65,66,72].

One method is to incorporate one or several spark ignition source(s) in the testing area, located close to the DUT. Alternatively, gas monitors can also be used, as mentioned in UL 2580:2013. On the contrary, some other standards do not give indications on how to assess this property, e.g. UN/ECE-R100.02:2013.

i) Radiant-heat test: the battery (e.g. ≥ 80% SOC , 100% SOC) is placed inside a cylindrical metallic fixture, which is externally heated by means of radiant heat (e.g. quartz lamps, tube furnace and conveyor mechanism). A temperature of 890 °C shall be reached in less than 90 s and held for 10 min. Hazardous substance monitoring (e.g. EPA Methods TO-15 and TO-17) is performed by sampling of combustion products to determine the possible presence of hazardous gas species released during the test

ii) Projectile test: in this case the DUT, exposed to a uniform fire, is surrounded by a steel wire mesh screen in a way that no part of an exploding cell or battery can penetrate through the mesh (e.g. 0.25 mm diameter wire and grid density of 6–7 wires cm⁻¹).

3 Strumentazione di base: descrizione e costing

Il laboratorio prevede la acquisizione della strumentazione elencata in Tabella 6 e degli accessori necessari. Per le attrezzature descritte di seguito sono stati acquisiti i preventivi: da questi si presentano solo informazioni rappresentative.

Segue la descrizione delle attrezzature principali.

3.1 EV+ Accelerating Rate Calorimeter System

Il Calorimetro EV+ è un calorimetro adiabatico la cui camera di prova (bomba calorimetrica) è stata adattata dal produttore alle dimensione di celle Litio-ione o piccole batterie. Il produttore è l'unico nel mondo ed è fornitore di aziende di rilievo internazionale, con le quali ha sperimentato e messo a punto il sistema venduto sul mercato.

3.2 Calorimetro a Cono

Il calorimetro a cono è il principale strumento usato per la valutazione del comportamento alla fiamma di un materiale. Esso è in grado di fornire la misura diretta dei seguenti parametri:

- velocità di rilascio del calore (HRR, Heat Release Rate),
- tempo di ignizione (Time To Ignition),
- flusso critico di ignizione (Critical Ignition Flux),
- velocità di perdita di massa (Mass Loss Rates), velocità di rilascio del fumo (Smoke Release Rates),
- calore di combustione effettivo (Effective Heat Of Combustion),
- velocità di rilascio di gas tossici (Toxic Gas Release Rates)

L'aggiunta di un analizzatore FTIR, come nel caso dello strumento da noi identificato, consente di effettuare l'analisi chimica dei gas emessi nel corso della combustione

Lo strumento è stato sviluppato tra il 1970 e il 1980, la sua realizzazione è standardizzata e sono stati sviluppati standard per le misure effettuate su determinati materiali (ASTM). Ecco una breve storia¹⁴ dello strumento, che include gli standard ad esso applicabili:

During the late 1970s and early 1980s the importance of a reliable bench-scale engineering tool for measuring heat release rate was being realized. A number of such devices had already been built, both at NIST (then, NBS) and at other institutions. None was felt to be appropriate for normal engineering laboratory use. The problems were two-fold: errors of measurement, and difficulty of operation. Insulated box (sensible enthalpy) types of designs were demonstrated to show large systematic errors. Instruments built on other measurement principles, such as substitution burner, were capable of good accuracy but were very complex and difficult to install and maintain. This indicated that an instrument of a new design was needed. At the same time, the oxygen consumption principle [1] was beginning to be known. It shortly became evident that the successful bench-scale HRR apparatus would be based on using this measurement principle. Several years of exploratory research on various instrument designs were conducted. The successful design was termed the Cone Calorimeter and was first described in an NBS report in 1982.

The basic principle of the Cone Calorimeter has been unchanged to this day. Numerous improvements and additions were made, however, to the point that a current-day apparatus contains few parts identical to the ones on the apparatus of 1982. The most major change was the introduction of systems for measuring smoke optically and soot yield gravimetrically; these were described in 1987. Most of the other changes involved not changes in function but, rather, parts redesigned for ease of use or reliability of operation.

The design of the Cone Calorimeter, as finalized, was considered a pivotal engineering invention—it was awarded the "R&D 100 Award" in 1988. It was the first-ever fire testing apparatus to be recognized by the award to NIST of the most prestigious American award for technology innovation.

The first Cone Calorimeter built outside NIST was constructed at BRI in Japan in 1985, followed by one at the University of Gent in 1986; later in that same year 3 commercial units were built and sold in the United States.

Close to 20 countries possess at least one Cone Calorimeter by now. There is currently one active manufacturer of Cone Calorimeters: Fire Testing Technology Ltd. In the past, Atlas Electric, Dark Star Research, University of Ghent, and PL Thermal Sciences produced some units.

Subsequent to its standardization, instrumentation developments on the Cone Calorimeter have focused on some advanced research needs. These included extensive gas measurement facilities and controlled atmosphere Calorimeters. Because the burning environment of the Cone Calorimeter is considered to be a good representation of the majority of actual fire conditions, chemical sampling is often done as a supplement to the standard test procedures. Some gases

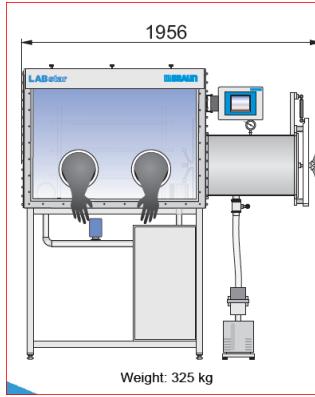
¹⁴ <http://www.doctorfire.com/cone.html>

(CO, CO₂, H₂O, total unburned hydrocarbons) can readily be monitored with dedicated real-time gas analyzers. Other gases (HCN, HCl, HBr, SO₂, NO_x, TDI) can be batch sampled, then analyzed by ion chromatography. Alternatively, Fourier Transform InfraRed (FTIR) spectrometers have been explored for real-time analysis of numerous gas species simultaneously.

Another research development has been the construction of controlled-atmospheres Cone Calorimeters. The interests here are three-fold: (1) the ability to conduct tests at lowered oxygen levels, or in pure nitrogen, can provide significant additional insights for the polymer development chemist. (2) In some aerospace applications, atmospheres with oxygen concentrations > 21% are used; materials flammability should then be studied under those actual, more hazardous, conditions. (3) During various phases of a fire, some combustion takes place in vitiated air streams. Such burning behavior can be quantitated with a controlled-atmospheres Cone Calorimeter. Instruments capable of controlled-atmospheres work have been placed into service at NIST, NASA, Dow Chemical and other laboratories.

In the US, some more specialized standards based on the Cone Calorimeter have also recently been issued. Both ASTM [16] and the National Fire Protection Association (NFPA)[17] have issued standards dealing with the use of the Cone Calorimeter for testing furniture items. The US Department of Defense published a standard for composite materials requiring the use of Cone Calorimeter testing. NASA issued a standard based on the use of the controlled-atmospheres Cone Calorimeter for testing materials for space vehicles. In Canada, building code requirements for non-combustibility are slated to be revised, with the Cone Calorimeter being used for testing in that application. Similarly, US building codes are also starting to issue product approvals based on such testing, although so far only on a case-by-case basis.

Tabella 6. Principali attrezzi Laboratorio Sicurezza

Immagine	Attrezzature	Utilizzo	Specifiche	Costo preventivo (€) IVA INCLUSA	Risorse umane dedicate
	Glow box LABSTAR MBRAUN PRIORITA' 1	Disassemblaggio, campionamenti	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 1200 x 780 x 1950 mm ▪ sistema di purificazione del gas utilizzato (Azoto, Argon, Helio) a ciclo chiuso ▪ Residuo e Umidità Relativa residua < a 1ppm ▪ Sensore di misura per Moisture e per Ossigeno ▪ Funzione "ECO Mode" per glove box ▪ Funzione software "ECO Mode" 	34.879,80 (preventivo settembre 2016), inclusa Installazione, collaudo e training	
	EV+ Accelerating Rate Calorimeter System, THT (adatto per celle EiGC020 o piccole batterie): <ul style="list-style-type: none"> • EV+ Calorimeter Assembly • Standard Calorimeter Assembly • Single Sampling System • Nail Penetration & Crush Option • Gas/Vapour transfer release at a specified temperature through an automatically operated ball valve into collection cylinder (volume 3.8 litres) • MultipointTM Option (8 Thermocouple) PRIORITA' 1	Calorimetria adiabatica su sostanze e batterie; <ul style="list-style-type: none"> ▪ Determinazione temperatura inizio runaway; ▪ misura del calore specifico in condizioni di normale funzionamento. ▪ Test di abuso termico e meccanico (nail penetration e crush test); ▪ test di abuso elettrico in condizioni adiabatiche e monitoraggio dei parametri termici; raccolta quantitativa della fase gassosa sviluppata nel corso della prova. 	<p>2 celle calorimetriche:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 1 standard - 1 diametro 40 cm, h 44 cm; con varie opzioni disponibili <ul style="list-style-type: none"> ▪ Temperature range 0-300°C ▪ Sealed lid designed for integral gas collection ▪ Automatic electronic safe lid lift ▪ Sealed lid pressure limits 0 to 1 bar over pressure ▪ Integrated video monitor ▪ Integrated Inert gas purging facility ▪ Integrated Battery Cable Connectors ▪ Pneumatic or Control Speed Nail Penetration Crush option 	A partire da €250,000.00 (con le opzioni in colonna 2) (preventivo acquisito settembre 2016) Incluso trasporto, installazione, collaudo e formazione specifica) Disponibile anche nella versione con ciclatore asservito (opzione da valutare).	1 specialista calorimetria (Laureato in chimica, chimica industriale o fisica) + 1 perito industriale

	<p>Calorimetro iCone plus con analizzatore FTIR in linea.</p> <ul style="list-style-type: none"> - one iCone Plus - one Controlled Atmosphere Attachment - one Mass Loss Calorimeter - one FTIR Toxicity Test System <p>An open contract for two or three years to buy consuming materials</p> <p>Technical formation on site for two people to learn how to use iCone and the other apparatus</p> <p>Technical assistance for normal manutention and in the case of problems to the apparatus.</p> <p>PRIORITA' 2</p>	<p>Calorimetria del fuoco: caratterizzazione dell'energia associata ad incendio (temperatura massima, velocità propagazione, pressione esplosione) e analisi qualquantitativa in linea dei gas/vapori sviluppati mediante FTIR.</p>	<p>Portacampioni standard : 15x15x15 cm³ (adatta per 18650 e piccole celle sperimentali)</p> <p>(Su commissione è possibile sviluppare una camera di prova per celle commerciali di dimensioni maggiori)</p>	<p>Circa €478.789</p>	<p>1 specialista calorimetria del fuoco (Laureato in chimica, fisica o ingegneria antincendi o sicurezza)</p>
	<p>Single burner item (SBI), FTT Da studiarne eventuali modifiche per adattarlo alle nostre esigenze di prova.</p> <p>PRIORITA' 3</p>	<p>Implementazione impianto FARO: prove di incendio ed esplosione di Sistemi di accumulo con prelievo quantitativo dei gas evoluti e raccolta quantitativa delle fasi solide e liquide, anche ai fini della corretta gestione dei rifiuti e dell'impatto ambientale.</p>		<p>Circa €221.000 + contratto di manutenzione e direzione lavori con costi giornalieri pro/capite di 2500 € IVA inclusa</p>	<p>2 unità di personale dedicate con formazione antincendio (SPI CR Casaccia): 1 tecnico + 1 ingegnere</p>
	<p>GC-MS</p> <p>PRIORITA' 1</p>	<p>Analisi chimiche fase gassosa proveniente da Calorimetro EV+ e da Camera climatica per prove di abuso</p>		<p>DA QUOTARE</p>	<p>1 laureato in chimica + 1 perito industriale</p>
	<p>ICP- Massa</p> <p>PRIORITA' 3</p>	<p>Analisi chimiche ex ante delle celle e ex post di residui combustione</p>		<p>DA QUOTARE</p>	

3.2.1 Il Calorimetro a cono "iCone"

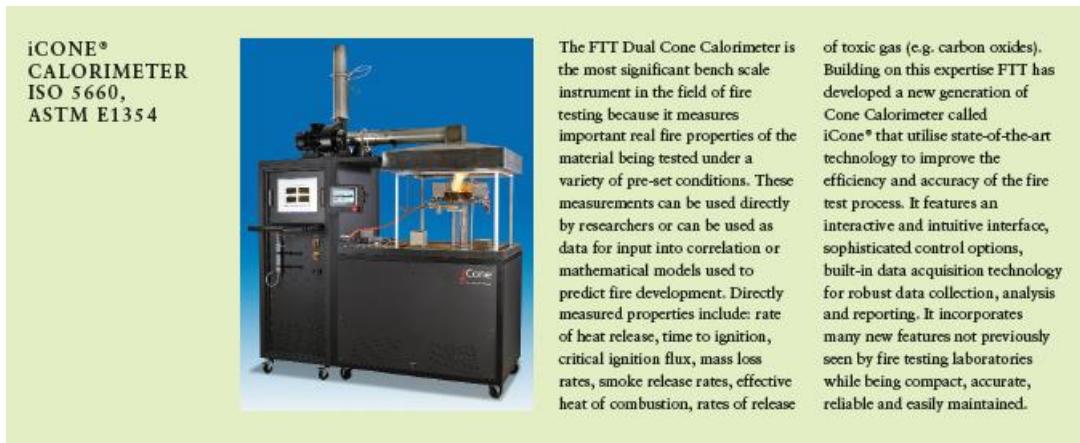


Figura 2. Calorimetro iCone prodotto da FTT

(Informazioni dal fornitore: e-mail 13.10.2015)

The basis of the development of the **Dual Cone Calorimeter** is that all modern heat release measurements use oxygen depletion calorimetry. The analysis and instrumentation used for quantitative oxygen, carbon monoxide and carbon dioxide measurements in both large and small calorimetry have the same specification. Thus a single set of instrumentation can be used for both tests.

By housing the common gas analysis instrumentation, higher capacity pumps and gas handling filtration required for **Large Scale Calorimeters** (e.g. ISO 9705, Furniture Calorimeters, Cable Propagation Rigs, SBI Apparatus) into a separate rack from the main Cone Calorimeter housing FTT has developed the Dual

Cone Calorimeter. The instrumentation can then conveniently be used both for Cone and Large Scale Calorimeters. When used with the Cone Calorimeter, the analysis rack is elegantly located with the Cone Calorimeter unit. When instrumentation is required for the Large Scale Calorimeter this section is quickly de-coupled from the Cone frame and transferred, on the factory-fitted castors, to the new location for equally quick connection to power and sampling lines of the larger calorimeter.

The FTT Dual Cone Calorimeter meets all National and International Standards.

We have recently launched the new **iCone**. This instrument is fully automatic and interactive. It still possesses all the advantages of a conventional Cone Calorimeter but also features an interactive and intuitive interface, sophisticated and flexible control options, and built-in data acquisition technology for robust data collection and reporting with the user-friendly, menu driven ConeCalc software. It has been designed using our decades of experience in calorimetry and incorporates many new features not seen by fire testing laboratories up until now (all of which are described in the attached document – FTT iCone Brochure v1.pdf) while being compact, accurate, reliable and easily maintained.

3.3 Single Burning item

Il Single Burning Item (SBI)¹⁵ Test, è un metodo per determinare la reazione e il comportamento al fuoco **dei prodotti da costruzione** (pavimenti esclusi) quando sono esposti ad un attacco termico da un'unica fonte di calore (riprodotta da un contenitore di ghiaia attraverso il quale brucia una cannula al propano). Il campione è montato su un carrello posizionato in una sorta di cammino, sovrastato da una cappa di aspirazione per i fumi. La reazione del campione al calore è monitorata strumentalmente e visivamente. Il tasso di calore e fumo rilasciati sono misurati strumentalmente.

Molti dei prodotti da costruzione venduti in Europa saranno presto testati e **classificati** utilizzando un nuovo metodo di Test chiamato Single Burning Item (SBI) secondo la norma UNI EN 13823. La Direttiva Prodotti da Costruzione della Commissione Europea richiederà che tutti gli stati Membri utilizzino questa tecnica in sostituzione dei metodi locali normalmente impiegati per testare la reazione al fuoco dei materiali. La commissione ha recentemente definito i criteri per classificare i prodotti nelle classi A-F. Si veda in merito la tabella riportata successivamente. Anche se altri metodi di analisi sono richiesti, la prova SBI è necessaria per classificare tutti i prodotti (**escluse pavimentazioni**) nelle classi A2, B, C e D, le quali costituiscono le principali classi costituenti la maggior parte dei prodotti che non siano classificati come non combustibili. (Figura 3)

Si prevede di modificare l'apparato, insieme al produttore, per poter condurre in sicurezza prove di esposizione a fiamma di sistemi di accumulo di dimensioni superiori ad 1kg e fino a 25 kg.

Com'è usata la prova SBI per caratterizzare i materiali?			
Class	Criteria for compliance	Other classification	Other Test Method(s)
A2	FIGRA \leq 120W/s; and LFS < edge of specimen; and THR _{600s} \leq 7.5MJ	Smoke production Flaming droplets / particles	EN ISO 1182 or EN ISO 1716
B	FIGRA \leq 120W/s; and LFS < edge of specimen; and THR _{600s} \leq 7.5MJ	Smoke production Flaming droplets / particles	EN ISO 11925-2
C	FIGRA \leq 250W/s; and LFS < edge of specimen; and THR _{600s} \leq 15MJ	Smoke production Flaming droplets / particles	EN ISO 11925-2
D	FIGRA \leq 750W/s		EN ISO 11925-2

Figura 3. Utilizzo normale del SBI

(Informazioni dal fornitore: e-mail 11.11.2016) (Figura 4)

For many years the UK have tested building products using test methods described in BS 476 series of tests. There are many tests both for reaction to fire and fire resistance. These tests are now all being abandoned in the UK because we are changing to have the same new tests and regulations as all other EC member countries. The same abandonment of National tests is happening in the other EC countries where they are all (i.e. Germany, France, Italy, Spain etc) legally required to change their tests and regulations. This situation is described in the attached note "Special Report CPD pdf". FTT make all the equipment that is needed for this.

The SBI is the principle test method used for combustible construction products.

¹⁵ <http://antincendio-italia.it/single-burning-item-test-reazione-al-fuoco-dei-materiali/>

FTT have supplied several SBI units to National Testing Laboratories and Industrial groups. These include France (CSTB and Elf-altochem); Sweden (SP); Estonia (Estonian Rescue Board); Norway (SINTEF); and Poland (BRI). The Estonian Rescue Board bought the SBI in modules starting with the Gas Analysis Instrumentation. If you would like to visit or contact any of these clients we can give you contact details.

We are also pleased to assist in the design and layout of your laboratory as well as supplying the equipment.



Figura 4. Single Burning Item prodotto da FTT

3.3.1 Preparazione della Test room e installazione

Per l'installazione, il produttore consiglia un team costituito da:

- 2 Mechanical Fitters (Client)
- 1 Electrical Fitter (Client)
- 1 General Builder (local) for burn room construction (camera di prova)
- 1 FTT Engineer

Preventivamente alla installazione del SBI, deve essere realizzata una "camera di prova", con le seguenti caratteristiche:

The test room is constructed by the client prior to the arrival of the FTT engineer and shall have inner dimensions of height $2.4m \pm 0.05m$ (top of the frame level) and rectangular floor area $3.0m \pm 0.05m$ in both dimensions. The wall material shall be made of stone type building blocks (e.g. cellular concrete), gypsum boards or fibreboards.

One wall of the test room shall have an opening to insert the trolley from the surrounding laboratory into the test room. The opening shall be more than 1470 mm wide and 2450 mm high (dimensions of the frame). Windows shall be placed in the two walls facing the front side of the two perpendicular specimen planes. To be able to handle the SBI-apparatus and the specimen when the trolley is in place, an additional door is needed; the position of this door is not prescribed.

With the trolley in place in the test room, the distance between trolley and side walls shall be $\geq 0.5 m$. The openings of the room except the air inlet at the bottom of the trolley and the smoke exhaust opening in the hood shall not exceed $0.05 m^2$.

Altre attività preliminari all'installazione:

- (a) Construction of burn room with SBI Frame (from layout drawings that FTT will supply)
- (b) Construction of control room (from layout drawings FTT supply)
- (c) Erection of hood, measuring section and ducting
- (d) Connection to site extraction equipment
- (e) Fitting of trolley (and optional runners)
- (f) Siting and fitting of gas train unit to supplies made available
- (g) Connection of burner gas train and controls
- (h) Fitting of smoke system cradle
- (i) Siting of analysis rack

Extraction

The clients exhaust system must be capable of continuously extracting a volume flow, normalised at 298K, of 0.50m³/s to 0.65m³/s. This must be connected, by the client, to the supplied FTT SBI duct.

Electrical power

Electrical power providing 230VAC 50/60 Hz 16A at the instrument rack must be available. The unit is supplied with two lengths flexible armoured cable with live, neutral and earth (ground) connectors, both 3 metres long. Mains supply is also required for the computer and printer. All supplies are to be switched and fused. If an extraction fan is purchased from FTT, this must be powered using a 400V 50Hz 3 phase electrical supply (minimum of 14 Amps).

Air Supply

Pressure regulated clean, oil-free shop air at a pressure between 2-4bar.

Gas Supply

A supply of commercial propane 95% minimum purity at a pressure between 1.5-2bar.

THE PROPANE SUPPLY MUST BE PRESSURE REGULATED,

CLEAN & OIL-FREE.

4 Conclusioni

Il Laboratorio Sicurezza si configura come una struttura da affiancare all'Impianto Faro per prove di abuso in campo aperto. Le attrezzature sono state individuate sulla base di studi preliminari e per esse sono state richieste ai produttori, e ottenute, le informazioni aggiuntive e i preventivi.

Quanto esposto è sufficiente per impiantare, se del caso, un piano di investimenti, nel quale occorrerà includere la realizzazione degli ambienti di lavoro (ristrutturazione di locali esistenti o costruzione ex-novo) incluse le reti di servizi, il mobilio, le attrezzature complementari, l'acquisizione delle risorse umane necessarie per il funzionamento del Laboratorio. La validità dell'investimento è funzione del tempo di risposta da parte di eventuali investitori.

5 Riferimenti bibliografici

1. Cinzia Di Bari: " Studi preliminari alla progettazione di un laboratorio di verifiche strumentali per la sicurezza", Report RdS/2012/096
2. Cinzia Di Bari, Vincenzo Sgavio: "Batterie Litio-ione: sulla catena degli eventi termici che può condurre a esplosione ed incendio", Report RdS/PAR2015/200
3. Ahmad A. Pesaran and Matthew Keyser, "Thermal Characteristics of Selected EV and HEV Batteries", Annual Battery Conference: Advances and Applications. Long Beach, California, January 9-12, 2001
4. A. Loges, S. Herberger, P. Seegert, T. Wetzel, "A study on specific heat capacities of Li-ion cell components and their influence on thermal management", Journal of Power Sources 336 (2016) 341e350
5. Maleki, Said Al Hallaj, e altri "Thermal Properties of Lithium-Ion Battery and Components", Journal of The Electrochemical Society, 146 (3) 947-954 (1999)
6. V. Ruiz, L. Boon-Brett, M. Steen, L. van den Berghe; Putting Science into Standards - Driving Towards Decarbonisation of Transport: Safety, Performance, Second Life and Recycling of Automotive Batteries for e-Vehicles. doi:10.2790/113142, JRC104285. 2016
7. Wargclou D. Extrication from cars during road traffic accidents. Swedish Civil Contingencies Agency (MSB); 2011.
8. Casey C, Grant PE. Fire fighter safety and emergency response for electric drive and hybrid electric vehicles. Fire Prot Res Found 2010.
9. Accident assistance and recovery of vehicles with high-voltage systems. German Association of the Automotive Industry (VDA); 2013.
10. ASTM D4490. Standard practice for measuring concentrations of toxic gases of vapours using detector tubes; 2011.
12. ASTM D4599. Standard practice for measuring concentrations of toxic gases of vapours using length-of-stain dosimeters; 2014.
13. OSHA. Evaluation guidelines for air sampling methods utilizing spectroscopic analysis. (<https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/spectroguide/spectroguide.pdf>).
14. NIOSH. Manual for analytical methods. (<http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/>). U.S. Environmental Protection Agency (EPA) method TO-15. Determination of volatile organic compounds (VOCs) in air collected in specially-prepared canisters and analyzed by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS); 1999. <http://www.epa.gov/ttnamti1/files/ambient/airtox/to-15r.pdf>.
15. Wisch M, Ott J, Thomson R, Léost Y, Abert M, Yao J. EVERSAFE. Recommendations and guidelines for battery crash safety and post-crash safe handling. In: Proceedings of the 7th framework programme era-net transport electromobility+; 2014.
16. Standard Method of Test for Heat Release Rates for Upholstered Furniture Components or Composites and Mattresses Using an Oxygen Consumption Calorimeter (ANSI/NFPA 264A). National Fire Protection Assn., Quincy, MA (1990).
17. Fire and Toxicity Test Methods and Qualification Procedure for Composite Material Systems used in Hull, Machinery, and Structural Applications inside Naval Submarines, MIL-STD-2031 (SH). Department of Defense, Philadelphia, PA (1991).

6 Abbreviazioni ed acronimi

ASTM: The American Society for Testing and Materials
CC: Constant Current
CV: Constant Voltage
ERPG: Emergency Response Planning Guidelines
EPA: Environmental Protection Agency
EV: Electric Vehicle
DUT: Device Under Test
BEV: Battery Electric Vehicle
FMVSS: Federal Motor Vehicle Safety Standards
HP: High Power
HE: High Energy
HEV: Hybrid Electric Vehicle
NIOSH: The National Institute for Occupational Safety and Health
NLF: New Legislative Framework
LIB: Lithium Ion Battery
OSHA: Occupational Safety and Health Administration
PSD: Power Spectral Density
STEL: Short-Term Exposure Limits
SOC: State of Charge
VOC's: Volatile Organic Compounds