

142649

50376
1998
453
Exclw
du
Prêt

N° d'ordre : 2444

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES et TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

Spécialité : CHIMIE ORGANIQUE ET MACROMOLECULAIRE

par

Olivier GABUT



*EXPLOITATION et DÉVELOPPEMENT du CÔNE CALORIMÈTRE POUR
ÉVALUATION du COMPORTEMENT au FEU de MATÉRIAUX.
APPLICATION au MATÉRIEL ÉLECTROTECHNIQUE.*

Soutenance prévue le Mercredi 16 Décembre 1998 devant la Commission d'Examen

<i>Président :</i>	J.-M. LEROY	Professeur – E.N.S.C.Lille
<i>Rapporteurs :</i>	G. TROUVE P. VAN HEES	Université de Mulhouse Dr. Swedish National Testing and Research Institute
<i>Examineurs :</i>	R. DELOBEL J. MORCELLET J.-M. ROSSIGNOL Y. LE TALLEC	Professeur – E.N.S.C.Lille Professeur – U.S.T.Lille Société LEGRAND Laboratoire National d'Essais

GLOSSAIRE

- Les matières utilisées dans le cadre de cette étude -

<u>Nature de la matière</u>	<u>Notations utilisées</u>	<u>Fournisseur</u>	<u>Type de matière</u>
Polycarbonate	PC V0	BAYER SA	Type Makrolon 6555
Polycarbonate	PC V2	BAYER SA	Type Makrolon 2805
Alliage Polyphénylène-oxyde/Polystyrène	PPO/PS	GENERAL ELECTRIC PLASTICS	Type ENV 110
Polyamide 6 chargé à 25 % en fibres de verre	PA6/gf	ADDIPLAST	Type Addinyl PMD
Polyester insaturé chargé à 75% en fibres de verre	PEs/gf	DUROFORM	Type HUP
Polychlorure de vinyle	PVC	ELF ATOCHEM SA	Type Nakan
Polyacrylbutadiènestyrène	ABS	BASF	Type Terluran 978T
Alliage Polycarbonate/Polyacrylbutadiènestyrène	PC/ABS	GENERAL ELECTRIC PLASTICS	Type Cycoloy

- Les paramètres utilisés dans le cadre de cette étude -

- RHR :** Rate of Heat Release (débit calorifique ou vitesse de dégagement de chaleur exprimé en kW ou en kW/m²).
- T_{ig} :** Temps d'ignition (ou de première inflammation, exprimé en secondes).
- THE :** Total Heat Evolved (quantité totale de chaleur produite par la combustion, exprimée en kJ).
- RSP :** Rate of Smoke Production (débit de production des fumées, exprimé en m²/s).
- VSP :** Volume of Smoke Production (volume de production des fumées, exprimé en m³/s).

- TSP :** Total Smoke Production (quantité totale de fumées produites, exprimée en m^2).
- TSV :** Total Smoke Volume (volume total des fumées produites, exprimé en m^3).
- FIGRA :** Flame Index Growth Rate (Indice d'expansion de la flamme, obtenu par le rapport entre le débit calorifique maximum et le temps auquel il apparaît. Il est exprimé en kW/s).
- T_{CO2} :** Quantité totale de dioxyde de carbone produit par la combustion (exprimé en grammes).
- T_{CO} :** Quantité totale de monoxyde de carbone produit par la combustion (exprimé en grammes).
- P_{THE} :** Quantité totale de chaleur produite par la combustion, ramenée à la masse unitaire. (exprimée en kJ/g)
- P_{TSV} :** Volume total des fumées produites par la combustion, ramené à la masse unitaire. (exprimé en m^3/g).
- P_{TSP} :** Quantité totale de fumées produites par la combustion, ramenée à la masse unitaire. (exprimée en m^2/s).
- P_{TCO} :** Quantité totale de monoxyde de carbone produit par la combustion, ramenée à la masse unitaire. (exprimée en g/g).
- P_{TCO2} :** Quantité totale de dioxyde de carbone produit par la combustion, ramenée à la masse unitaire. (exprimée en g/g).
- I_{thr} :** Indice d'énergie, exprimé en kW.
- I_f :** Indice de fumées, exprimé en m^{-1} .
- I_T :** Indice de température, exprimé en °K.
- I_{CO2} :** Indice de dioxyde de carbone, exprimé en %.
- I_{CO} :** Indice de monoxyde de carbone, exprimé en ppm.
- F_• :** Coefficient d'interaction entre matières pour un paramètre donné.
- F_G :** Coefficient d'interaction global.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
-----------------------------------	----------

CHAPITRE 1 : DEVELOPPEMENT DE NOUVEAUX PARAMETRES ISSUS DE L'ESSAI AU CONE CALORIMETRE.

1. LE CONE CALORIMETRE : PRINCIPE ET BILAN.....	6
1.1 SCHEMA D'ENSEMBLE DU CONE CALORIMETRE.....	6
1.2 PRINCIPE GENERAL DU CONE CALORIMETRE.....	7
1.3 EXPLOITATION DES DONNEES BRUTES.....	8
1.3.1 Consommation d'oxygène.....	8
1.3.2 Opacité des fumées.....	9
1.3.3 Quantités de CO et de CO ₂ produites.....	10
1.4 CONCLUSION.....	11
2. DEFINITION ET EXPLOITATION DE NOUVEAUX PARAMETRES BASES SUR L'ESSAI AU CONE CALORIMETRE	11
2.1 EXPLOITATION D'UN NOUVEAU PARAMETRE PERMETTANT L'EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU D'UN MATERIAU :LE FIGRA.....	11
2.1.1 Introduction.....	11
2.1.2 Etude de l'influence de l'épaisseur sur le FIGRA.....	13
2.1.3 Exploitation des résultats.....	15
2.1.4 Conclusion et perspectives.....	16
2.2 EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU D'UN MATERIAU EN FONCTION DE LA MASSE DE MATIERE : DEFINITION DE POTENTIELS DE RISQUES.....	17
2.2.1 Introduction.....	17
2.2.2 Présentation des matériaux.....	18
2.2.3 Résultats.....	19
2.2.4 Discussion.....	22
2.3 EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU D'UN MATERIAU : LE CONCEPT D'INDICES DE MATIERES.....	24
2.3.1 Définition des indices.....	25
2.3.2 Exploitation du concept d'indice.....	31

3. DEVELOPPEMENT D'UNE METHODE ANALYTIQUE SPECIFIQUE POUR L'ANALYSE DES PRODUITS DE DEGRADATION ET DE COMBUSTION.	36
3.1 PRESENTATION DE L'ENSEMBLE ANALYTIQUE.....	37
3.2 ANALYSE DES EFFLUENTS ET MECANISME DE DEGRADATION : APPLICATION AU CAS DU POLYESTER	40
3.2.1 Analyse des produits libérés avant l'inflammation.....	41
3.2.2 Analyse des produits libérés après l'inflammation.....	43
3.3 ANALYSE DES EFFLUENTS ET CARACTERISATION DE LA COMBUSTION.....	44
3.3.1 Introduction.....	44
3.3.2 Valeur du rapport CO_2/CO en fonction de l'intensité de la combustion.....	45
3.3.3 Résultats.....	46

CHAPITRE 2 : EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU DES ASSOCIATIONS DE MATIERES.

1. GENERALITES.	49
1.1 PRESENTATION DES EPROUVETTES	49
1.1.1 Eprouvettes pour effets de juxtaposition.....	49
1.1.2 Eprouvettes pour effets de superposition.....	50
1.2 CONSTANTE D'HUGGET RELATIVE AUX ASSOCIATIONS DE MATIERES.....	51
1.3 DEFINITION D'UN COEFFICIENT D'INTERACTION ENTRE MATIERES.....	52
1.4 EFFET DE LA VARIATION DE SURFACE DU MATERIAU SUR LES INDICES CONSIDERES. ...	53
1.4.1 Indice d'énergie en fonction de la surface de matière.....	53
1.4.2 Evolution des caractéristiques des fumées en fonction de la surface de l'éprouvette.....	54
2. ETUDE DES JUXTAPOSITIONS DE MATIERES.	56
2.1 JUXTAPOSITIONS DES MATIERES RETENUES AVEC LE PVC.....	57
2.1.1 Résultats.....	57
2.1.2 Discussion.....	58
2.2 JUXTAPOSITIONS DES MATIERES RETENUES AVEC L'ALLIAGE PC-ABS.....	61
2.2.1 Résultats.....	61
2.2.2 Discussion.....	63
2.3 COMPARAISON DE L'INFLUENCE DES MATRICES PVC ET PC-ABS.....	65
3. SUPERPOSITIONS DE MATIERES.	67
3.1 INTRODUCTION.....	67
3.2 EVOLUTION DES COURBES DE RHR.....	68
3.2.1 Résultats.....	68

3.2.2 Discussion.....	69
3.3 EXPLOITATION DU THE ET DES VALEURS D'INDICE.....	70
3.3.1 Quantités totales de chaleur.....	70
3.3.2 Indices de matières.....	71
3.4 CONCLUSION.....	72

CHAPITRE 3 : NOUVELLE METHODOLOGIE BASEE SUR L'ESSAI AU CONE CALORIMETRE.

1. METHODOLOGIE - PRESENTATION.....	75
1.1 MODIFICATION DE L'ENVIRONNEMENT D'ESSAI.....	75
1.1.1 Suppression de la balance.....	75
1.1.2 Utilisation d'une flamme pilote.....	76
1.2 PREPARATION DE L'EPROUVETTE ET ADAPTATION A L'APPAREILLAGE.....	77
1.2.1 Choix du support.....	77
1.2.2 Fixation de l'éprouvette sur le support.....	77
1.2.3 Maintien de l'ensemble (support/produit).....	77
1.3 CONDITIONS OPERATOIRES GENERALES.....	78
1.3.1 Flux d'irradiance.....	78
1.3.2 Ventilation.....	79
1.4 PROTOCOLE D'ESSAI.....	79
2. APPLICATION DE LA METHODOLOGIE.....	80
2.1 SELECTION DES EPROUVETTES - GENERALITES.....	80
2.2 EVALUATION D'EPROUVETTES MONO-COMPOSANTES.....	81
2.2.1 Evaluation des effets de forme.....	81
2.2.2 Influence de la nature de la matière sur le comportement au feu.....	87
2.3 EVALUATION SUR EPROUVETTES MULTI-COMPOSANTS.....	92
2.3.1 Caractérisation des différents composants.....	93
2.3.2 Association profilé/câblage.....	95
2.3.3 Association profilé/appareillage.....	96

CONCLUSION GENERALE.....	98
---------------------------------	-----------

BIBLIOGRAPHIE.....	102
---------------------------	------------

INTRODUCTION GENERALE

Les conséquences d'incendie sont parfois tragiques pour les personnes (incendie de la discothèque de Göteborg en Suède : 70 morts, 170 blessés), souvent dommageables pour l'environnement (pollution du Rhin suite à l'incendie de l'usine SANDOZ), toujours désastreuse sur le plan économique (Coût de l'incendie du tunnel sous la Manche chiffré à plus de 1,7 milliards de francs) [1].

La banalisation de l'électricité, amorcée dans les années 20, a été accompagnée d'une augmentation du nombre de sinistres. Leurs origines ont majoritairement été attribuées à des défaillances techniques, dues pour l'essentiel à une absence de protection des installations. L'apparition des premiers fusibles a contribué à limiter ce risque. Plus récemment, l'utilisation des matériaux plastiques, en substitution de la porcelaine pour l'appareillage électrique, a considérablement augmenté le risque incendie lié à ces produits. La profession est donc particulièrement concernée par les problèmes d'inflammations et les risques inhérents au feu.

Les études statistiques montrent que dans les conditions d'incendie, la plupart des dommages corporels sont consécutifs à un problème d'opacité des fumées (qui contribuent à augmenter le temps de séjour dans l'environnement de l'incendie), mais également à la toxicité des effluents. Dans ce domaine, le monoxyde de carbone est scientifiquement reconnu comme le toxique majeur dont l'inhalation est mortelle [2].

Ces constats ont conduit les pouvoirs publics à adopter des dispositions réglementaires contraignantes par rapport à la tenue au feu des matériaux. De nouveaux tests reposant sur la prise en compte de nouveaux paramètres ont ainsi été définis. Ils ont induit le développement de nouvelles méthodes d'essai visant à apprécier la performance au feu d'un matériau.

Ces dernières ont évolué au fil du temps. On trouve tout d'abord les essais dits de « première génération » pour lesquels l'évaluation porte sur des paramètres basiques tels que la mesure d'un temps d'inflammation ou d'une longueur brûlée. Les essais de « deuxième génération » sont progressivement apparus. Ils intègrent, en complément, les notions de flux thermique et de

température. La prise en compte de problèmes d'opacité de fumée et pour certaines applications précises, de problèmes de toxicité, a conduit à la définition d'essais de troisième génération actuellement en cours de développement. Ils ont pour objectif, à travers la mesure de paramètres scientifiques, d'évaluer le comportement global d'un matériau dans des conditions d'incendie. Le cône calorimètre est un essai de troisième génération. Il donne accès à des données brutes difficilement utilisables en l'état.

Ce travail a pour premier objectif de contribuer à l'exploitation et au développement de nouveaux paramètres tirés de l'évaluation au cône calorimètre, à travers quelques matières couramment utilisées en application électrotechnique. Son deuxième objectif est d'appliquer ces développements à quelques cas d'associations de matières pour finalement déboucher sur son troisième objectif qui est de développer la méthode du cône calorimètre pour des essais sur produits.

Une première partie est axée sur la présentation et l'exploitation de nouveaux paramètres et nouvelles sources d'information sur la combustion, accessibles à partir de l'essai au cône calorimètre.

Une seconde partie traite le cas des matériaux regroupant plusieurs matières. Leur évaluation conduira à la définition de nouveaux concepts et d'un coefficient basé sur les interactions entre les matières.

Enfin, une dernière partie étend et adapte la méthodologie du cône calorimètre à des essais réalisés sur des produits finis, montés en conditions finales d'installation.

Chapitre 1 :

DEVELOPPEMENT DE NOUVEAUX PARAMETRES ISSUS DE L'ESSAI AU CONE CALORIMETRE.

Même si le principe de la calorimétrie par consommation d'oxygène a été énoncé dès le début de ce siècle, le cône calorimètre n'en demeure pas moins un outil d'analyse récent. Son essor s'est en effet amorcé au cours des années quatre-vingt. Sa pérennité s'explique en partie par le fait que les données auxquelles il donne accès permettent de répondre à l'orientation actuelle de la réglementation vers une prise en compte de paramètres scientifiques. Ces derniers caractérisent non plus uniquement la performance mais plus généralement le comportement au feu des matériaux, par le biais de données sur les aspects thermiques, allumabilité, combustibilité, fumées et toxicité de la combustion.

Par conséquent et bien qu'il ait été très utilisé et fortement développé depuis dix ans, le cône calorimètre reste un appareil d'avenir.

Ce travail a pour premier objectif de dresser le bilan des données accessibles par le cône calorimètre, de présenter ensuite la manière dont elles sont actuellement traitées et d'améliorer finalement l'exploitation des données fournies, à travers notamment la définition de nouveaux paramètres.

1. LE CONE CALORIMETRE : PRINCIPE ET BILAN.

Le cône calorimètre est un ensemble associant un modèle feu parfaitement défini et maîtrisé en terme d'irradiance et des outils de mesure permettant ainsi une évaluation du comportement au feu d'un matériau. Reconnu sur le plan international, il fait l'objet de la norme ASTM E 1354-90 [3] et de la norme ISO 5660 [4-5-6]

1.1 SCHEMA D'ENSEMBLE DU CONE CALORIMETRE.

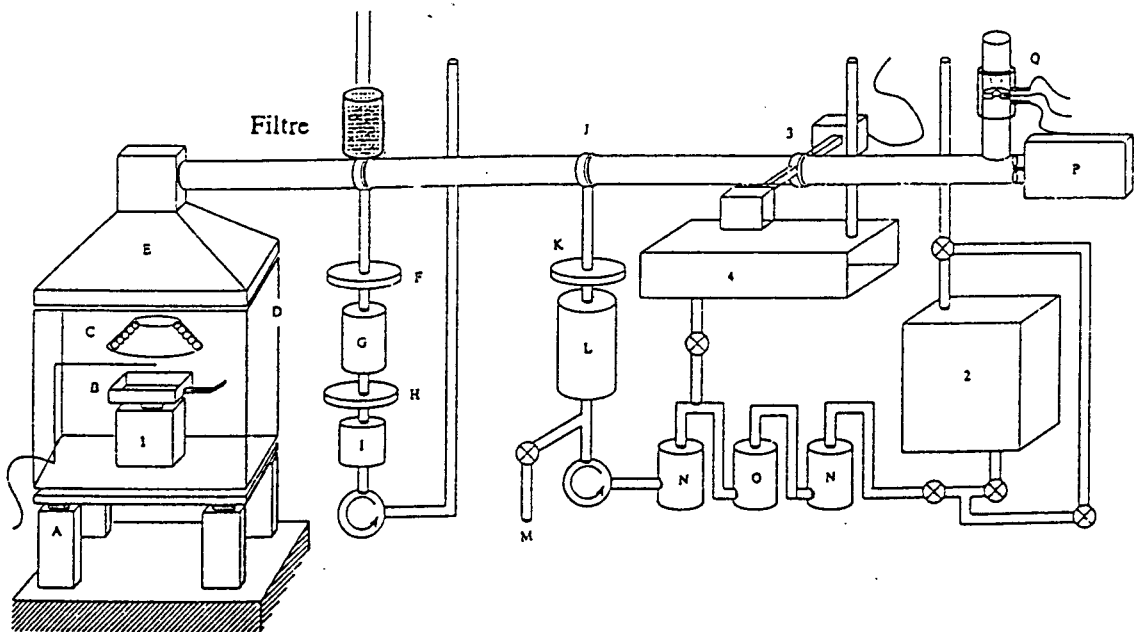


Figure I-1 : Schéma d'ensemble du cône calorimètre.

1.2 PRINCIPE GENERAL DU CONE CALORIMETRE.

L'éprouvette est exposée à une source de chaleur fournie par une résistance électrique (C). En modifiant la puissance, différentes conditions d'incendie (variant du feu couvant (25 kW/m^2) au feu pleinement développé (75 kW/m^2) en passant par l'incendie dans un local ventilé (50 kW/m^2)) peuvent être imposées à l'éprouvette. Les fumées générées par la dégradation et/ou la combustion sont aspirées et transitent par le conduit d'évacuation (E) avec un débit d'extraction D de $0,024 \text{ m}^3/\text{s}$. Elles traversent un faisceau laser (3) permettant de suivre en dynamique leur caractère opacifiant. Leur température est mesurée au niveau du laser. Une partie de l'effluent est prélevée, séchée et séparée en deux fractions qui traversent conjointement un analyseur d'oxygène (2) et un analyseur de monoxyde / dioxyde de carbone (4). Enfin, l'échantillon étant positionné sur une balance (1) il y a donc possibilité de suivre la perte de masse en continu dans les conditions d'une véritable combustion..

Globalement, l'essai au cône calorimètre permet d'accéder en dynamique aux **données brutes** suivantes :

- Temps de première inflammation.
- Mesure de l'atténuation d'un faisceau lumineux traversé par l'effluent de la dégradation.
- Température des fumées.
- Fractions d'oxygène consommées au cours de la combustion.
- Fractions de dioxyde et de monoxyde de carbone présentes dans l'effluent.
- Courbe de perte de masse.
- Taux de suies produit.

L'exploitation de ces **données brutes** conduit à différents paramètres caractéristiques du comportement au feu d'un matériau.

1.3 EXPLOITATION DES DONNEES BRUTES.

1.3.1 Consommation d'oxygène.

Les travaux de Thornton dans les années 20 [7], ont montré que pour un grand nombre de liquides et de gaz, la quantité de chaleur rapportée à la masse d'oxygène consommée est une constante.

Les travaux de Huggett dans les années quatre-vingt [8] ont affiné ce principe en démontrant que pour la plupart des matériaux combustibles (naturels ou synthétiques), la quantité d'oxygène consommée ($\Delta m(O_2)$) par la combustion est reliée à la quantité de chaleur libérée (q) par le biais d'une constante E (appelée d'ailleurs constante de Huggett) égale à 5% près à 13,1 kJ par kg d'oxygène consommé:

$$q = E \Delta m(O_2)$$

En pratique, les logiciels de traitement de données fournis par les constructeurs prennent en référence cette valeur de 13,1 kJ/kg. Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé une « macro-commande », développée au laboratoire, permettant de prendre en compte les constantes réelles pour chaque matière.

L'essai au cône calorimètre donne accès en dynamique à la fraction volumique d'oxygène présente dans les fumées, de laquelle est déduite la fraction volumique d'oxygène consommée par la combustion. Le calcul permet d'accéder à la chaleur libérée par unité de temps [9]. Ce paramètre correspond à une vitesse de dégagement de chaleur (également appelée débit calorifique), couramment symbolisée par RHR (**R**ate of **H**eat **R**elease) et exprimée en kW.

Le débit calorifique traduit l'aptitude de l'échantillon à propager la chaleur, donc l'incendie, au milieu environnant. En général, la valeur maximale est retenue pour la caractérisation [10]. Plus elle est élevée, plus la performance du matériau est mauvaise.

L'aire sous la courbe de débit calorifique quantifie la quantité totale de chaleur libérée par la combustion du matériau elle est symbolisée par THE (Total Heat Evolved) et exprimée en kJ.

1.3.2 Opacité des fumées.

Les effluents libérés au cours de la dégradation du matériau atténuent au cours de leur trajet l'intensité d'un rayon lumineux fourni par le laser He/Ne.

Le rapport entre l'intensité du faisceau lumineux émis (I_0) et celle transmise (I) conduit, en utilisant la loi de Beer-Lambert, à la définition d'un coefficient d'extinction k (exprimé en m^{-1}). Le cône calorimètre permet de suivre son évolution en dynamique.

Le coefficient d'extinction k est à la base du calcul de deux paramètres caractérisant l'opacité des fumées libérées :

- Le volume de production des fumées (VSP : Volume of Smoke Production, en m^3/s), assimilable à un rendement de transmission et calculé selon l'équation :

$$VSP = D.(1 - e^{-kl})$$

avec D : débit d'extraction des fumées (m^3/s)

k : coefficient d'extinction donné par la loi de Beer-Lambert (m^{-1})

l : longueur du trajet optique (m)

L'intégration du VSP sur la durée de l'essai conduit au volume total des fumées produites (TSV : Total Smoke Volume) au cours de la combustion du matériau.

- D'autre part, le débit de production des fumées (RSP : Rate of Smoke Production) calculé selon l'équation :

$$RSP = k \times D$$

avec D : débit d'extraction des fumées (m^3/s)

k : coefficient d'extinction donné par la loi de Beer-Lambert (m^{-1})

L'intégration du RSP sur la durée de l'essai conduit à la quantité totale de fumées produites (TSP : Total Smoke Production) au cours de la combustion du matériau.

1.3.3 Quantités de CO et de CO₂ produites.

Les fractions volumiques en CO et en CO₂ dans l'effluent font partie des valeurs brutes accessibles par l'essai au cône calorimètre. Le calcul permet d'avoir accès aux débits massiques dynamiques correspondants. L'intégration sur la durée de l'essai conduit aux quantités totales de CO et de CO₂ libérées au cours de la combustion du matériau.

1.4 CONCLUSION.

L'essai au cône calorimètre, dont le modèle feu est capable de reproduire les conditions d'un incendie réel, permet d'accéder de manière conjointe à différentes valeurs brutes. Leur exploitation conduit à des paramètres relatifs au dégagement de chaleur, à la formation de fumées et à la libération de dioxyde et de monoxyde de carbone. Ils permettent de caractériser de manière globale le comportement au feu d'un matériau à partir d'un essai unique.

2. DEFINITION ET EXPLOITATION DE NOUVEAUX PARAMETRES BASES SUR L'ESSAI AU CONE CALORIMETRE

2.1 EXPLOITATION D'UN NOUVEAU PARAMETRE PERMETTANT L'EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU D'UN MATERIAU :LE FIGRA

2.1.1 Introduction.

L'ampleur d'un incendie sera d'autant plus importante que la matière impliquée générera précocement une vitesse de dégagement de chaleur importante. Dès lors, le quotient entre le débit calorifique maximum et le temps auquel cette valeur apparaît constitue un moyen simple de caractériser le risque associable à la combustion. Ce rapport généralement appelé FIGRA (Flame Index Growth RAte), est utilisé comme paramètre caractéristique dans un certain nombre de méthodes d'essais tels que le « room corner test » [11] ou l'essai SBI [12]. Plus le FIGRA sera élevé, plus le risque associé sera important.

Dans le but de minimiser le prix de revient industriel d'un produit, le concepteur peut diminuer la quantité de matière utilisée, par réduction de l'épaisseur des différentes pièces constituant le produit (tout en veillant au maintien des propriétés mécaniques de l'ensemble). Néanmoins, l'épaisseur peut également jouer un rôle important par rapport au risque incendie. La figure I-2 représente les profils de débit calorifique d'un polycarbonate V2 mis en forme en deux épaisseurs distinctes (1,5 et 3mm).

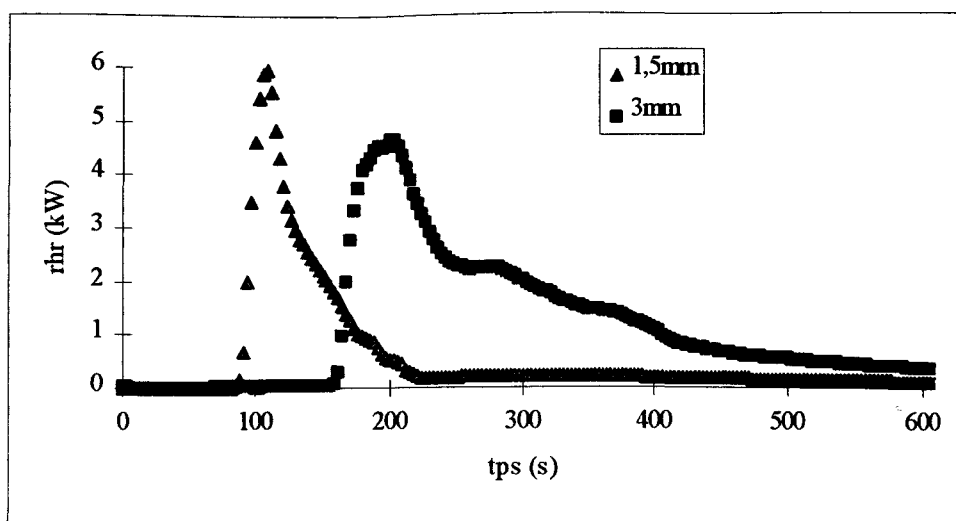


Figure I-2: Profils de débits calorifiques générés par deux éprouvettes de polycarbonate V2 d'épaisseurs différentes évaluées au cône calorimètre sous une irradiance de 40 kW/m².

Le FIGRA associé à ces deux épaisseurs est différent (330 W/s pour 1,5mm, 190 W/s pour 3mm). Il permet d'attribuer un facteur risque différent à deux éprouvettes d'épaisseurs différentes.

Il apparaît en conséquence important d'analyser l'influence du FIGRA sur l'épaisseur du matériau.

2.1.2 Etude de l'influence de l'épaisseur sur le FIGRA.

2.1.2.1 Nature des éprouvettes.

Des éprouvettes d'épaisseurs variables ont été préparées à partir de polyéthylène utilisé comme matériau modèle.

Les éprouvettes, mises en forme par moulage à chaud, ont pour épaisseurs : 2mm, 3mm, 4.5mm, 6mm, 9.5mm et 14.5mm.

Elles ont été successivement évaluées au cône calorimètre sous une irradiance de 40 kW/m² et caractérisées par leurs FIGRA.

2.1.2.2 Résultats.

L'allure des courbes de rhr obtenues pour chacune des épaisseurs sélectionnées se caractérise par un profil observé pour de nombreux thermoplastiques [13]. La figure I-3 présente ce profil :

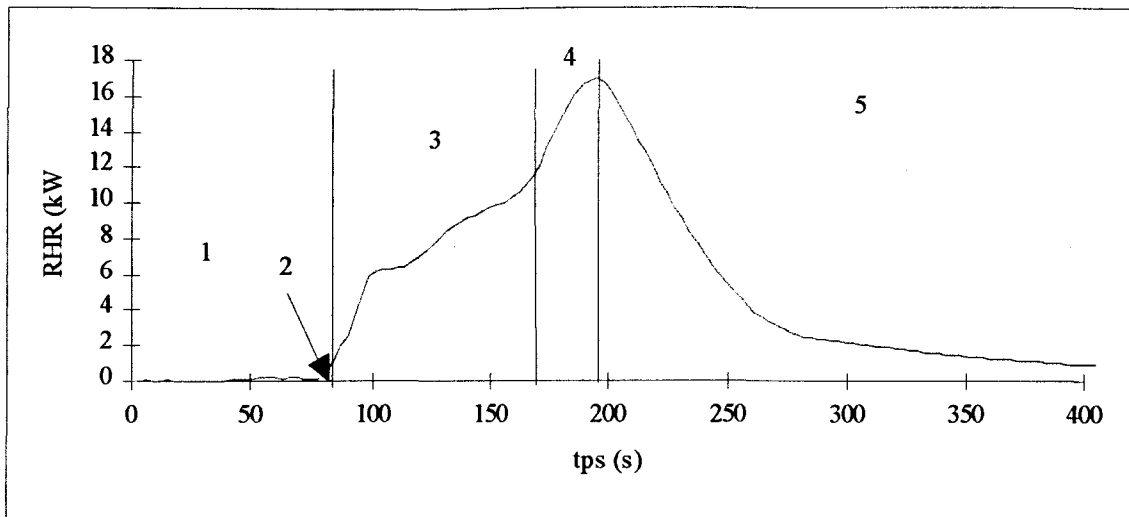


Figure I-3 : Evolution du débit calorifique d'un polyéthylène de 4,5mm d'épaisseur.

Il correspond à la succession des étapes suivantes:

- ① Avant l'allumage, il y a formation et accumulation des gaz de décomposition.
- ② Inflammation du matériau.
- ③ La vitesse de dégagement de chaleur augmente. A ce stade, il y a compétition entre l'énergie apportée par le cône chauffant et la combustion des gaz d'une part, et la fusion endothermique du polymère d'autre part [14].
- ④ Quand tout le polymère est fondu, il n'y a plus d'effet endothermique, la vitesse de dégagement de chaleur augmente rapidement jusqu'à sa valeur maximale.
- ⑤ Après une décroissance rapide du rhr (faut de combustible), l'éprouvette s'éteint.

La figure I-4 représente les profils de débits calorifiques obtenus pour les différentes épaisseurs envisagées.

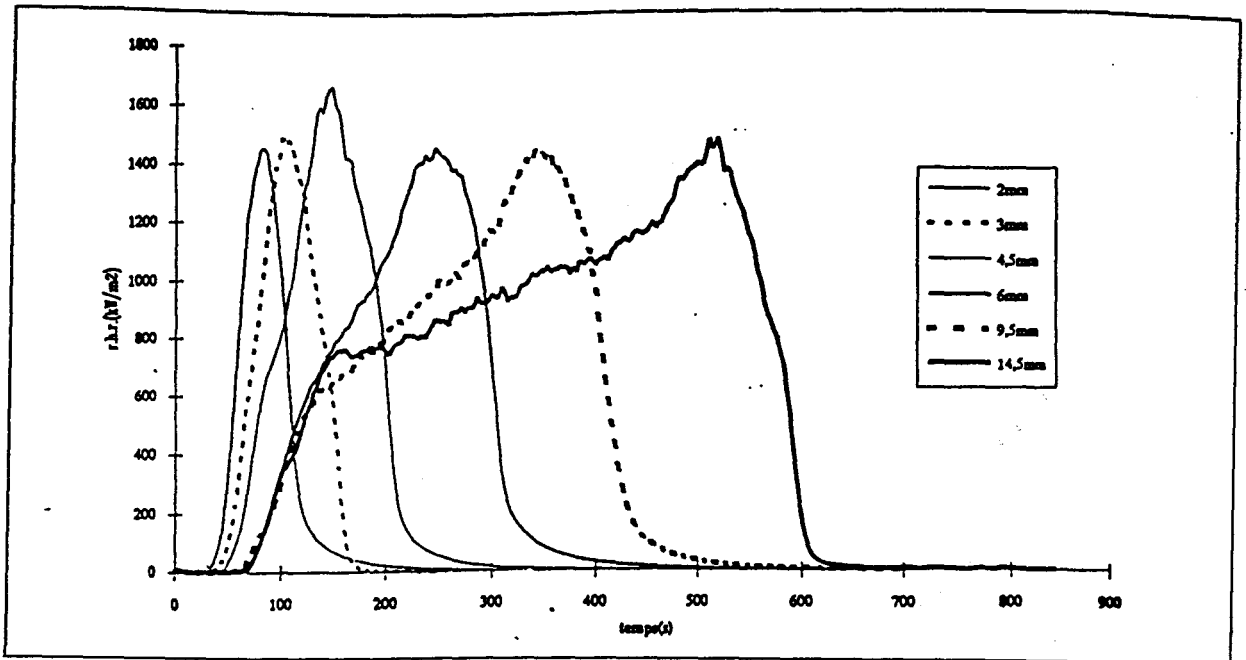


Figure I-4 : Courbes de débit calorifique pour différentes épaisseurs de polyéthylène.

Les valeurs maximales du débit calorifique relatives aux différentes épaisseurs sont à peu près constantes ($\approx 1500 \text{ kW/m}^2$). Le temps nécessaire pour atteindre ces maxima augmente progressivement avec l'épaisseur.

2.1.3 Exploitation des résultats.

La figure I-5 représente l'évolution du FIGRA de chacune des éprouvettes en fonction de l'épaisseur de ces dernières.

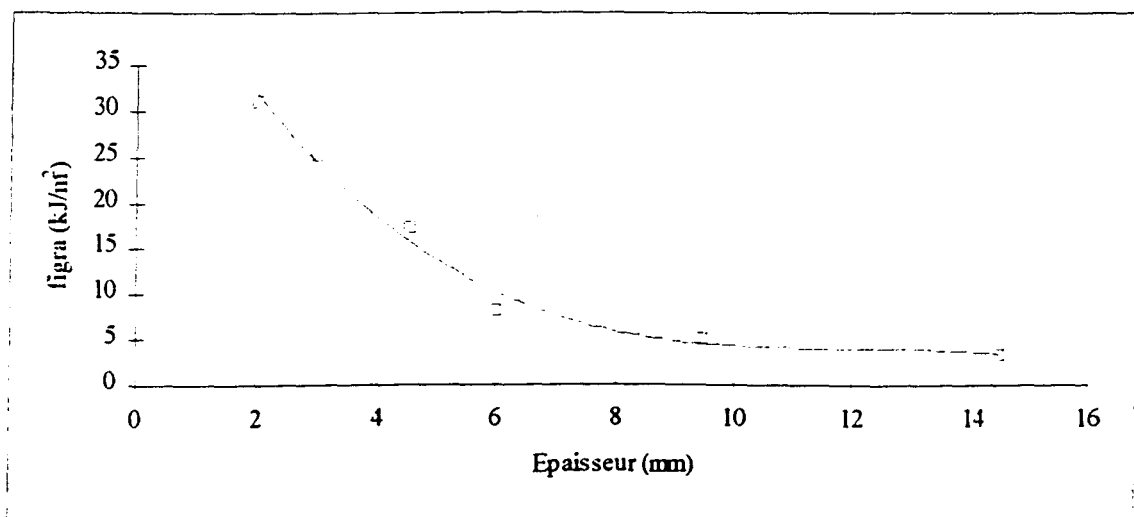


Figure I-5 : Evolution du FIGRA en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette.

Le FIGRA décroît continuellement et traduit une diminution du risque associable à la combustion de la matière lorsque l'épaisseur de cette dernière augmente. Dans ce cas précis, le rhr_{max} étant constant pour toutes les épaisseurs, cela signifie que le dégagement de la chaleur issue du matériau s'effectue sur une plus large durée. Ce point était toutefois prévisible dans la mesure où une éprouvette épaisse demandera plus de temps qu'une éprouvette fine pour être totalement dégradée.

Cependant, une augmentation d'épaisseur entraîne un accroissement de la quantité totale de chaleur potentiellement libérable par l'éprouvette et donc une augmentation du risque associable à sa combustion.

L'examen de la figure I-6 montre que la diminution du FIGRA est très rapide pour les fortes épaisseurs, et le devient moins à partir d'une certaine épaisseur que nous appellerons « épaisseur critique ». Pour le polyéthylène considéré, celle-ci est proche de 7mm.

Cette épaisseur « critique » pourrait constituer un paramètre pour le choix des épaisseurs des matériaux à utiliser. En effet, les matériaux dont l'épaisseur est inférieure à cette valeur « critique » se consomment très rapidement (FIGRA élevé), ce qui n'est bien-sûr pas souhaité. En revanche, les matériaux plus épais brûlent moins rapidement mais libèrent une quantité totale de chaleur plus importante, ce qui constitue également un problème vis à vis du danger incendie.

L'augmentation de l'épaisseur d'un matériau peut donc en conséquence pallier dans certains cas l'absence de retardateurs de flammes.

2.1.4 Conclusion et perspectives.

Le FIGRA permet une approche nouvelle du risque pouvant être associé à la combustion d'une matière. Il évolue avec l'épaisseur du matériau.

Une épaisseur critique a pu être définie. Elle correspond à une épaisseur d'éprouvette au delà de laquelle les caractéristiques de la combustion de la matière n'évoluent plus. Pour le polyéthylène considéré, elle est d'environ 7 mm.

L'exploitation plus approfondie des résultats obtenus par le biais du cône calorimètre nous a donc permis d'obtenir des informations complémentaires sur le risque associé à la combustion d'un matériau représenté sous la forme d'éprouvettes d'épaisseurs variables.

La quantité de matière présente se révèle donc comme un paramètre dont l'importance est incontestable pour une prise en compte globale du risque en cas d'incendie..

2.2 EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU D'UN MATERIAU EN FONCTION DE LA MASSE DE MATIERE : DEFINITION DE POTENTIELS DE RISQUES.

2.2.1 Introduction.

L'évaluation du comportement au feu d'un matériau au cône calorimètre se fait en général à travers la prise en compte de maxima : débit calorifique maximum, vitesses maximales de dégagement des fumées, vitesses maximales de dégagement de CO et de CO₂...[15-16]. Ces valeurs quantifient le danger maximum qui peut lui être associé en cas d'incendie. Cependant, elles ne sont pas toujours représentatives de la performance globale de la matière considérée. En effet, la durée de combustion n'est pas prise en compte alors qu'elle contribue à augmenter le facteur de risque. Elle est de plus généralement fonction de la quantité de matière présente.

Les quantités cumulées sur la totalité de l'essai permettent d'intégrer la composante « durée de combustion » pour l'évaluation de la performance d'une matière.

L'objectif du travail est d'examiner l'existence éventuelle de corrélations entre les quantités cumulées retenues (THE, TSV, TSP, T_{co} et T_{co2}) et les masses de matières utilisées et de proposer une classification des matériaux retenus, sur la base de leur comportement global au feu.

2.2.2 Présentation des matériaux.

Cinq matériaux ont initialement été retenus : un polyamide 6 et un polyester chargés en fibres de verre, un alliage PPO/PS, deux polycarbonates respectivement V0 et V2. Leurs nature et leurs détails de mise en forme ont été présentés au préalable (c.f. glossaire).

Dans le but de faire varier les masses de matière constituant l'éprouvette, plusieurs possibilités sont envisageables :

- ◇ La première consiste à utiliser des éprouvettes d'épaisseurs variables. Deux épaisseurs ont été retenues : 1,5 et 3 mm.
- ◇ La seconde consiste à utiliser des échantillons ayant une épaisseur fixée, les surfaces étant dans ce cas variables.

Pour les cinq matériaux considérés, ces possibilités ont été envisagées et ont permis d'évaluer des masses de matière comprises entre 0 et 50 grammes. Les tableaux I-1 à I-5 détaillent les caractéristiques des éprouvettes étudiées.

Masses	36,6	16,9	11,4	10,9	7,3	5,5	3,4
initiales (g)							
Dimensions	0,3x10x10	0,15x10x10	0,3x6x5	0,15x8x7,5	0,3x4x5	0,15x6x5	0,15x4x5
(en cm)							

Tableau I-1 : caractéristiques des éprouvettes de PC V2 évaluées.

Masses initiales (g)	29	19,1	17,4	11,6	9,3	6,2	5,9	3,95
Dimensions (en cm)	0,3x10x10	0,15x10x10	0,3x8x7	0,15x8x7	0,3x6x5	0,3x4x5	0,15x6x5	0,15x4x5

Tableau I-2 : caractéristiques des éprouvettes de PPO/PS évaluées.

Masses initiales (g)	52,4	31	15,7	13,3
Dimensions (en cm)	0,25x10x10	0,25x8x7,5	0,25x6x5	0,25x5x5

Tableau I-3 : caractéristiques des éprouvettes de PEs/gf évaluées.

Masses initiales (g)	36,6	19,2	11,4	5,55
Dimensions (en cm)	0,3x10x10	0,15x10x10	0,3x6x5	0,15x6x5

Tableau I-4 : caractéristiques des éprouvettes de PC V0 évaluées.

Masses initiales (g)	43,6	22,1	13,3	13	6,7
Dimensions (en cm)	0,3x10x10	0,15x10x10	0,15x7,5x8	0,3x6x5	0,15x6x5

Tableau I-5 : caractéristiques des éprouvettes de PA6/gf évaluées.

A noter que les éprouvettes de dimensions inférieures à la surface standard pour un essai au cône calorimètre (10cm X 10 cm) ont été entourées d'une plaque de céramique pour compléter leurs surfaces à 100cm². Ce choix a été fait pour minimiser les effets de bord et de coins [17].

2.2.3 Résultats.

L'évolution des paramètres retenus dans le cadre de cette étude, en fonction de la masse initiale de matière introduite dans l'éprouvette, est représentée par les figures I-6 à I-10.

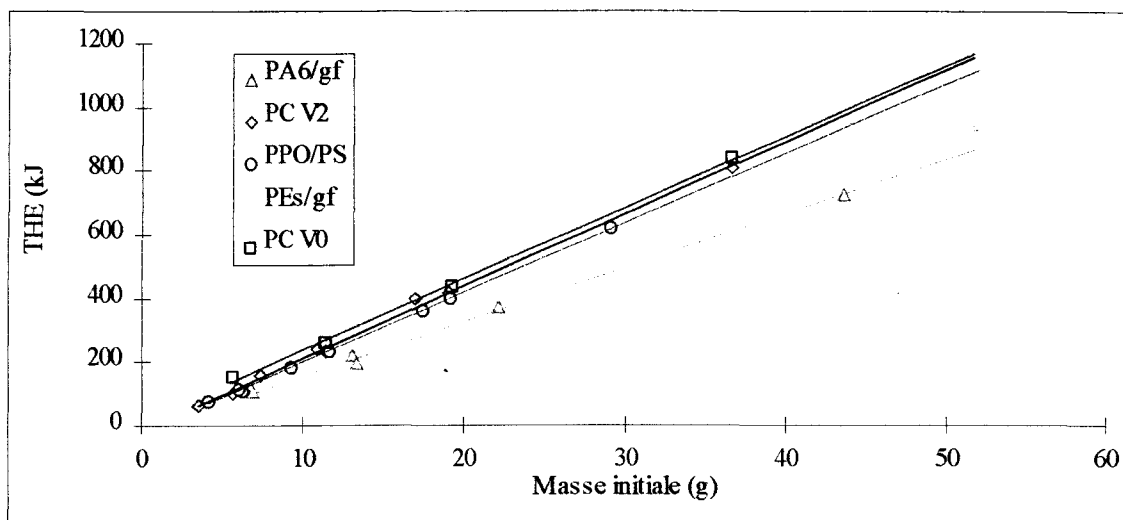


Figure I-6 : Quantités totales de chaleur en fonction des masses initiales.

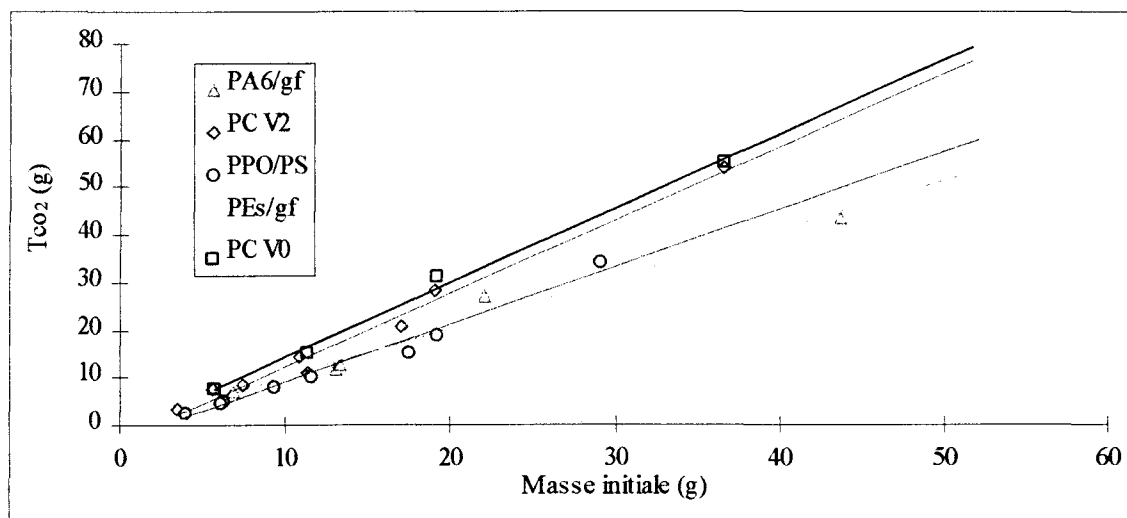


Figure I-7 : quantités totales de CO₂ en fonction des masses initiales.

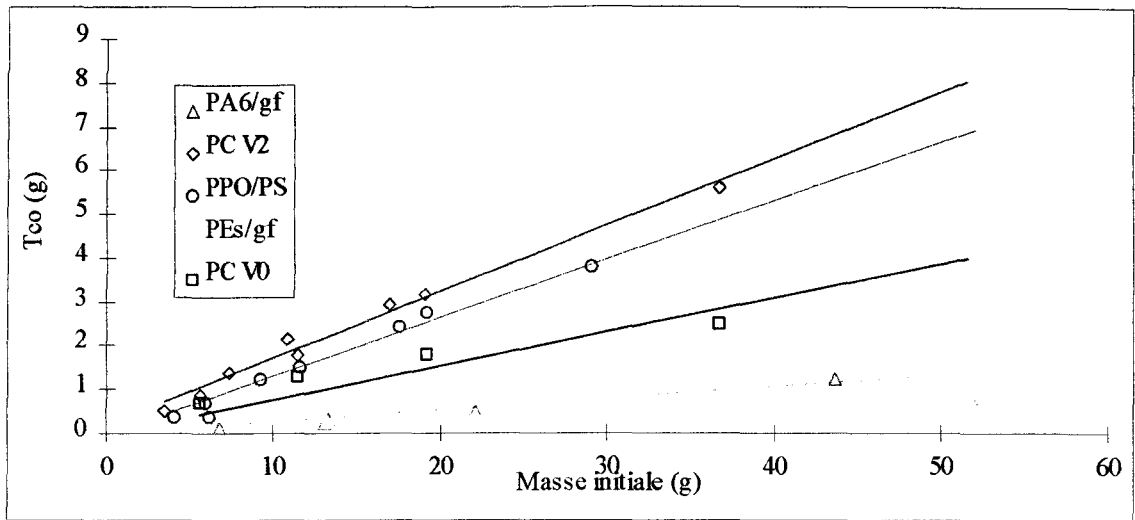


Figure I-8 : quantités totales de CO en fonction des masses initiales.

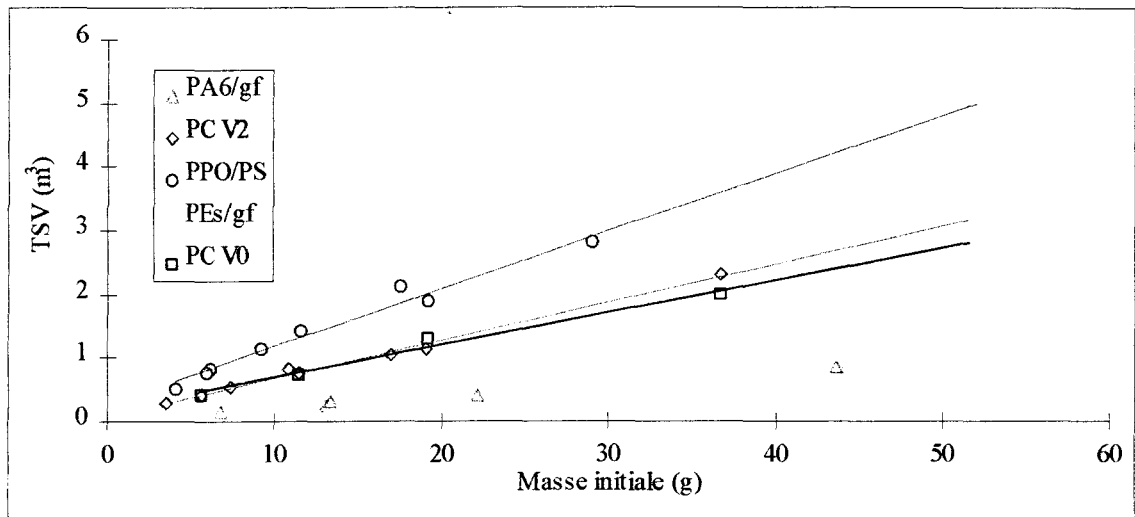


Figure I-9 : Volume total des fumées en fonctions des masses initiales.

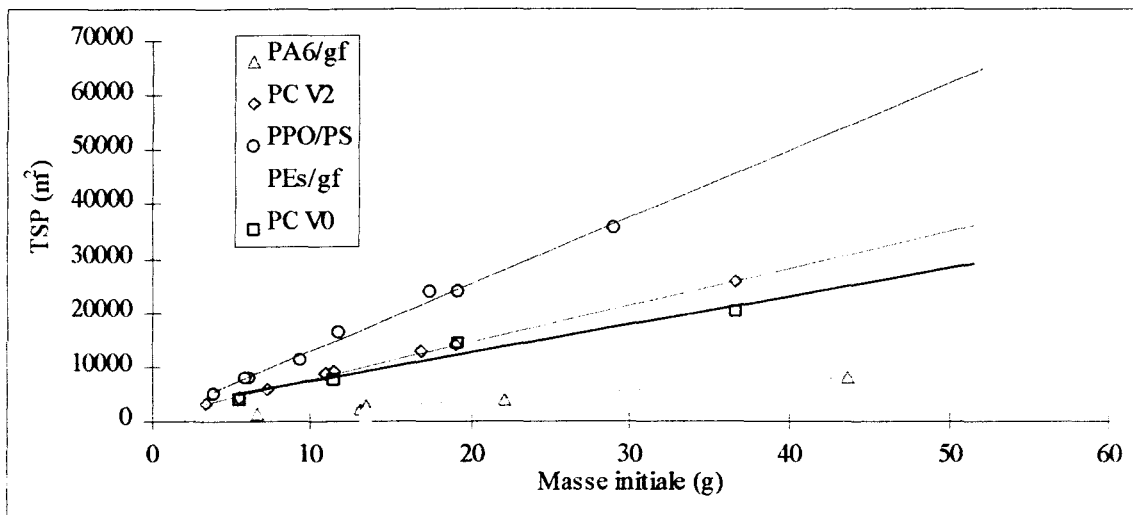


Figure I-10 : Quantités totales de fumées en fonction des masses initiales.

L'analyse des courbes montre que l'ensemble des paramètres considérés évoluent de manière linéaire avec la masse initiale de matière présente au sein de l'éprouvette. Les coefficients de corrélation sont dans tous les cas supérieurs à 0,99. Les pentes correspondantes définissent la potentialité de la matière vis à vis d'un paramètre donné et correspondent donc à la quantification des différents facteurs de risque suivants :

- ◇ Un potentiel énergétique, P_{THE} , fonction de la quantité totale de chaleur libérée.
- ◇ Deux potentiels fuminogènes, P_{TSV} et P_{TSP} respectivement fonctions du TSV et du TSP
- ◇ Les potentiels toxiques en CO_2 (P_{CO_2}) et en CO (P_{CO}), fonctions des quantités totales de CO_2 et de CO mesurées.

Les valeurs obtenues pour chacune des matières considérées sont rassemblées dans le tableau I-6. Elles sont complétées par les résultats issus de l'évaluation de trois autres matières (PVC, ABS et PC-ABS) non reportés sur les graphiques III-6 à III-10 dans un souci de clarté.

	P_{THE} (kJ/g)	P_{TSV} (m ³ /g)	P_{TSP} (m ² /g)	P_{CO_2} (g/g)	P_{CO} (g/g)
PC V0	22,4	0,050	520	1,55	0,060
PC V2	22,6	0,06	675	1,53	0,151
PPO/PS	22	0,090	1231	1,21	0,145
PEs/gf	4,5	0,006	59	0,305	0,015
PA6/gf	17	0,018	179	1	0,030
PVC	4,4	0,030	268	0,36	0,023
ABS	27,5	0,056	848	1,67	0,048
PC-ABS	21,4	0,082	945	1,05	0,197

Tableau I-6 : Quantités cumulées en fonction des masses initiales.

2.2.4 Discussion.

Pour chacune des matières considérées, une relation linéaire entre les paramètres cumulés et la masse de matière introduite dans l'éprouvette a pu être établie.

Cette étude nous a permis de définir de nouveaux paramètres capables de quantifier des potentiels risque en termes de dégagements de chaleur, de fumées, de monoxyde et de dioxyde de carbone.

L'estimation globale du risque relatif à un matériau passe par une prise en compte de l'ensemble des potentiels qui le caractérisent. Un potentiel global (P_G), somme des différents potentiels, peut ainsi être défini :

$$P_G = P_{THE} + P_{TSP} + P_{TSV} + P_{CO} + P_{CO_2}$$

Compte-tenu des fourchettes de valeurs à l'intérieur desquelles les différents potentiels se situent (tableau I-6), leur addition directe s'avère non représentative. Il est donc proposé de les normer entre 0 et 1 en utilisant la relation suivante :

$$P_n = \frac{P - P_{min}}{P_{max} - P_{min}}$$

P_n : Valeur normée du potentiel du matériau.

P_{max} : Valeur maximale de potentiel obtenue pour la série de matériaux.

P_{min} : Valeur minimale de potentiel obtenue pour la série de matériaux.

P : Valeur du potentiel du matériau.

Plus le paramètre normé sera petit, plus la performance du matériau sera bonne. Le tableau I-7 regroupe les valeurs normées des différents potentiels ainsi que les potentiels globaux relatifs aux cinq matériaux considérés.

	P_{THE} normé (kJ/g)	P_{TSV} normé (m ³ /g)	P_{TSP} normé (m ² /g)	P_{CO_2} normé (g/g)	P_{CO} normé (g/g)	P_G
PC V0	0,99	0,52	0,39	1	0,33	3,23
PC V2	1	0,64	0,52	0,98	1	4,15
PPO/PS	0,96	1	1	0,73	0,95	4,65
PEs/gf	0	0	0	0	0	0
PA6/gf	0,69	0,14	0,10	0,56	0,11	1,60
PVC	0	0,28	0,18	0,04	0,04	0,54
ABS	1	0,59	0,67	1	0,18	3,44
PC/ABS	0,73	0,90	0,75	0,55	1	3,93

Tableau I-7 : Quantités cumulées normées en fonction des masses initiales. Calcul de potentiels globaux.

La classification des matériaux, basée sur la valeur du potentiel de risque global P_G , est la suivante (du meilleur comportement au moins bon) :

PEs>>PVC>PA6>PC VO>ABS>PC V2>PC/ABS>PPO/PS

Le potentiel global (P_G), somme des différents potentiels normés, permet donc de déterminer un comportement au feu des matériaux fonction de leurs masses initiales et prenant conjointement en compte le dégagement de chaleur, la quantité de fumées produites, et les quantités de CO et de CO₂ libérées.

2.3 EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU D'UN MATERIAU : LE CONCEPT D'INDICES DE MATIERES.

Le développement d'un incendie et donc sa prévention sont conditionnés par les deux principaux paramètres thermiques suivants :

- La vitesse à laquelle le feu se développe. En terme de sécurité, plus elle est élevée, plus les possibilités d'évacuation des locaux risquent d'être compromises.

- L'énergie totale générée par l'incendie, car c'est elle qui va contribuer à initier la dégradation des produits situés dans son milieu environnant, provoquer leur inflammation et donc au final favoriser la propagation du feu.

En général, ces deux paramètres sont reliés à des essais à petite échelle et considérés séparément, le premier par le biais du débit calorifique, le second par la quantité totale de chaleur libérée. Pourtant, le danger associable à l'un ou à l'autre est d'importance comparable et il ne semble pas justifié d'en privilégier l'un plutôt que l'autre.

De plus, le profil de la courbe de débit calorifique est une donnée importante fournissant des informations sur l'historique de la combustion.

La considération conjointe de ces trois éléments a donné lieu à la définition d'un indice d'énergie [18] globalement plus représentatif du danger d'incendie.

L'objectif de ce travail consiste à développer ce concept à travers l'utilisation du cône calorimètre.

Une première partie présentera de manière détaillée le mode de détermination de l'indice d'énergie et étendra ce concept à d'autres paramètres quantifiables par l'essai au cône calorimètre. La seconde partie illustrera la manière dont les indices préalablement définis peuvent être exploités.

2.3.1 Définition des indices.

2.3.1.1 Introduction.

Le temps au bout duquel la vitesse de dégagement de chaleur aura atteint sa valeur maximale peut affecter l'évacuation des lieux en cas d'incendie. Elle constitue à ce titre une donnée complémentaire dans l'estimation du risque. A titre d'exemple, la figure I-11 présente les profils de débit calorifique d'un polyamide 6 évalué sous une irradiance de 40 kW/m² et d'un alliage PPO/PS évalué sous une irradiance de 50 kW/m² (ces deux flux d'irradiance différents étant justifiés par le souci d'obtenir des valeurs maximales de débit calorifique proches).

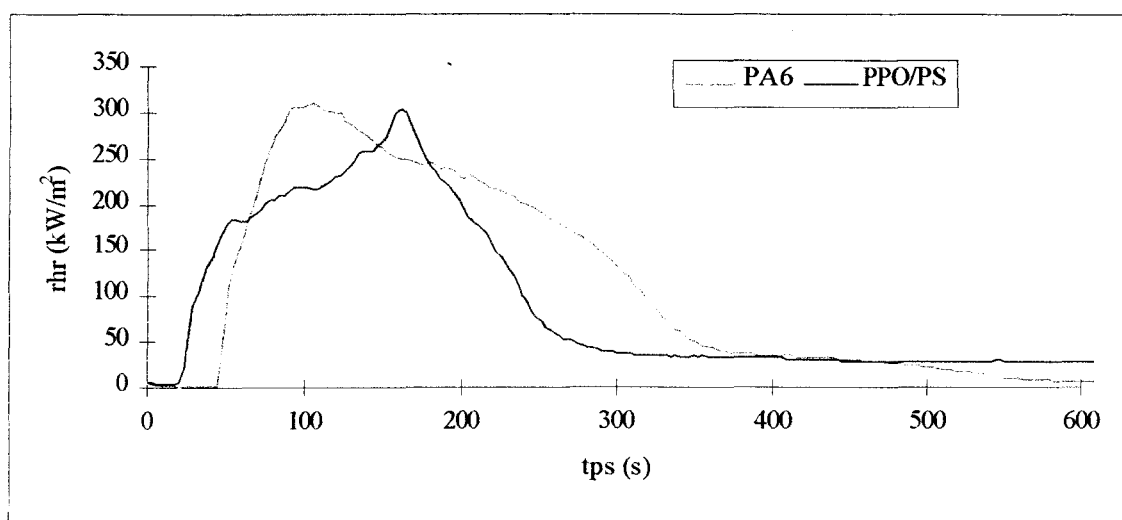


Figure I-11 : profils de débit calorifiques relatifs à deux matières de nature différentes

Les RHR maxima ont une valeur d'environ 330 kW/m² mais ils apparaissent à des temps différents (100s pour le polyamide, 160s pour l'alliage PPO/PS). Cette différence significative ne serait pas mise en évidence si l'on ne considérait que la valeur maximale du débit calorifique.

De même, l'énergie libérée par la combustion, en se dissipant à proximité d'autres produits, contribue à leur dégradation et constitue donc un facteur de risque supplémentaire à considérer. La figure I-12 nous en donne l'illustration. Elle regroupe les courbes de débit calorifique relatives à deux polycarbonates V2 et V0 moulés sous la forme d'éprouvettes de 1,5 mm d'épaisseur et obtenues sous une irradiance de 40 kW/m².

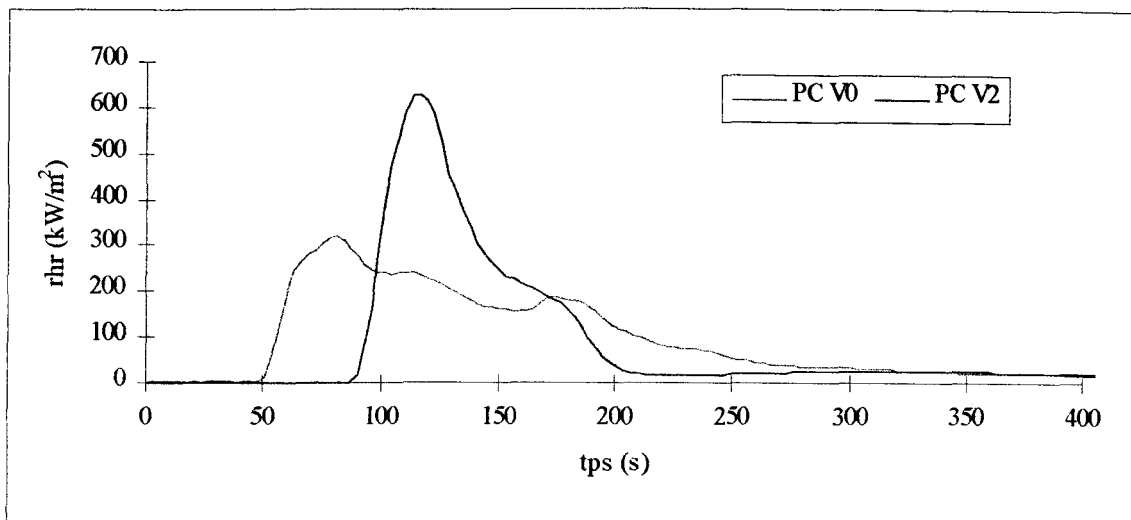


Figure I-12: Profils de débits calorifique relatifs à deux polycarbonates V0 et V2.

Ces deux polycarbonates conduisent à des valeurs maximums de débits calorifiques différentes (320 kW/m^2 pour le PC V0, 620 kW/m^2 pour le PC V2), qui apparaissent à des temps différents (81s pour le PC V0 et 114s pour le PC V2). Toutefois, les quantités totales de chaleur associées à chacune de ces deux courbes sont identiques (440 kJ environ) et traduisent un niveau de performance comparable sous cet aspect.

Ces deux constats mettent l'accent sur le fait qu'il est nécessaire, sous peine de perdre une partie des informations nécessaires à une approche complète de la performance au feu, de considérer conjointement plusieurs paramètres : la quantité totale de chaleur libérée, le débit calorifique et le temps relatif à sa valeur. L'indice d'énergie présenté ci-après regroupe ces trois paramètres.

2.3.1.2 Le concept d'indice d'énergie : présentation et détails de calcul.

L'indice d'énergie peut être considéré comme un indice indicateur du déroulement de la combustion. Sa définition [18] fait intervenir deux paramètres :

- Le premier est un temps caractéristique, relié au profil de débit calorifique. Il correspond au barycentre t' de la courbe de débit calorifique et est calculé à partir de la relation suivante:

$$t' = \frac{\int rhr(t) \cdot t \cdot dt}{\int rhr(t) \cdot dt}$$

avec : $\int rhr(t) \cdot t \cdot dt$: moment statistique du premier ordre du débit calorifique.

$\int rhr(t) \cdot dt$: énergie totale libérée par la combustion.

Ce temps t' est directement relié à l'évolution du débit calorifique. Il correspond au temps moyen nécessaire pour libérer l'énergie contenue à l'intérieur du matériau. Il contient de plus des informations sur la vitesse de dégagement de chaleur tout en prenant en compte la totalité de la combustion.

- Le second une quantité totale de chaleur générée par la combustion calculée par intégration de la courbe de débit calorifique.

L'indice d'énergie est défini à partir de la relation :

$$I_{thr} = \frac{THE}{t'}$$

Une valeur élevée de cet indice est obtenue par la combinaison entre une quantité totale de chaleur libérée importante et un temps t' bas, c'est-à-dire une énergie libérée en moyenne très tôt. Plus la valeur de l'indice I_{thr} sera importante, plus la performance au feu de la matière considérée sera mauvaise.

2.3.1.3 Exemples d'exploitation de l'indice d'énergie.

A titre d'illustration, le calcul de l'indice d'énergie a été appliqué aux données calorifiques issues de l'évaluation d'un PA6/gf au cône calorimètre sous une irradiance de 40 kW/m². Le tableau I-8 regroupe les résultats de cette caractérisation:

RHR max (kW/m ²)	THE (kJ)	t' (s)	I _{thr} (kW)
330	735	237	3.1

Tableau I-8 : exploitation des données calorifiques relatives à l'évaluation d'un PA6.

Le temps t' et l'indice I_{thr} sont reportés sur la courbe de débit calorifique relative à l'échantillon considéré et représentée par la figure I-13.

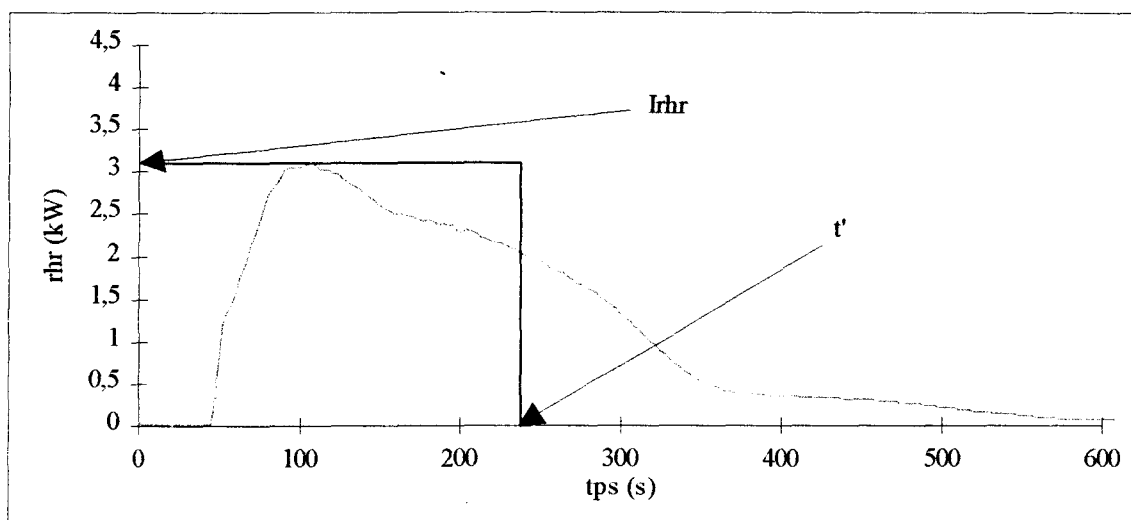


Figure I-13 : Profil de débit calorifique d'un PA6 et représentation du temps t' .

La valeur de la quantité totale de chaleur libérée (THE) correspond, selon la définition de l'indice d'énergie, au produit entre I_{thr} et t' , soit selon la figure I-13, à l'aire du rectangle de largeur I_{thr} et de longueur t' .

Plus généralement, deux matières caractérisées par des profils de débit calorifique identiques, de mêmes valeurs maximales, mais dont l'un apparaît plus tard que l'autre, conduiront à deux valeurs de t' différentes mais à des quantités totales de chaleur libérée (THE) identiques. Le produit ($I_{thr} \times t'$) sera donc identique pour les deux matières considérées. Comme leurs valeurs de t' sont différentes, leurs deux indices seront nécessairement différents. Elles seront de ce fait différenciables par la considération de ce seul paramètre, contenant des informations sur le débit calorifique, son profil et la quantité totale de chaleur libérée.

2.3.1.4 Elargissement du concept.

La théorie présentée ci-dessus ne prend en référence que l'aspect thermique de la dégradation de la matière. Toutefois, comme nous l'avons déjà mentionné, l'essai au cône calorimètre permet la mesure d'autres paramètres tels que l'opacité « dynamique » des fumées (k , en m^{-1}), les fractions volumiques de CO (en ppm) et de CO₂ (en %) contenues dans les fumées et enfin la température des fumées dans le conduit d'extraction.

Nous avons élargi le concept de l'indice d'énergie I_{thr} à chacune de ces mesures pour finalement aboutir à la définition des paramètres suivants :

- ◇ **Un indice de fumées**, I_f , déterminé selon l'équation suivante à partir de l'évolution du facteur k :

$$I_f = \frac{E_f}{t'_f}$$

Avec :

$E_f = \int k(t) \cdot dt$: Intégration de la courbe $k(t)$ en fonction du temps.

$t'_f = \frac{\int k(t) \cdot t \cdot dt}{\int k(t) \cdot dt}$: Moment statistique du premier ordre de la courbe $k(t)$ calculé en

fonction du temps.

- ◇ **Un indice de température**, I_T , déterminé à partir de l'élévation de température provoquée par les fumées:

$$I_T = \frac{E_T}{t'_T}$$

(E_T et t'_T se calculant de la même manière que leurs homologues ci-dessus).

- ◇ **Un indice de monoxyde de carbone**, I_{co} , déterminé à partir de la fraction volumique en monoxyde carbone dans les fumées selon l'équation :

$$I_{co} = \frac{E_{co}}{t'_{co}}$$

(E_{co} et t'_{co} se calculant de la même manière que leurs homologues ci-dessus).

◇ Enfin, un indice de dioxyde de carbone, I_{co_2} , déterminé à partir de la fraction volumique en dioxyde de carbone dans les fumées selon l'équation :

$$I_{co_2} = \frac{E_{co_2}}{t'_{co_2}}$$

(E_{co_2} et t'_{co_2} se calculant de la même manière que leurs équivalents ci-dessus).

La partie suivante va permettre au travers de quelques exemples de mettre en évidence toute la potentialité des indices et les informations pouvant être tirées de leur utilisation.

2.3.2 Exploitation du concept d'indice.

2.3.2.1 Influence de l'irradiance sur l'indice d'énergie.

Différentes études réalisés au cône calorimètre [19] ont permis de constater l'influence du flux d'irradiance sur un certain nombre de paramètres tels que notamment le temps de première inflammation et le rapport entre les quantités totales de CO et de CO₂.

- Pour une grande majorité de matières, cette influence manifeste également sur la « valeur pic » du débit calorifique [20]. En effet, en augmentant la sévérité de l'attaque, la matière est d'avantage dégradée, l'accumulation de gaz avant l'inflammation est donc plus importante. Ces conditions favorisent l'orientation de la combustion vers un débit calorifique maximum élevé. La figure I-14 est représentative de l'évolution du rhr maximum en fonction de l'intensité du flux d'irradiance pour un alliage PPO/PS de 3mm d'épaisseur.

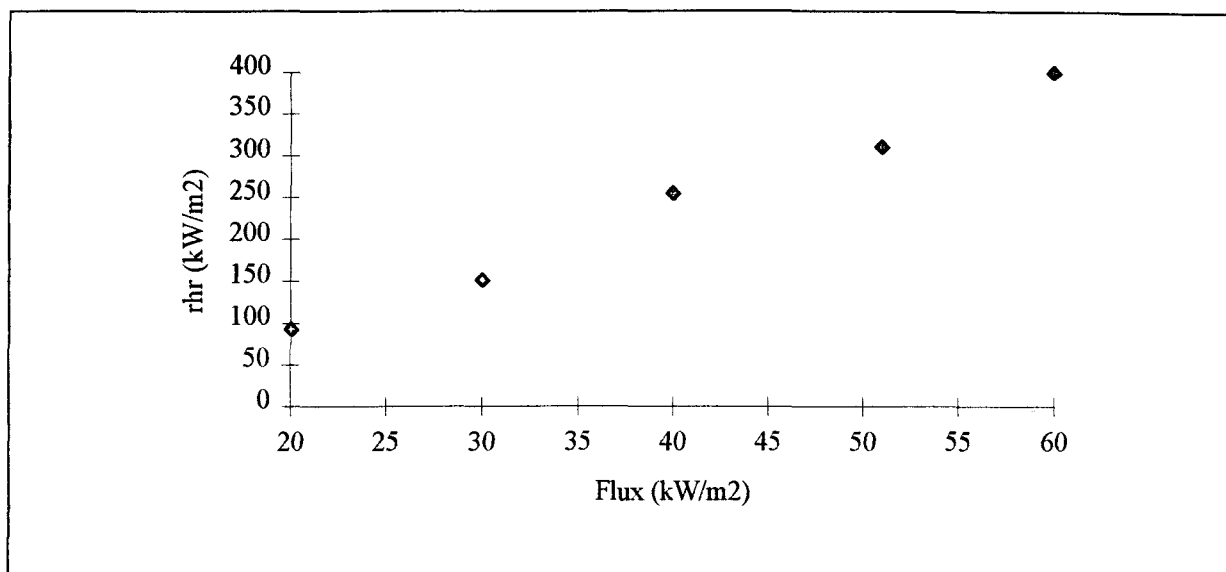


Figure I-14 : Evolution de la valeur pic du débit calorifique en fonction du flux pour un échantillon de PPO/PS d'épaisseur 3mm.

Ce résultat montre que le risque pouvant être associé à la matière est dans ce cas différent d'une valeur de flux à l'autre. Il est donc fonction en réalité de la sévérité de l'incendie. La valeur maximale du rhr est directement proportionnelle au flux d'irradiance : le coefficient de corrélation pour cet exemple précis est supérieur à 0,99.

- Les différentes études [21] montrent que ce type d'évolution est le plus courant. Cependant, pour certaines formulations, la variation du flux d'irradiance est sans effet sur la valeur maximale du débit calorifique. A titre d'exemple, le polyester chargé en fibres de verre fait partie de ces exceptions et conduit à un rhr maximum oscillant entre 146 et 189 kW/m² lorsque le flux passe de 20 à 70 kW/m² (figure I-15). Le risque qui peut être associé à son comportement semble donc a priori indépendant des conditions d'irradiance. Par contre, la considération des indices d'énergie correspondant nous permet de mettre en évidence un comportement global influencé par la variation de l'irradiance et une évolution linéaire de la valeur de l'indice d'énergie avec le flux.

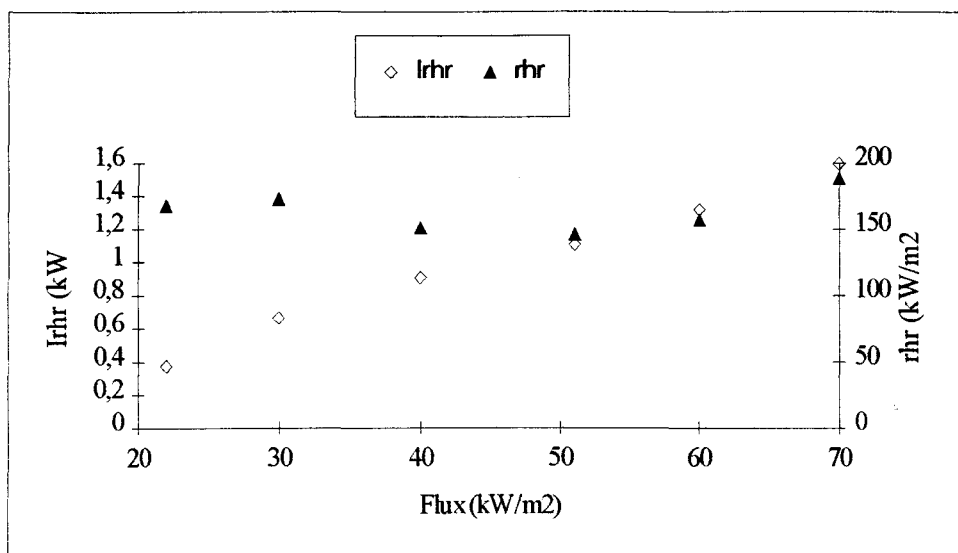
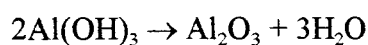


Figure I-15 : Indice d'énergie et débit calorifique en fonction du flux pour un polyester chargé en fibres de verre.

Ce comportement peut être attribué à la présence dans la formulation d'hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$ qui est un composé retardateur de flamme. Son principe d'action repose sur la réaction de décomposition suivante [22] au caractère fortement endothermique ($\Delta H = 298 \text{ kJ/mole}$).



Elle réduit donc l'apport d'énergie au substrat et contribue ainsi à rendre la vitesse de dégagement de chaleur constante aux différents flux envisagés. D'autre part, en retardant la dégradation thermique, elle concourt à l'augmentation de l'indice d'énergie avec l'irradiance.

Ce résultat montre que la considération de l'indice d'énergie fournit une indication précieuse du danger d'un produit par rapport au feu, plus complète que celle pouvant être obtenue par le biais des débits calorifiques maximum.

2.3.2.2 Relation entre l'indice d'énergie et l'indice de température des fumées.

Des travaux récents, intervenus dans le cadre de la mise en place de la directive européenne sur les produits de la construction [23], ont eu pour objectif de développer de nouvelles méthodes d'évaluation parmi lesquelles on trouve l'essai Roland [24]. Sa méthodologie, développée par le LSF (laboratoire d'étude du comportement au feu des matériaux) en Italie, est basée sur le modèle feu d'un panneau radiant adapté à des essais sur produits. La recherche d'un moyen permettant de relier le débit calorifique maximum et la température maximale des fumées a constitué l'un des objectifs sous-jacent au développement de cette méthode d'essai. Une première campagne concernant soixante-douze produits différents a mis en évidence que les indices d'énergie et de température permettent de répondre à cet objectif. La relation suivante a ainsi été établie [17] :

$$I_T = 2,13I_{rhr} + 3,71$$

Elle permet de relier un paramètre thermique relatif à la combustion (obtenu par une mesure de température) à un paramètre « chimique » (obtenu par mesure de la quantité d'oxygène consommé).

L'objectif de ce travail est de vérifier si une relation équivalente peut être établie à partir des résultats obtenus par l'essai au cône calorimètre sous une irradiance de 40 kW/m².

Le tableau I-9 rassemble les débits calorifiques maximaux, les températures maximales des fumées, les indices d'énergie et de température relatifs à l'évaluation au cône calorimètre de onze matériaux différents.

Matériaux	PEs	ABS	ABS	PPO/PS	PPO/PS	PC V0	PC V0	PC V2	PC V2	PA6	PA6
Epaisseurs (mm)	2,5	1,5	3	1,5	3	1,5	3	1,5	3	1,5	3
Tmax (K)	355	432	447	371	360	350	355	382	376	385	374
RHRmax (kW)	1,5	7,5	8,9	2,8	2,55	3,1	2,45	5,95	4,6	4,5	3
I _T (K)	18	78	102	27	30	26,5	27	27,5	27	55	51
I _{RHR} (kW)	0,9	5,4	6,75	1,8	2,25	2	2,2	1,75	1,7	3,7	2,9

Tableau I-9 : Paramètres thermiques et énergétiques des 11 matériaux retenus.

La figure I-16 représente le rhr maximum en fonction de la température maximum des fumées pour les onze matériaux retenus.

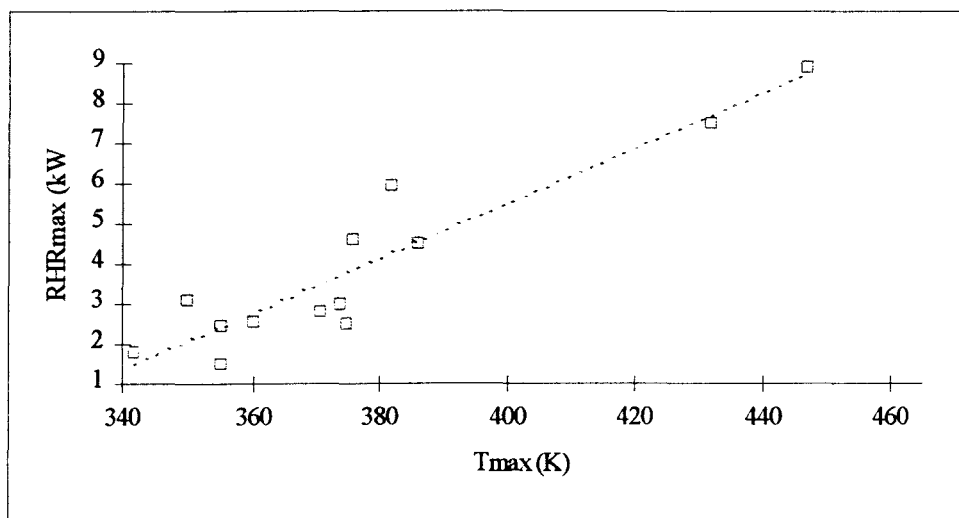


Figure I-16 : Vitesse maximale de dégagement de chaleur en fonction de la température maximale des fumées.

Le coefficient de corrélation associé à la droite moyenne est de 0,88. La mesure de la température des fumées ne donne donc qu'une estimation sommaire de la valeur du débit calorifique maximum.

La figure I-17 représente les indices de température (I_T) relatifs à ces treize matières en fonction des indice de débits calorifiques (I_{thr}) correspondant.

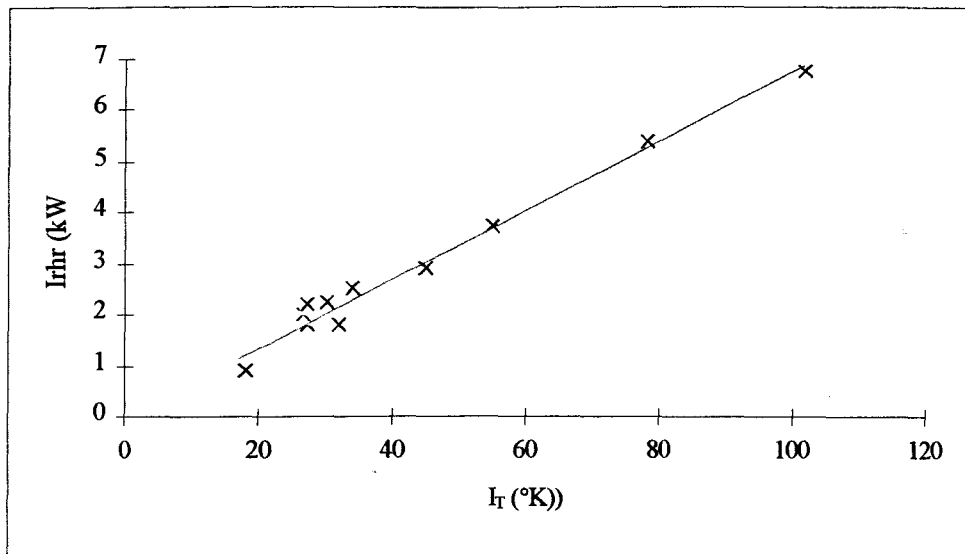


Figure I-17 : Indices de débit calorifique en fonction des indices de température.

L'indice de température évolue avec l'indice de débit calorifique : le coefficient de corrélation associé à la droite moyenne est de 0,98. Son équation est la suivante :

$$I_{RHR} = 0,07I_T + 0,01$$

Par l'intermédiaire des indices correspondants, la mesure de la température des fumées constitue donc un bon indicateur de la performance d'une matière déterminée à partir de la mesure de la consommation d'oxygène. La corrélation issue des indices ($r^2=0,98$) est meilleure que celle obtenue en considérant les valeurs maximales de débits calorifiques et de température ($r^2=0,88$). En ce sens, la considération des indices améliore les possibilités de corrélation entre le débit calorifique et la température des fumées.

3. DEVELOPPEMENT D'UNE METHODE ANALYTIQUE SPECIFIQUE POUR L'ANALYSE DES PRODUITS DE DEGRADATION ET DE COMBUSTION.

L'analyse des produits de dégradation formés au cours d'une combustion constitue une source d'information dynamique sur le comportement au feu des matériaux et contribue à une meilleure connaissance des mécanismes de dégradation et de combustion.

D'autre part, l'analyse des quantités de monoxyde et de dioxyde de carbone dans l'effluent est révélatrice de l'ampleur de la combustion. A ce titre, le rapport entre ces deux quantités est repris par la réglementation comme élément caractéristique de l'incendie [25].

Dans le cadre de cette étude, nous avons développé une méthode analytique permettant la mesure qualitative, quantitative et en temps réel des produits générés au cours d'une combustion. Elle associe le cône calorimètre, choisi comme modèle feu, à un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) comme moyen d'analyse des produits de dégradation et de combustion.

3.1 PRESENTATION DE L'ENSEMBLE ANALYTIQUE.

Le montage associant le modèle feu du cône calorimètre à l'IRTF a fait l'objet de plusieurs travaux [26-27], figure dans certains documents relatifs à l'évaluation de la toxicité des effluents du feu [28-29] et est également repris dans un rapport technique propre aux pays nordiques [27].

L'analyse IRTF présente l'avantage, par rapport à d'autres techniques telles que la chromatographie en phase gazeuse ou la spectrométrie de masse, d'identifier et de quantifier simultanément et en temps réel un certain nombre de gaz (jusqu'à vingt-cinq) à partir d'un flux continu prélevé sur les effluents de la combustion.

Une partie des effluents est prélevée au niveau du conduit d'extraction du cône calorimètre. Un filtre chaud maintenu à la température de 180°C permet de piéger les suies. L'échantillonnage est alors amené au moyen d'une ligne de transfert (maintenue elle aussi à 180°C pour minimiser les pertes et la condensation) vers la cellule gaz du spectromètre. La figure I-18 [30] schématise le cheminement des effluents gazeux à partir du cône calorimètre et à l'intérieur de la cellule de mesure du spectromètre.

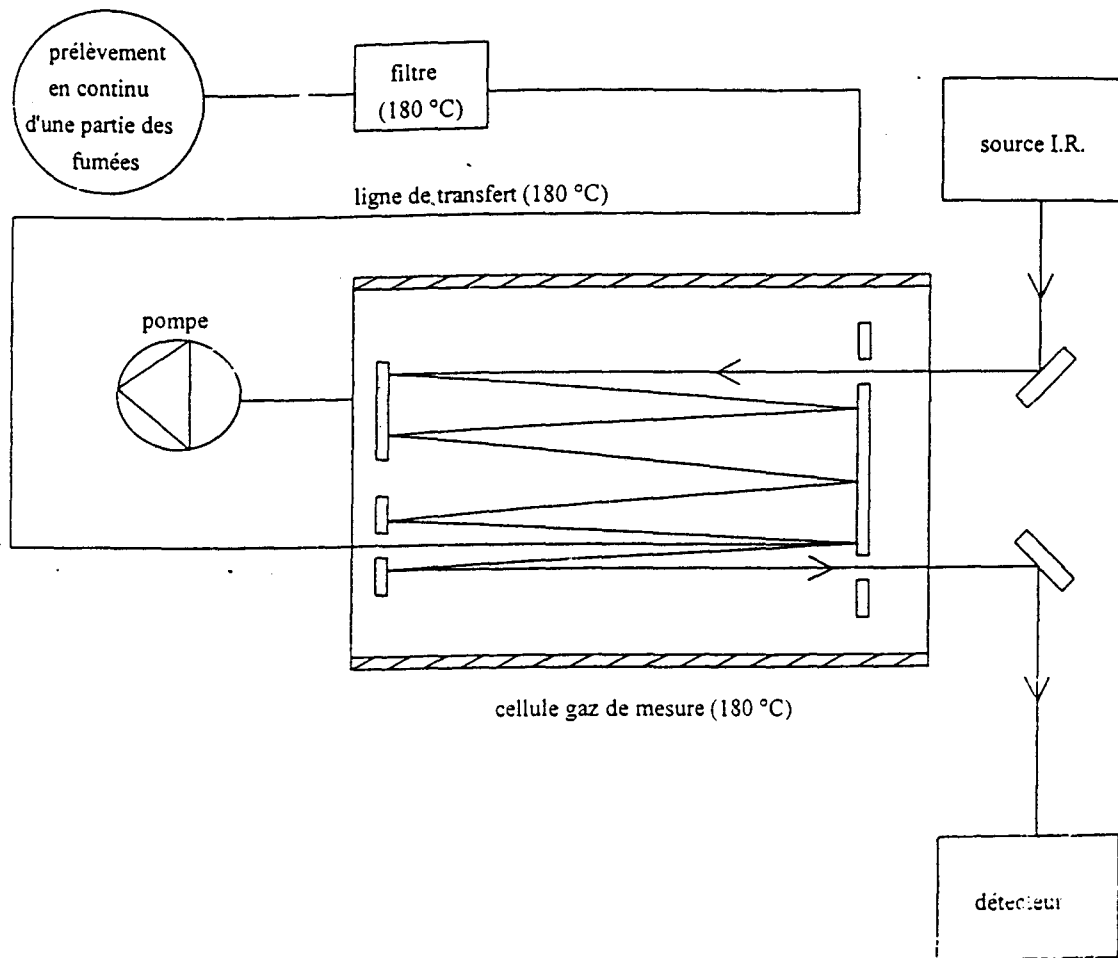


Figure I-18 : Cheminement des effluents gazeux à partir du cône calorimètre et à l'intérieur de la cellule de mesure du spectromètre

Le volume de la cellule de mesure est de 0,75l pour un trajet optique de 3,77 m. Les effluents gazeux y transitent avec un débit de 20 l/min correspondant à un contenu de cellule renouvelé toutes les 2 à 3 secondes. Le spectromètre réalise successivement vingt-quatre interférogrammes et en effectue la moyenne toutes les quinze secondes.

La caractérisation se fait à partir de spectres de gaz standards de concentrations connues. Elle passe par l'élaboration d'une méthode (METHX dans le logiciel REGA) qui regroupe des consignes sur la nature des gaz à prendre en compte ainsi que les régions de la bande infrarouge dans lesquelles chacun d'entre eux sera identifié et quantifié. La figure I-19 schématise le mode de fonctionnement du programme pour l'analyse qualitative.

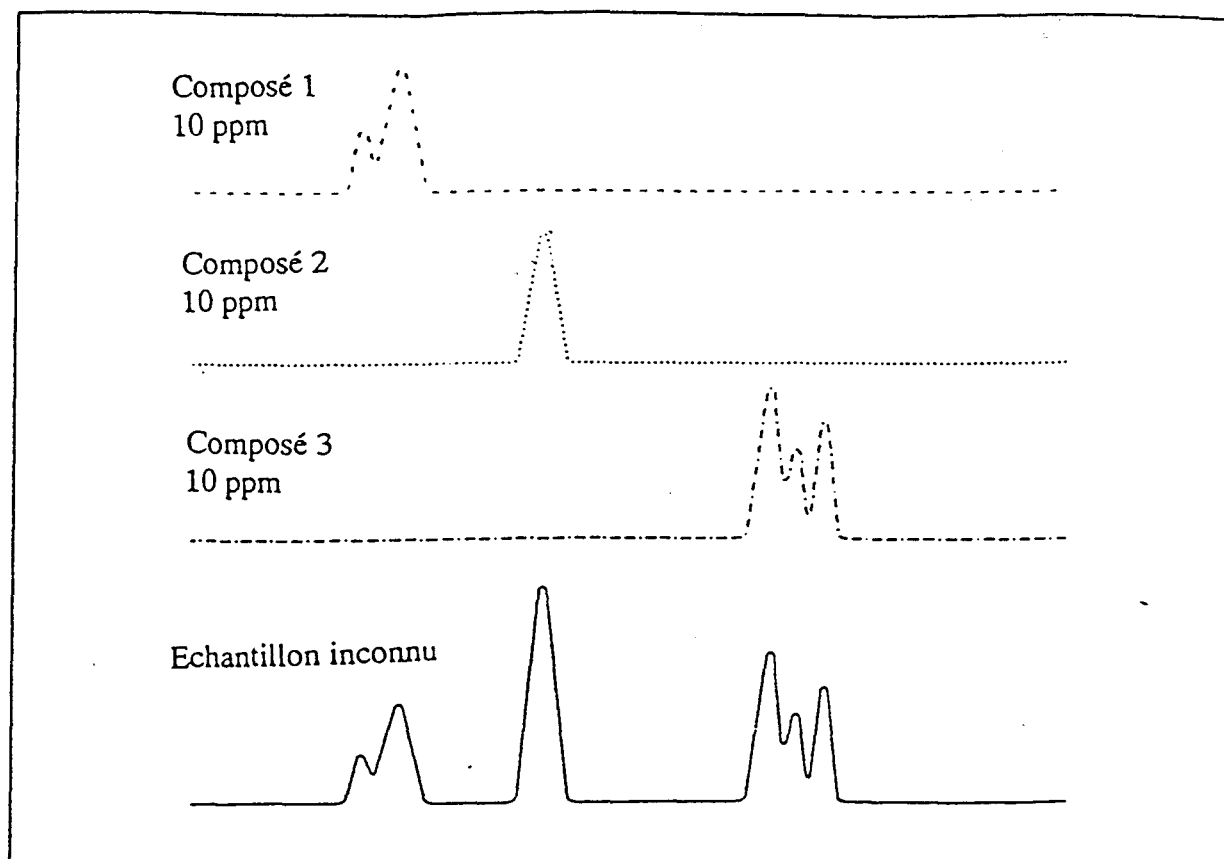


Figure I-19 : Principe de l'analyse qualitative par la technique IRTF.

La méthode METHX calcule la concentration de chaque composé dans l'échantillon en « fittant » le spectre du composé pur au spectre de l'échantillon (figure I-20).

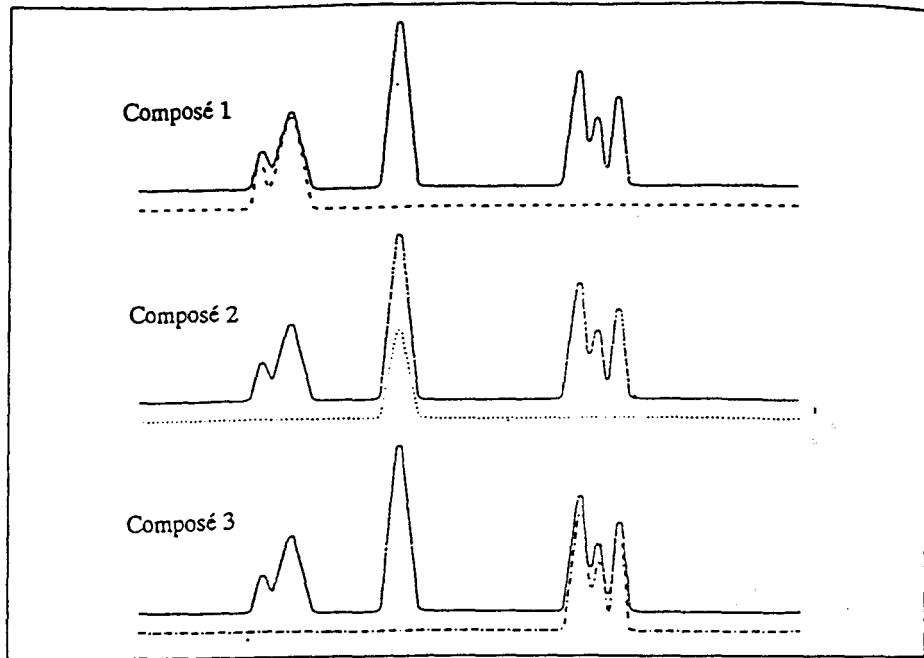


Figure I-20 : Principe de l'analyse quantitative par la technique IRTF.

Un facteur multiplicatif est affecté à chaque spectre de gaz pur présent dans le mélange inconnu. Les facteurs sont alors multipliés par la concentration du gaz de référence pour évaluer la concentration dans le mélange. Il est alors possible de calculer un spectre synthétique à partir de la sommation des spectres de gaz purs affectés de leur facteur multiplicatif (figure I-21) [31]:

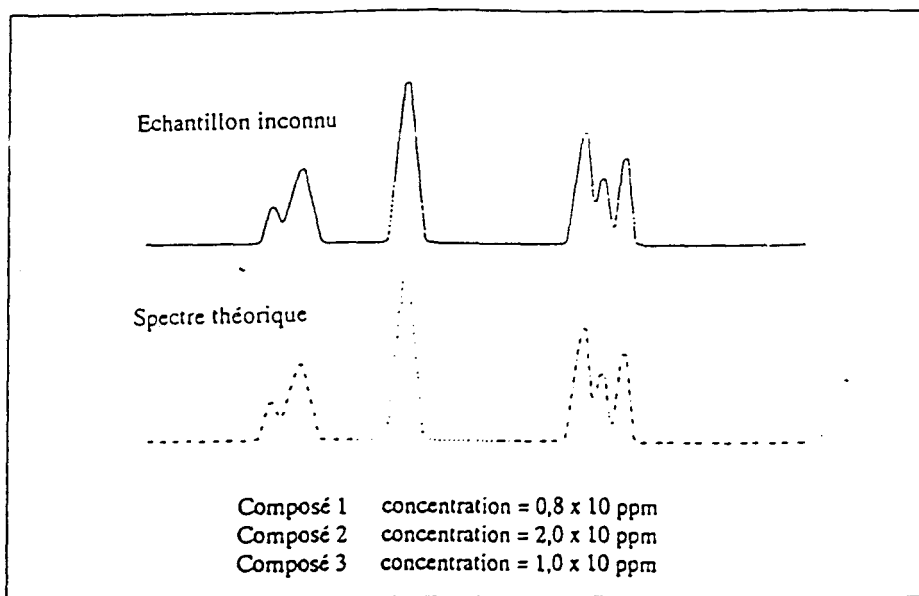


Figure I-21 : Principe de l'analyse quantitative par la technique IRTF.

La nature du polymère constituant la matrice du matériau conditionne les produits de dégradation susceptibles de se former et oriente donc la sélection des gaz à inclure dans la méthode. Cette considération nécessite le développement d'une méthode d'analyse par grande famille de matériau. La partie suivante se propose d'illustrer la manière dont elles peuvent être exploitées en vue de tirer des informations sur le déroulement de la combustion.

3.2 ANALYSE DES EFFLUENTS ET MECANISME DE DEGRADATION : APPLICATION AU CAS DU POLYESTER.

L'étude a été initialement réalisée sur les effluents issus de la combustion d'une résine polyester chargée à 25% en fibres de verre. La dégradation a été effectuée au cône calorimètre sous une irradiance de 40 kW/m^2 .

Les courbes caractérisant les produits de dégradation seront comparées à la courbe de débit calorifique obtenue simultanément, afin de relier l'avancée de la combustion aux différents effluents analysés. Le temps de cheminement entre le cône calorimètre et le spectromètre infrarouge a été pris en compte dans le but de faire correspondre les temps initiaux des deux appareils.

3.2.1 Analyse des produits libérés avant l'inflammation.

L'analyse des premiers effluents issus de la dégradation du polyester met en évidence, comme le montre la figure I-22, la présence de propène et de méthanol.

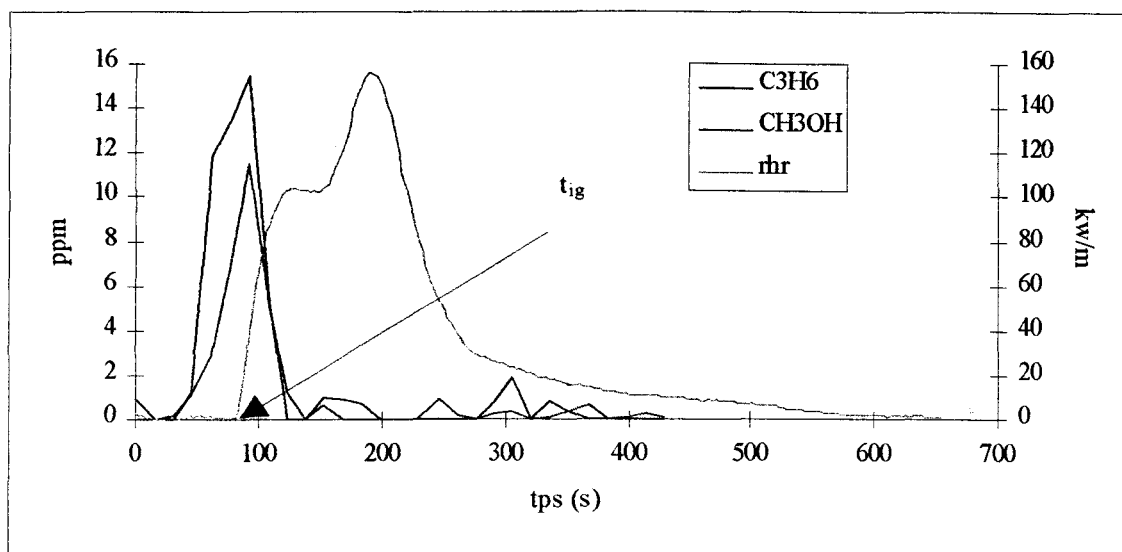


Figure I-22 : Dégagement de méthanol et de propène en fonction de l'avancée de la combustion d'un polyester

L'inflammation ($t_{ig}=89s$) se produit lorsque les quantités de méthanol et de propène sont maximales. Leur présence au sein de l'effluent contribue à l'apparition de la flamme. Leurs fractions volumiques respectives vont donc diminuer immédiatement après l'inflammation.

Au delà de ce constat, il semble intéressant d'examiner l'influence du méthanol et du propène sur l'apparition de la flamme. Dans ce but, leurs fractions respectives dans l'effluent seront artificiellement réduites grâce à une diminution de la masse de matière introduite dans des éprouvettes successives. Les essais ont été réalisés sur des échantillons d'épaisseur fixée (1,5mm) mais de surface variable. L'effet de ces modifications sur le temps de première inflammation pourra alors être suivi.

La caractérisation des gaz libérés a permis de confirmer la présence de méthanol et de propène avant l'inflammation, en quantités décroissantes lorsque la masse initiale diminue. La figure I-23 met en évidence la linéarité entre les fractions volumiques de méthanol et de propène mesurées à l'inflammation et la masse de matière constituant l'éprouvette.

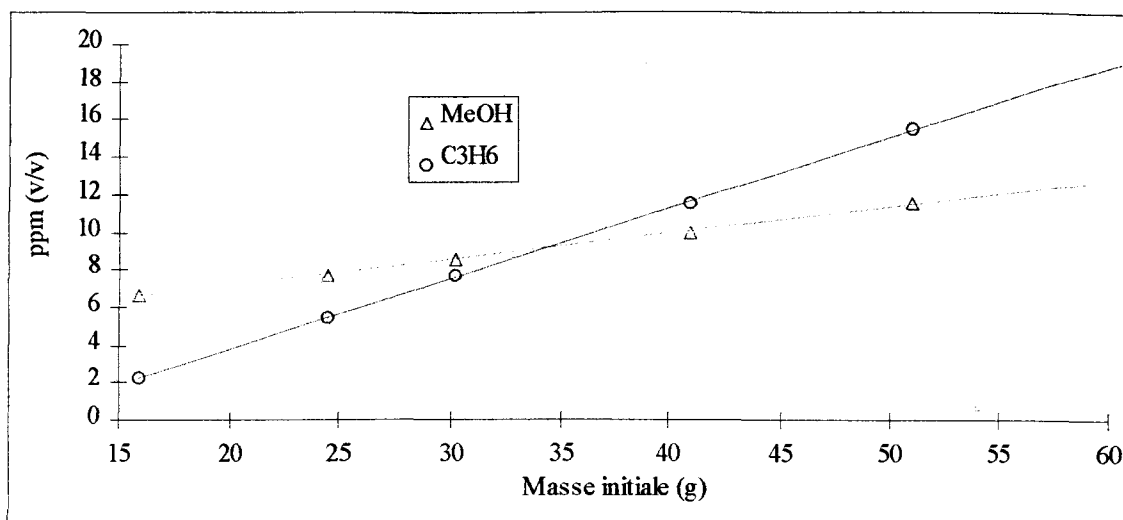


Figure I-23 : Fractions volumiques de méthanol et de propène à l'inflammation..

Cette évolution montre que l'inflammation du polyester ne se produit pas suite à l'accumulation dans l'effluent de quantités fixées de méthanol et de propène mais plutôt pour des quantités directement liées à la masse de matière présente. Le tableau I-10 regroupe ces valeurs pour différents temps de première inflammation relevés.

masses initiales (g)	temps d'inflammation (s)	CH ₃ OH (ppm)	C ₃ H ₆ (ppm)
15,9	112	6,6	2,2
24,5	106	7,75	5,5
30,2	101	8,6	7,7
41	96	10	11,6
51	89	11,5	15,5

Tableau I-10 : Fractions volumiques de méthanol et de propène en fonction des masses initiales de matière.

Le temps de première inflammation (t_{ig}) diminue lorsque la masse initiale de matière augmente, et donc lorsque les fractions respectives en méthanol et en propène quantifiées à l'inflammation augmentent. L'accumulation d'une forte quantité de ces deux produits, très volatils et très inflammables, accélère donc l'apparition de la flamme.

3.2.2 Analyse des produits libérés après l'inflammation.

Les figures I-23 et I-24 superposent la courbe d'évolution du débit calorifique aux courbes relatives à la présence de CO_2 et de CO dans l'effluent.

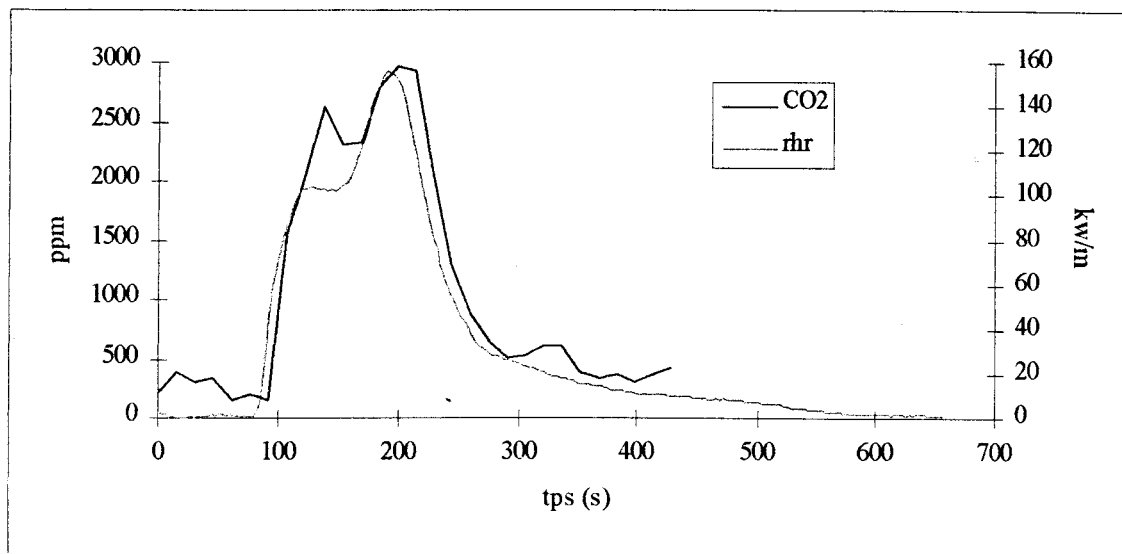


Figure I-23 : Dégagement de CO_2 en fonction de l'avancée de la combustion d'un polyester.

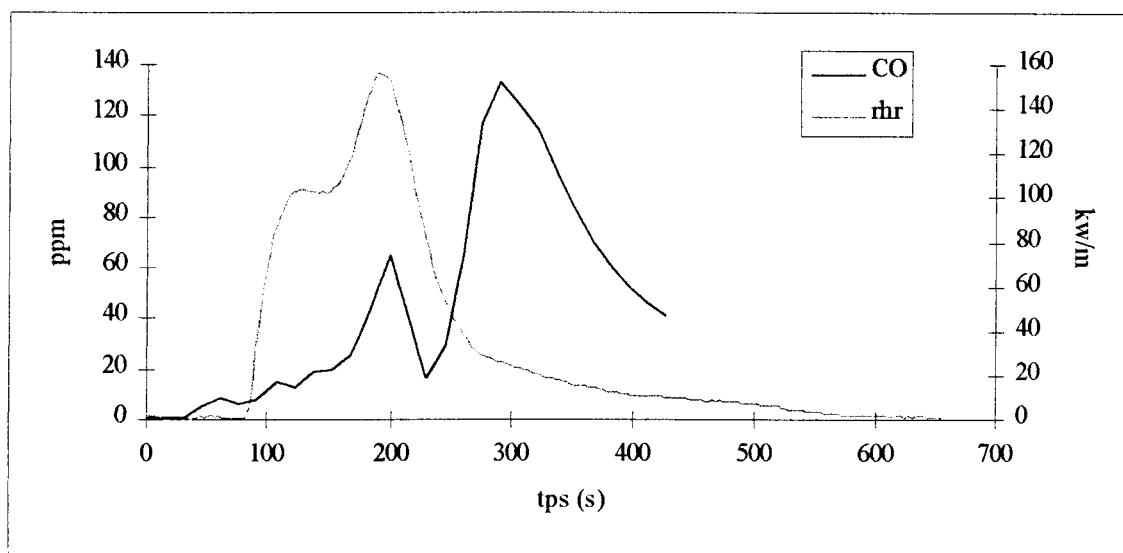


Figure I-24 : Dégagement de CO en fonction de l'avancée de la combustion d'un polyester.

L'allure générale de la courbe de débit calorifique est comparable à celle du dégagement de dioxyde de carbone (figure I-23) mettant en évidence le caractère exothermique de la formation de ce dernier.

Enfin, le dégagement de monoxyde de carbone se fait en deux étapes (figure I-24) un premier pic coïncide avec le maximum du débit calorifique. Un second, plus intense, apparaît alors que la vitesse de dégagement de chaleur diminue. A ce stade, nous pouvons émettre l'hypothèse que la quantité de chaleur amenée par la combustion de l'échantillon devient insuffisante pour oxyder le monoxyde de carbone formé en dioxyde de carbone.

3.3 ANALYSE DES EFFLUENTS ET CARACTERISATION DE LA COMBUSTION.

3.3.1 Introduction.

A l'exception des décompositions sans flamme, les quantités de CO et de CO₂ émises durant la combustion peuvent constituer un moyen simple permettant de caractériser un incendie [25]. En effet, le processus de dégradation conduit dans un premier temps au CO. Sa conversion en CO₂ dépend notablement des conditions environnantes :

- Si l'atmosphère est riche en oxygène l'oxydation du CO en CO₂ pourra avoir lieu.
- En revanche, dans le cas d'une atmosphère pauvre en oxygène (conditions d'une pyrolyse), l'oxydation du CO en CO₂ ne pourra se faire et la dégradation conduira majoritairement à la production de CO.

Comme la réaction d'oxydation du CO en CO₂ est fortement exothermique, le rapport CO₂/CO est généralement retenu pour apprécier la quantité globale de chaleur libérée par la combustion et par là même caractériser l'incendie [25].

Le cône calorimètre offre la possibilité de soumettre une éprouvette à un flux variant de 0 à 100kW/m². L'appareil simule par ce biais différentes conditions d'incendie pouvant aller du feu couvant à l'embrasement généralisé.

Ce travail a pour objectif de quantifier, pour cinq matières couramment utilisées en application électrotechnique (PC V0, PC V2, PEs/gf, PPO/PS, et PA6/gf), les rapports entre les quantités de CO₂ et de CO libérées à différents flux d'irradiance et de les utiliser pour

compléter et améliorer les valeurs définies par la réglementation pour caractériser différentes catégories d'incendie.

3.3.2 Valeur du rapport CO₂/CO en fonction de l'intensité de la combustion.

Le rapport technique 9122 partie 1 : « essais de toxicité des effluents du feu - généralités » [25] propose une classification des feux basée sur la valeur du rapport CO₂/CO dans l'effluent et de l'irradiance. Le tableau I-11 regroupe ces différentes valeurs.

Feu	Rapport CO ₂ /CO	Rayonnement (kW/m ²)
Feu couvant	Non disponible	<25
Feu en cours de développement (avec flammes)	100 à 200	20 à 40
Feu pleinement développé avec une ventilation relativement forte	<100	40 à 70

Tableau I-11 : Classification générale des feux en fonction du rapport CO₂/CO et de l'irradiance.

3.3.3 Résultats.

Les figures I-26 et I-27 présentent l'évolution des rapports massiques CO₂/CO en fonction du flux irradiant pour les cinq matériaux retenus.

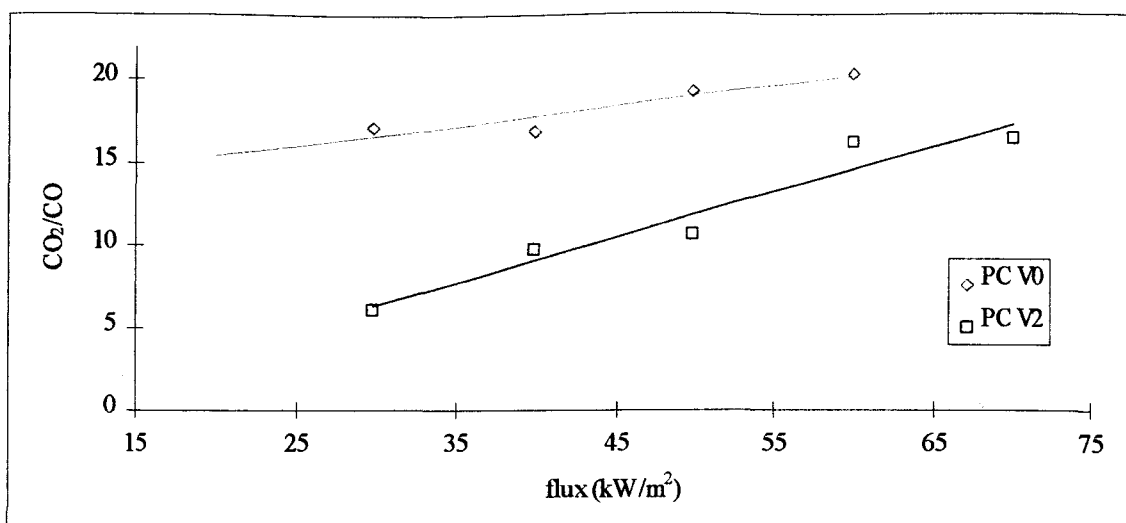


Figure I-26 : Rapports CO₂/CO en fonction du flux pour deux types de polycarbonates (3mm d'épaisseur)

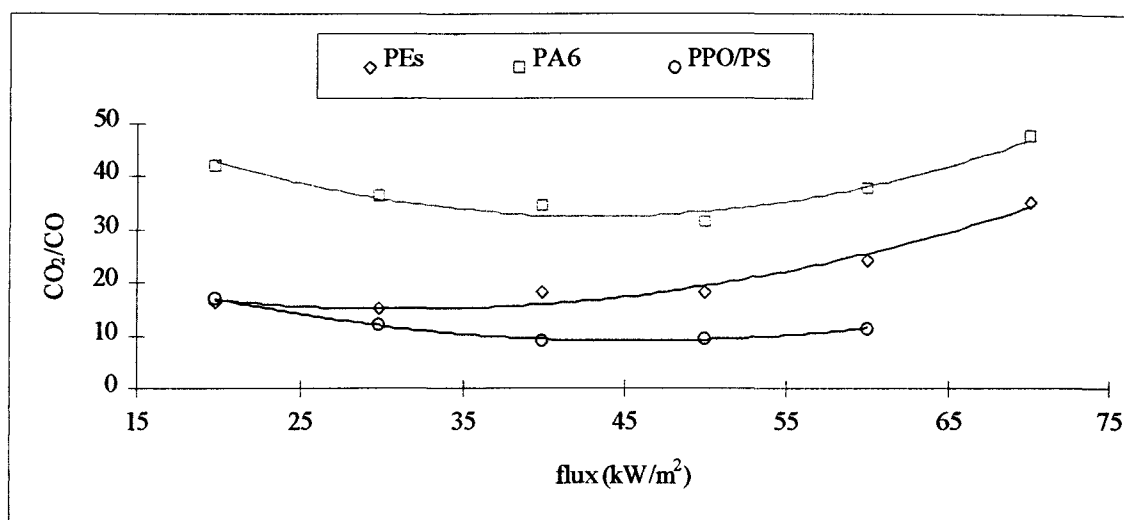


Figure I-27 : Rapports CO₂/CO en fonction du flux pour différentes matières (épaisseurs 3mm).

Les valeurs des rapports obtenus à différents flux d'irradiance sont toutes inférieures à 50 et caractérisent, en se référant au tableau I-11, des conditions de feu pleinement développé. Hors, certaines d'entr'elles sont obtenues à partir d'un flux thermique simulant d'autres catégories d'incendie (feu couvant et feu en cours de développement). Les données du rapport technique pris en référence [25] se révèlent donc en contradiction avec l'expérience. Enfin, aucune valeur du rapport CO₂/CO n'est commune pour les cinq matériaux considérés pour caractériser une catégorie d'incendie.

Chapitre 2 :

EVALUATION DU COMPORTEMENT AU FEU DES ASSOCIATIONS DE MATIERES.

Les matériaux dont on cherche à mesurer la performance au feu sont dans la grande majorité des cas constituées d'une seule matière.

Or, dans la réalité, peu de produits finis, à usage électrotechnique ou autre, se trouvent dans ce cas de figure.

Il existe donc des interactions entre matières, dues à leur juxtaposition ou à leur superposition, qui ne sont pas prises en compte par les essais réalisés sur les éprouvettes traditionnelles. En ce sens, ces derniers ne donnent qu'une image partielle et souvent erronée de la performance d'un produit.

Ce travail a pour objectif de vérifier l'existence de ces interactions pour se rapprocher du comportement réel de plusieurs ensembles de matières. L'étude comparative de leurs performances et la recherche d'associations de matières aux propriétés feu optimales pourront alors être envisagées et permettra de quantifier ces interactions.

Le modèle feu retenu pour l'évaluation des performances est celui du cône calorimètre, utilisé à une irradiance de 40 kW/m^2 afin de se placer dans des conditions d'incendie pleinement développé. Les paramètres retenus dans le cadre de cette étude seront les différents indices (I_{thr} , I_f , I_{co} et I_{co2}) définis au préalable.

Un premier paragraphe sera consacré à la présentation détaillée de l'étude envisagée. Dans les deux paragraphes suivants, deux exemples seront successivement traités : le premier concerne la juxtaposition d'un PVC, le second d'un alliage PC-ABS, avec une série d'autres matières couramment utilisées en application électrotechnique. Enfin, un quatrième paragraphe abordera les effets imputables à la superposition de deux polycarbonates qui diffèrent par leurs propriétés feu.

1. GENERALITES.

1.1 PRESENTATION DES EPROUVETTES.

Les éprouvettes pourront être constituées de matériaux associés dans le cadre d'une juxtaposition ou d'une superposition.

1.1.1 Eprouvettes pour effets de juxtaposition.

Les éprouvettes sont initialement constituées par une plaque aux dimensions standards (10cm X 10cm) pour l'essai au cône calorimètre. La matrice de base sera dans un premier cas constituée de PVC et dans un second cas d'un alliage PC-ABS, matière concurrente au PVC pour un certain nombre d'applications. Ces deux matériaux ont été mis en forme par un procédé d'extrusion. L'épaisseur retenue est de 1,5mm. Ils ont été ensuite découpés aux dimensions standards.

Les matrices sont évidées en leur centre afin de pratiquer des ouvertures aux surfaces graduellement croissantes : 9cm², 20 cm², 30 cm², 48 cm², 64 cm² et 81 cm². Les fenêtres ainsi pratiquées sont successivement comblées par les matières suivantes, découpées aux dimensions de l'ouverture :

- Polyamide 6 chargé en fibres de verre
- Polycarbonate V0
- Polycarbonate V2
- Polyacrylbutadiénestyrene.

↓
Performances feu décroissante

Les caractéristiques techniques de ces dernières ont été précisées (c.f. glossaire). Elles permettent de juxtaposer à la matrice PVC ou PC-ABS des matières aux propriétés feu progressivement décroissantes à l'essai au cône calorimètre tout en représentant les associations de matières les plus couramment rencontrées en application électrotechnique.

1.1.2 Eprouvettes pour effets de superposition.

Elles sont constituées par la superposition de deux éprouvettes de 100cm² chacune, composées de deux polycarbonates différents (V2 et V0). L'épaisseur de chacune des couches est soit de 1,5mm (configuration A), soit de 3mm (configuration B). Le PC V2 constitue dans tous les cas la couche supérieure.

Seul le cas des polycarbonates a été envisagé dans cette étude puisqu'ils représentent des superpositions fréquemment rencontrées au sein de certains produits à usage électrotechnique.

1.2 CONSTANCE D'HUGGET RELATIVE AUX ASSOCIATIONS DE MATIERES.

La théorie de la calorimétrie par consommation d'oxygène repose sur la proportionnalité directe entre le débit calorifique (q') généré par une combustion et la masse d'oxygène (Δm_{O_2}) consommée par cette dernière [3] :

$$q' = E \times \Delta m_{O_2}$$

La quantité totale de chaleur (THE) et l'indice d'énergie (I_{thr}), tous deux calculés à partir de l'évolution du débit calorifique, sont donc directement liés à la valeur de E.

Les travaux d'Huggett dans les années quatre-vingt [8] ont établi que le paramètre E est une constante pour la plupart des matériaux combustibles (naturels ou synthétiques). Sa valeur est égale à 13,1 kJ/kg, à 5% près. Pour cette raison, E est généralement appelée constante de Huggett.

Toutefois, même si l'erreur commise en utilisant cette valeur moyenne est minime, on lui préfère généralement la constante propre à la matière ou à la famille de matières.

Sur cette base, la constante relative à l'association de plusieurs matières pourra être considérée égale à la somme des constantes des différentes matières, pondérée par leur taux de présence au sein de l'association :

$$E_{ass.} = \frac{\sum_{i=1}^n M_i E_i}{M_t}$$

où : M_i correspond à la masse de matière i incluse dans l'association.

E_i représente la constante de Huggett propre à la matière i .

M_t correspond à la masse totale de l'ensemble.

1.3 DEFINITION D'UN COEFFICIENT D'INTERACTION ENTRE MATIERES.

Pour chaque association de matières envisagée, il est possible de calculer la valeur théorique de l'indice (I_{thr} , I_f , I_{co} et I_{co2}) auquel son évaluation devrait conduire en utilisant la relation:

$$I_{théo} = \sum_{i=1}^2 I_i \cdot S_i$$

$I_{théo}$ représente l'indice théorique (I_f , I_{co} , ...) de l'association de matières.

I_1 représente l'indice « surfacique » de la matrice considérée (PVC ou alliage PC-ABS).

I_2 représente l'indice « surfacique » de la matière juxtaposée à la matrice (PCV0, PCV2, ABS, PA6).

S_1 correspond à la surface de matrice présente dans l'association.

S_2 correspond à la surface de matière associée à la matrice.

L'évolution de la valeur de $I_{théo}$ en fonction de la surface est représentée par la droite reliant I_1 à I_2 . Dans ces conditions, on considère qu'il n'y a aucune interaction entre la matrice et la matière qui lui est juxtaposée. Dès lors :

- ◇ Lorsque l'évolution d'un indice expérimental avec la surface de matière se situera au dessous de cette droite théorique, on parlera d'effet favorable ou de « synergie » entre les deux matières par rapport à cet indice.
- ◇ Dans le cas contraire, on parlera d'effet défavorable ou « d'antagonisme » entre les deux matières.

On définira un coefficient d'interaction F pour quantifier l'effet entre les deux matières juxtaposées :

$$F = \frac{I_{théo} - I_{exp}}{I_{exp}}$$

$I_{théo}$: Indice théorique relatif à l'association de matières.

I_{exp} : i Indice obtenu expérimentalement.

Lorsque F prend une valeur positive (c'est-à-dire lorsque l'indice théorique est plus élevé que l'indice expérimental), l'association de matière est favorable. Inversement, sa valeur négative traduit une association défavorable. D'autre part, plus sa valeur réelle sera élevée, plus l'association considérée sera performante.

A partir des différents coefficients d'interaction obtenus pour chaque paramètre considéré, il est possible de définir un facteur global d'interaction (F_G) qui permettra de proposer un classement global des différentes associations.

F_G sera calculé en additionnant les coefficients d'interaction obtenus pour chaque paramètre :

$$F_G = F_{I_{hr}} + F_{I_f} + F_{I_{co}} + F_{I_{co2}}$$

1.4 EFFET DE LA VARIATION DE SURFACE DE L'ÉPROUVETTE SUR LES INDICES CONSIDÉRÉS.

L'influence d'une variation de surface sur les paramètres I_{thr} , I_f , I_{co} et I_{co2} a été étudiée sur des éprouvettes mises en forme à partir des différentes matières considérées. L'évaluation a porté sur des échantillons de surfaces variant de 0 à 100 cm², pour une épaisseur fixée à 1,5mm. Les éprouvettes de surface inférieure à 100cm² ont été entourées d'une plaque de céramique de même épaisseur afin de minimiser les effets de bord et de coin [17].

Les graphiques II-1 à II-4 représentent l'évolution des quatre paramètres considérés en fonction de la surface de l'éprouvette.

1.4.1 Indice d'énergie en fonction de la surface de matière.

1.4.1.1 Résultats.

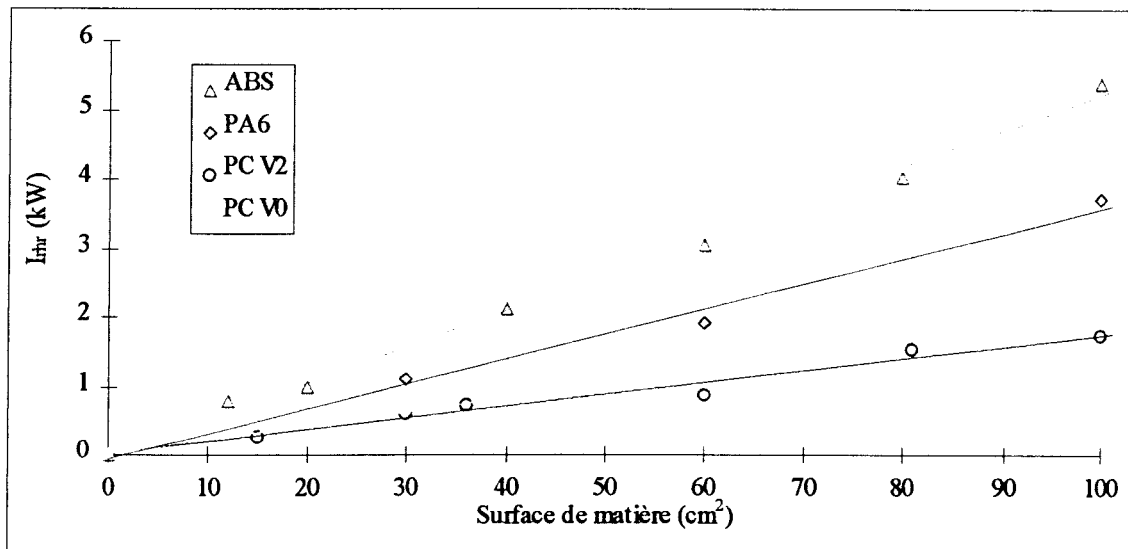


Figure II-1 : Evolution de I_{thr} avec la surface de l'éprouvette.

1.4.1.2 Discussion.

Les indices énergétiques, représentés par la figure II-1, évoluent tous de manière linéaire avec la surface de l'éprouvette (coefficient de corrélation supérieurs à 0,99 pour les quatre matières). Ils apparaissent donc significatifs pour caractériser la performance au feu d'éprouvettes de surface inférieure à 100 cm².

1.4.2 Evolution des caractéristiques des fumées en fonction de la surface de l'éprouvette.

Les fumées sont caractérisées à la fois par leur opacité et les taux de CO et de CO₂ qu'elles contiennent.

1.4.2.1 Résultats.

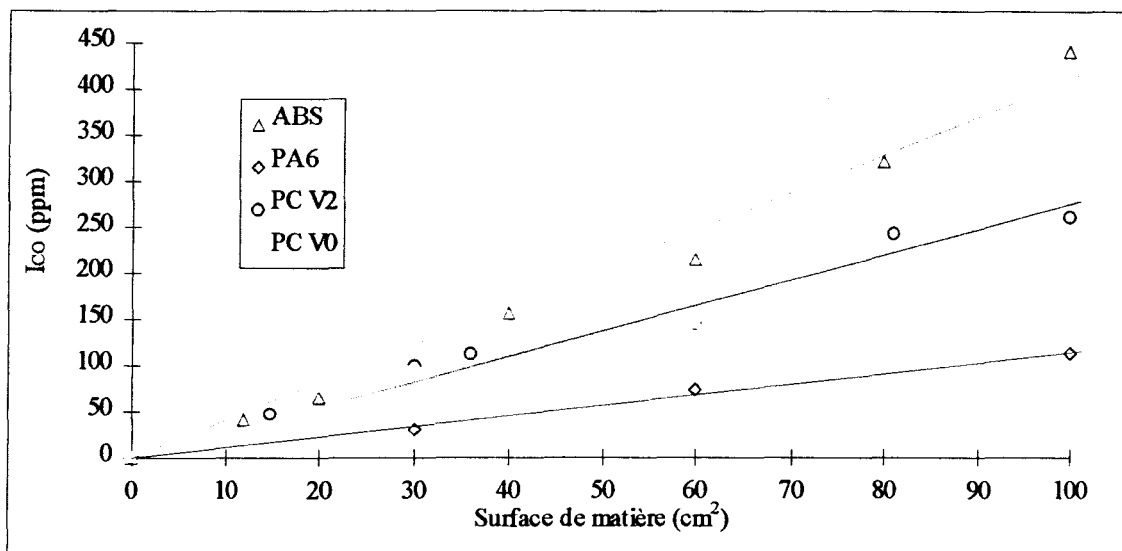


Figure II-2 : Evolution de I_{CO} avec la surface de l'éprouvette.

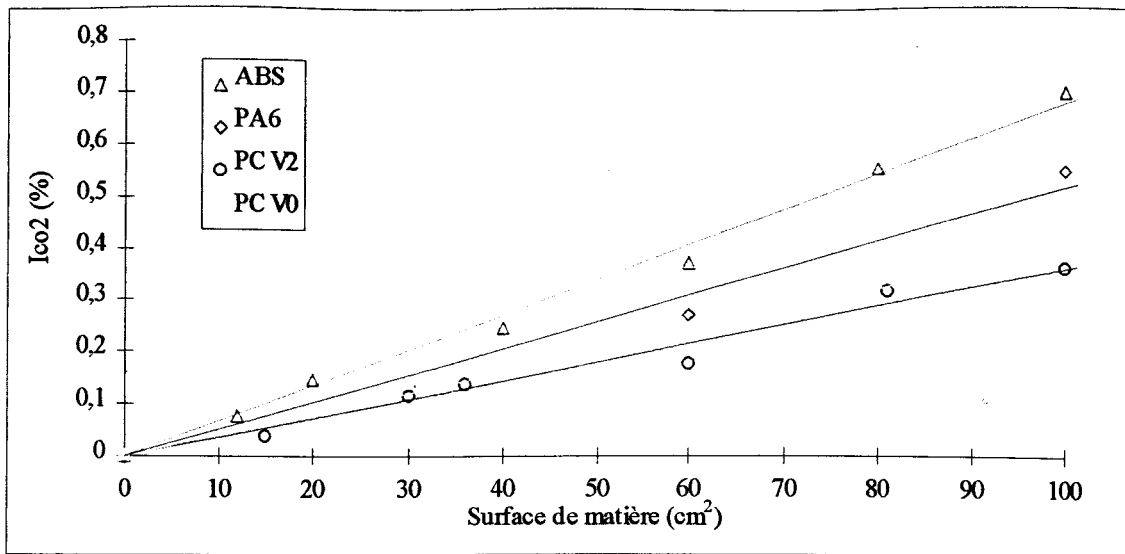


Figure II-3 : Evolution de I_{CO_2} avec la surface de l'éprouvette.

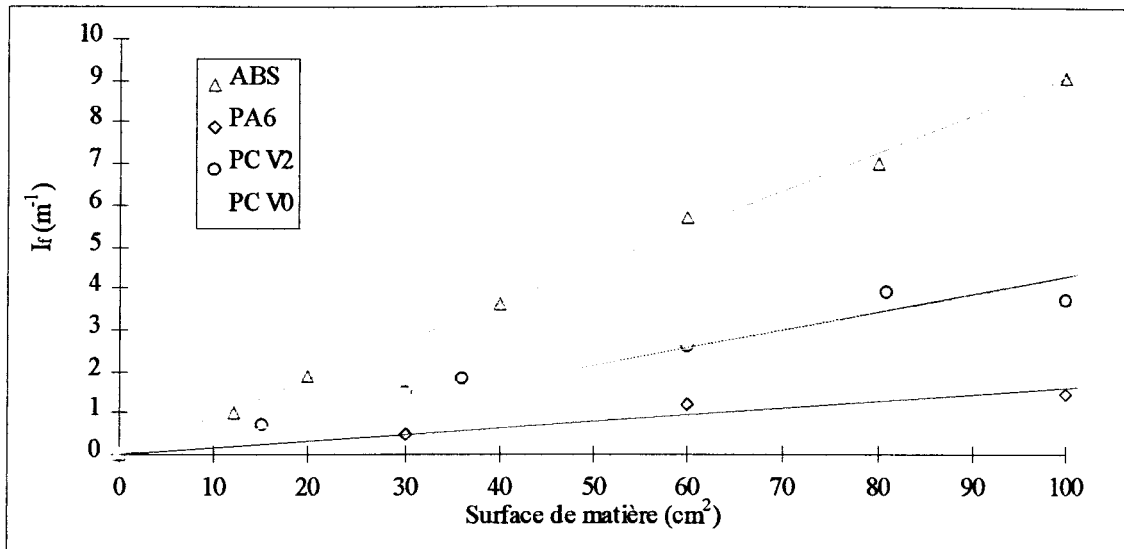


Figure II-4 : Evolution de I_f avec la surface de l'éprouvette.

1.4.2.2 Discussion.

Les différents indices sont tous directement proportionnels à la surface de l'éprouvette. Le tableau II-1 regroupe les coefficients (pentes des différentes droites) qui quantifient la performance globale d'une matière par unité de surface.

	I_{thr} (kW/cm^2)	I_f (m^{-1}/cm^2)	I_{CO} (ppm/cm^2)	I_{CO_2} ($\%/cm^2$)
PVC	$0,4 \cdot 10^{-2}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	1,25	$0,05 \cdot 10^{-2}$
PC-ABS	$1 \cdot 10^{-2}$	$6,5 \cdot 10^{-2}$	2,2	$0,15 \cdot 10^{-2}$
PA6	$3,7 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-2}$	1,1	$0,5 \cdot 10^{-2}$
PC V2	$1,75 \cdot 10^{-2}$	$3,7 \cdot 10^{-2}$	2,6	$0,35 \cdot 10^{-2}$
PC V0	$2 \cdot 10^{-2}$	$4,1 \cdot 10^{-2}$	2,7	$0,4 \cdot 10^{-2}$
ABS	$5,4 \cdot 10^{-2}$	$9,1 \cdot 10^{-2}$	4,1	$0,6 \cdot 10^{-2}$

Tableau II-1 : Relations entre les différents indices et la surface d'une éprouvette.

Ces valeurs permettent de prévoir les **performances** d'une matière en fonction de **sa surface**, par rapport à un ensemble de paramètres caractéristiques d'une combustion. Elles peuvent donc être utilisées pour la détermination du coefficient d'interaction entre matières défini ci-dessus.

2. ETUDE DES JUXTAPOSITIONS DE MATIERES.

Ce travail a pour objectif d'évaluer la performance des associations impliquant les quatre matières retenues, juxtaposées dans un premier temps à une matrice PVC, dans un second temps à une matrice PC-ABS. Une troisième partie permettra de comparer et de classer les performances des associations.

2.1 JUXTAPOSITIONS DES MATIERES RETENUES AVEC LE PVC.

La performance au feu des différentes juxtapositions de matières sera successivement examinées par le biais des indices d'énergie, de fumée, de monoxyde et de dioxyde de carbone (figures II-5 à II-8).

2.1.1 Résultats.

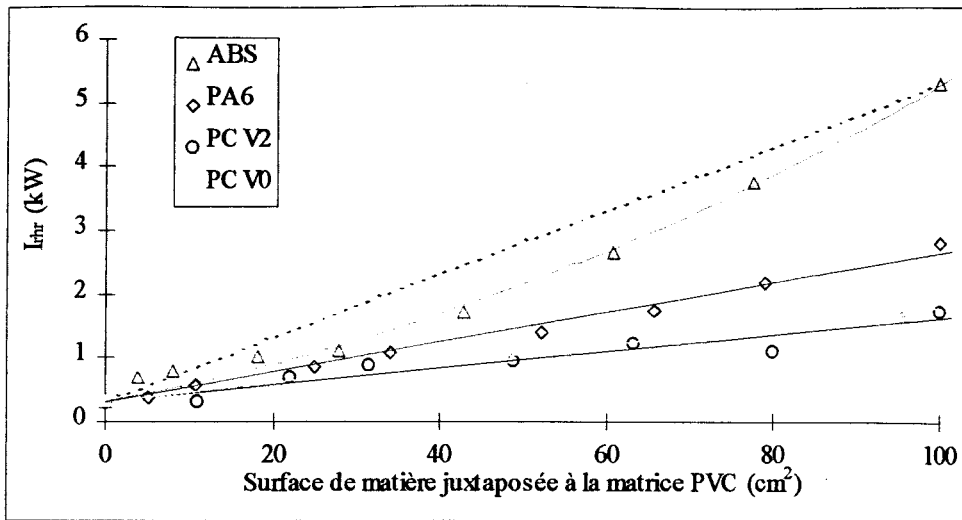


Figure II-5 : Indice d'énergie en fonction de la surface de matière associée au PVC.

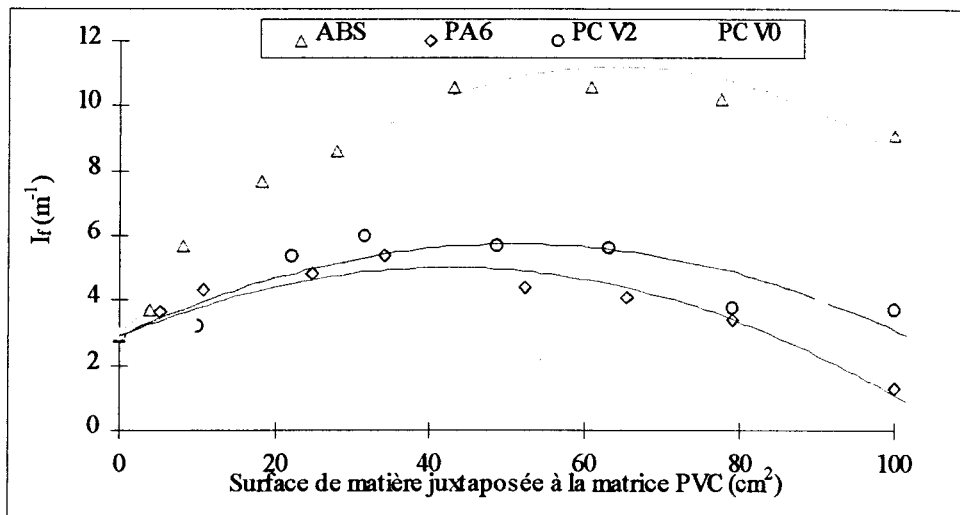


Figure II-6 : Indice de fumées en fonction de la surface de matière associée au PVC.

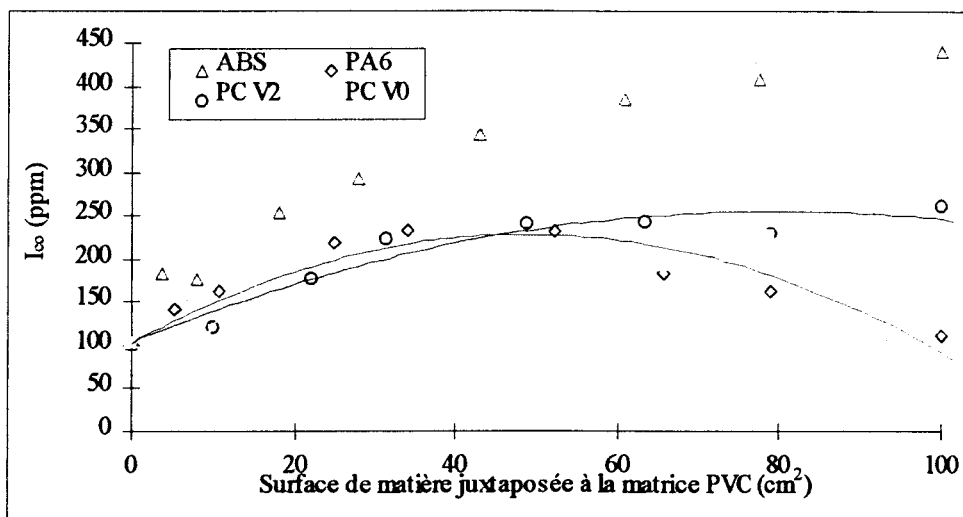


Figure II-7 : Indice de CO en fonction de la surface de matière associée au PVC.

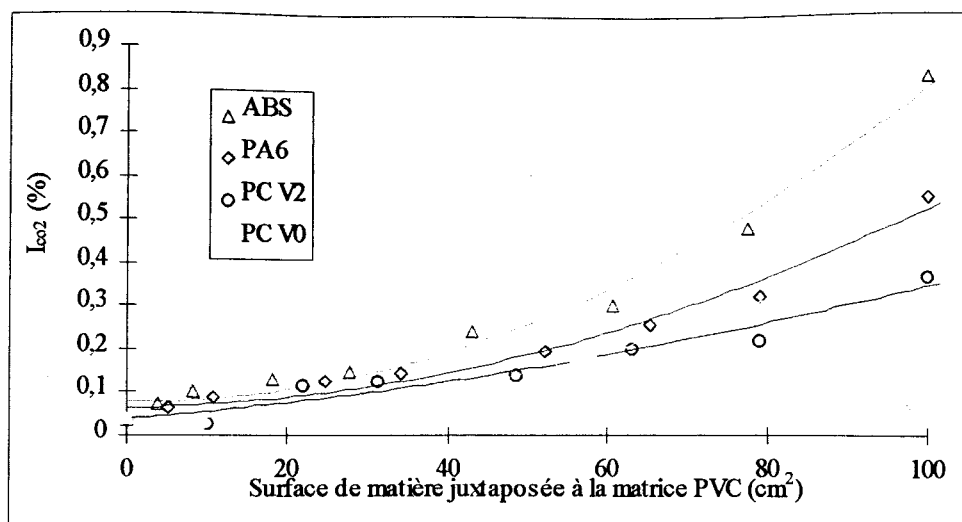


Figure II-8 : Indice de CO₂ en fonction de la surface de matière associée au PVC.

2.1.2 Discussion.

2.1.2.1 Analyse des courbes d'indice d'énergie.

La figure II-5 met en évidence une évolution linéaire de l'indice d'énergie de l'association en fonction des surfaces de PC V0, PC V2 ou PA6 juxtaposées au PVC. Les droites correspondantes relient directement l'indice énergétique du PVC à celui de la matière qui lui est associée. Elles traduisent l'absence d'influences réciproques entre le PVC et ces trois matières.

En revanche, l'indice d'énergie relatif à l'association entre le PVC et l'ABS n'évolue pas de manière linéaire avec la surface d'ABS présente et se maintient sous la droite schématisant l'absence d'effet. L'association de ces deux matières est donc favorable, si l'on s'intéresse à l'indice d'énergie, avec une valeur maximale du coefficient d'interaction F de 0,77 pour une proportion surfacique en ABS de 28%.

La faible évolution de I_{tr} pour les petites surfaces d'ABS (0 à 40 cm²) peut être expliqué par un effet retardateur de flamme apporté par la formation de radicaux chlore issus de la dégradation du PVC. Au delà, leur concentration dans le milieu n'est plus suffisante pour ralentir la combustion : on s'oriente alors progressivement vers l'indice d'énergie propre à l'ABS.

2.1.2.2 Indices de fumée.

L'indice de fumée du PVC évolue, pour les quatre courbes, en passant par un maximum. Sa valeur est de 11 m^{-1} pour l'association incluant 60cm^2 d'ABS et se situe entre 3 et 5 m^{-1} pour les trois autres matières. La performance de l'association à base d'ABS est donc de loin inférieure aux autres.

Les quatre courbes sont incurvées, donc situées au dessus de la droite théorique reliant l'indice fumée du PVC à celui de la matière associée : les associations sont dans tous les cas défavorables.

Compte-tenu de la définition de l'indice de fumée ($I_f = \frac{E_f}{t_f}$), deux hypothèses peuvent expliquer l'effet constaté:

- Soit la quantité totale de fumées libérée par l'association ($E_f = \int k(t) \cdot dt$) est supérieure à celle estimée sur l'hypothèse d'une participation de chaque matière à hauteur de son taux de présence dans l'association.

- Soit le temps moyen ($t'_f = \frac{\int k(t) \cdot t \cdot dt}{\int k(t) \cdot dt}$) nécessaire pour libérer la fumée est plus petit que celui estimé sur la même hypothèse que précédemment.

Ces deux hypothèses sont examinées à travers la figure II-9, qui représente l'évolution de t' et de E_f pour les différentes associations PVC/ABS.

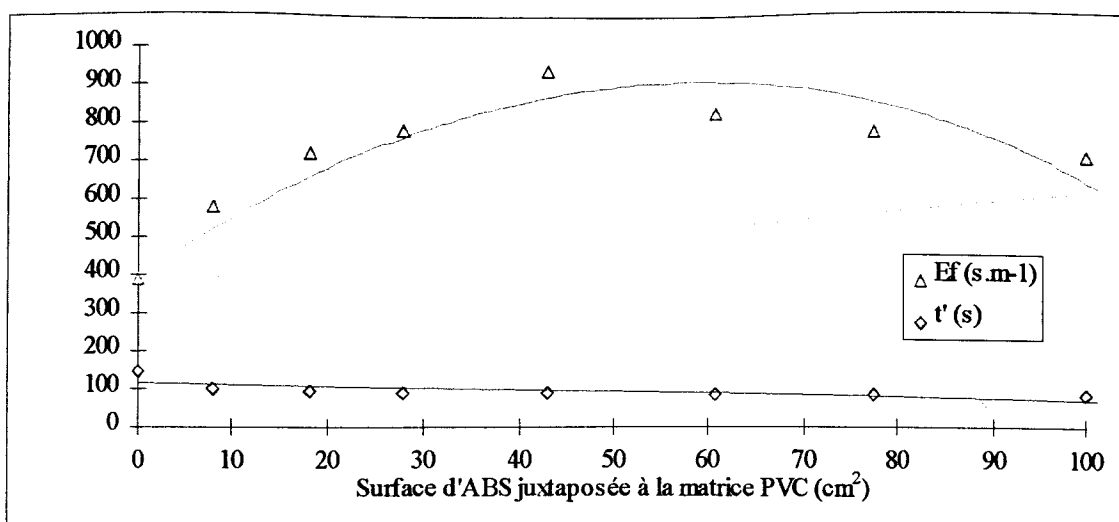


Figure II-9 : Quantités cumulées de fumée et temps t' pour les différentes associations PVC/ABS.

Les différents temps t' obtenus expérimentalement progressent linéairement de la valeur du PVC (150s) vers celle de l'ABS (84s) : la juxtaposition de ces deux matières est donc sans effet sur le temps t' .

En revanche, pour toutes les surfaces d'ABS, les quantités totales de fumée générées par l'ensemble sont supérieures à celles attendues (en pointillé rouge sur la figure II-9). L'examen des autres associations de matières conduit au même résultat.

L'effet défavorable constaté est donc imputable à une augmentation de la quantité de fumées produites au fil de l'ajout des quatre matières au PVC. En première hypothèse, il est possible de considérer que ces dernières favorisent le processus de dégradation du PVC et l'orientent vers la libération de composés aromatiques aux fumées opacifiantes [32].

2.1.2.3 Indices de CO et de CO₂

L'examen des figures II-9 et II-10 permet de constater, pour toutes les matières, une évolution curviligne des deux indices. L'association du PVC à une autre matière est défavorable pour le dégagement de monoxyde de carbone, elle est par contre favorable pour le dégagement de dioxyde de carbone.

Par rapport à ces deux paramètres, la juxtaposition du PVC à l'ABS est la moins performante des quatre associations de matières considérées.

Dans le cadre de cette étude, le PVC a été choisi comme matrice de base en fonction de sa fréquence d'utilisation dans l'appareillage électrique. Toutefois, le « lobbying » actuel du « zéro halogène » pourrait déboucher à l'avenir sur une mesure réglementaire ayant pour conséquence indirecte de limiter l'utilisation du PVC. Dans cet optique, nous nous attacherons dans le prochain paragraphe à l'évaluation de juxtapositions de matières construites à partir d'une matrice PC/ABS, matériau candidat à l'éventuel remplacement du PVC.

2.2 JUXTAPOSITIONS DES MATIERES RETENUES AVEC L'ALLIAGE PC-ABS.

2.2.1 Résultats.

Les performances au feu des différentes associations de matières seront successivement appréciées, comme dans le cas précédant, par le biais des indices d'énergie, de fumée, de monoxyde et de dioxyde de carbone.

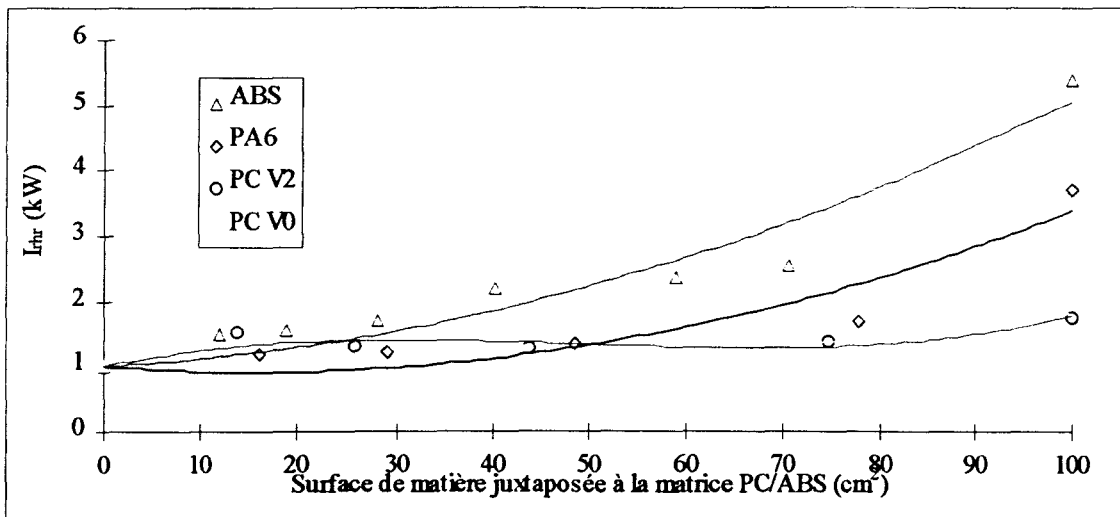


Figure II-11 : Indice d'énergie en fonction de la surface de matière associée à l'alliage PC-ABS.

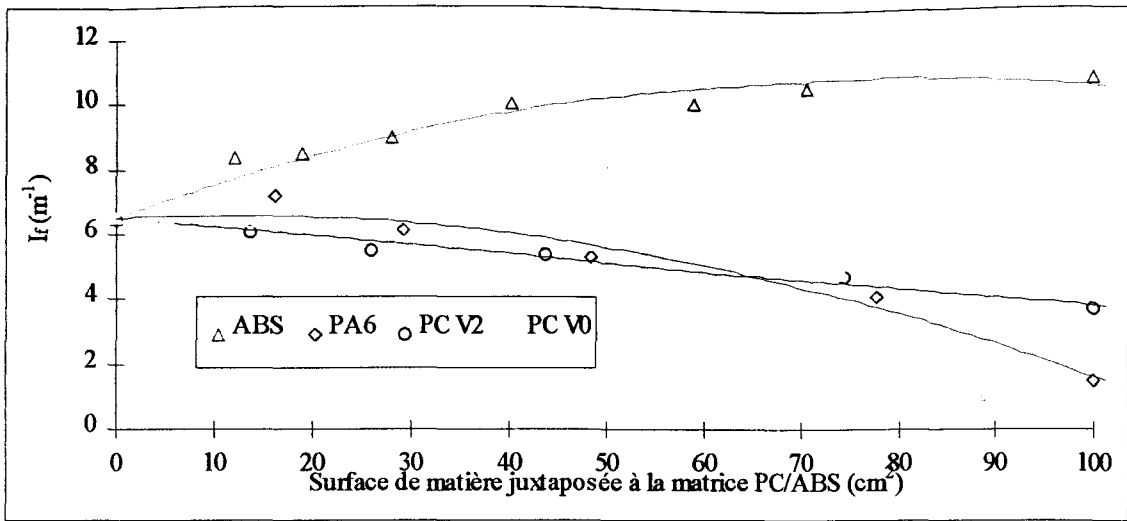


Figure II-12 :Indice de fumée en fonction de la surface de matière associée à l'alliage PC-ABS.

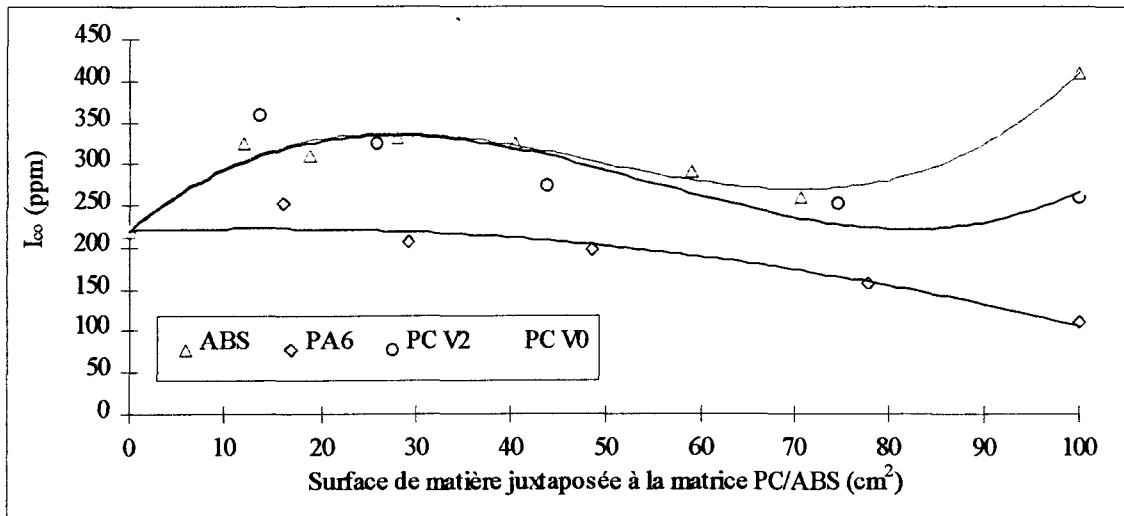


Figure II-13 :Indice de CO en fonction de la surface de matière associée à l'alliage PC-ABS.

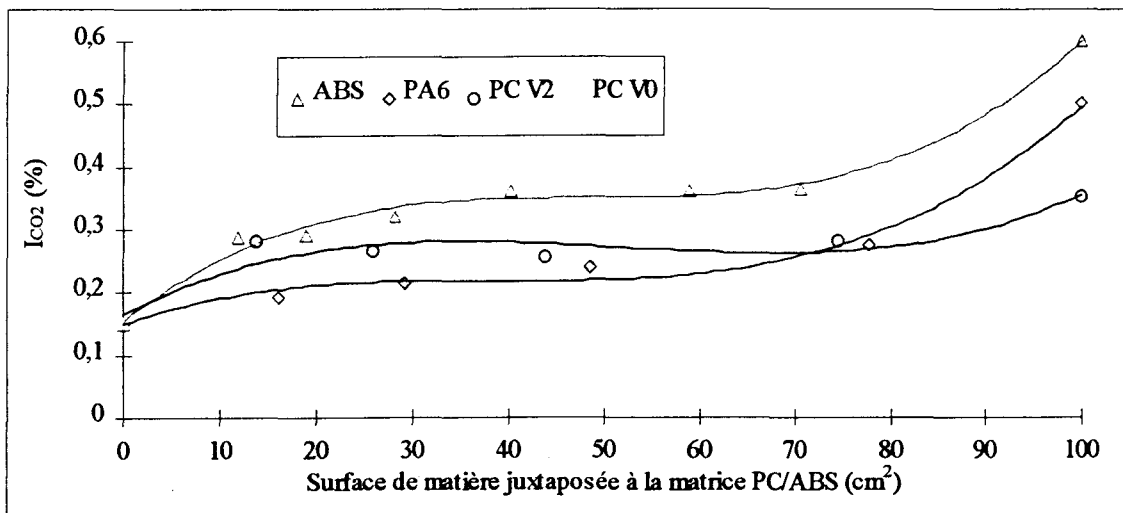


Figure II-14 :Indice de CO_2 en fonction de la surface de matière associée à l'alliage PC-ABS.

2.2.2 Discussion.

2.2.2.1 Indices d'énergie.

L'augmentation progressive des quantités de matières associées à une matrice PC-ABS se répercute sur l'indice d'énergie de manière différente selon le cas :

- Pour le PC V0 et le PC V2, l'indice d'énergie augmente linéairement : sa valeur passe de 1kW (PC-ABS) à 1,75 kW pour le PC V2 et à 2 kW pour le PC V0. Ce comportement traduit l'absence d'influence entre ces combinaisons de matières et peut s'expliquer par leurs natures chimiques relativement proches.
- Pour les associations impliquant l'ABS ou le PA6, l'indice d'énergie de l'ensemble évolue dans un premier temps de manière linéaire: sa valeur passe de 1kW à 2 kW pour une augmentation de la proportion surfacique en ABS de 0 à 70%. La présence de PA6 accroît l'indice d'énergie de 1kW à 1,2 kW pour une proportion de PA6 proche de 80%. Dans les deux cas, l'indice d'énergie de l'ensemble augmente ensuite brutalement pour conduire à la valeur propre de la matière (3,7 kW pour le PA6, 5,4 kW pour l'ABS). La juxtaposition d'ABS ou de PA6 à une matrice PC-ABS entraîne une diminution des propriétés du matériau formé.

2.2.2.2 Indices de fumées.

Comme le montre la figure II-12, les juxtapositions impliquant le PC V0 ou le PC V2 ne sont le siège d'aucun effet marqué (décroissance uniforme de l'indice de fumée de l'alliage PC-ABS ($6,5 \text{ m}^{-1}$) vers celui du PC V0 ($4,1 \text{ m}^{-1}$) ou du PC V2 ($3,7 \text{ m}^{-1}$)).

En revanche, l'association de l'alliage PC-ABS avec du PA6 ou de l'ABS conduit à des indices situés au dessus de la droite schématisant l'absence d'effet entre ces matières. Leur association est donc favorable en terme d'indice d'énergie.

2.2.2.3 Indices de CO et de CO₂

L'association de surfaces variables de PA6 à l'alliage PC-ABS est légèrement défavorable pour la libération de CO mais favorable pour le CO₂.

La juxtaposition de l'alliage PC-ABS aux trois autres matières (ABS, PC V2 et PC V0) conduit à une double évolution curviligne (figures II-13 et II-14). Elle traduit le passage d'une zone défavorable à une zone favorable lorsque les surfaces de matières associées à la matrice PC-ABS augmentent. A titre d'illustration, la figure II-15 représente la superposition des indices de CO et de CO₂ en fonction des surfaces d'ABS juxtaposées à la matrice PC-ABS.

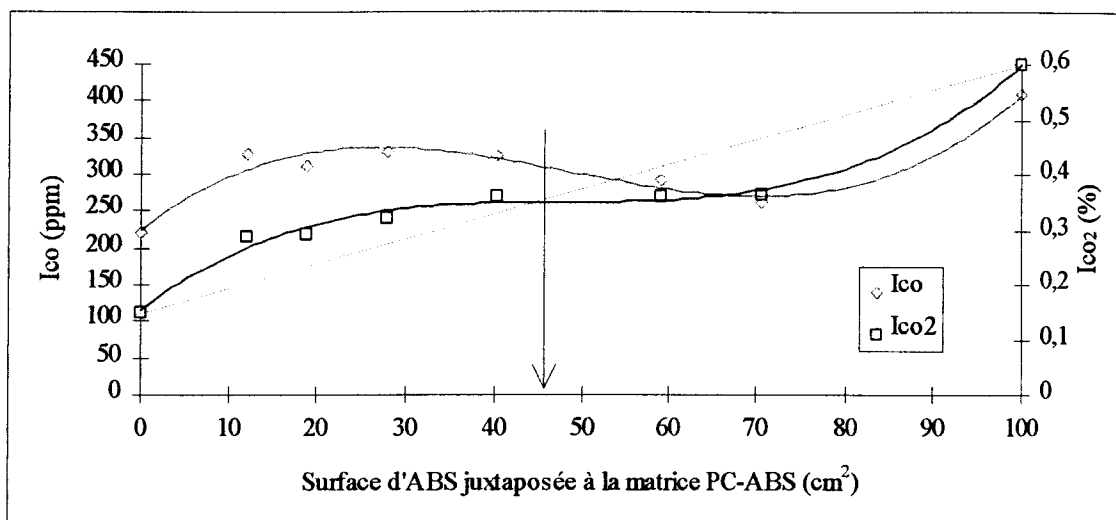


Figure II-15 : Indices de CO et de CO₂ pour l'ABS juxtaposé à l'alliage PC-ABS.

Pour les deux indices considérés, l'association est défavorable jusqu'à 45cm² d'ABS. Au delà, elle devient favorable. Il est intéressant de noter que la proportion d'ABS (45%) conduisant à la frontière entre ces deux effets (intersection entre la courbe représentative de l'évolution de l'indice et la droite traduisant l'absence d'effet entre les deux matières) est commune pour les deux indices.

Le même raisonnement mené sur les juxtapositions de la matrice PC-ABS aux PC V2 et PC V0 conduit à des proportions surfaciques limites de 55% et 40% au dessus desquelles il y aura synergie entre les deux matières. Cette différence est imputable au caractère plus ignifuge du PC V0.

Ces valeurs caractéristiques correspondent pour les différents cas étudiés à l'intersection entre les courbes expérimentales et les courbes théoriques.

2.3 COMPARAISON DE L'INFLUENCE DES MATRICES PVC ET PC-ABS.

Les tableaux II-2 et II-3 regroupent, pour les associations étudiées, les valeurs extrêmes (c'est-à-dire maximales en cas d'effet favorable et minimales dans le cas contraire) du coefficient d'interaction F, les proportions de matière correspondant à cette valeur ainsi que les coefficients globaux d'interaction (F_G) obtenus, pour chaque matière, par addition des coefficients d'interaction F.

	F_{max} pour I_{thr}	F_{max} pour I_{co2}	F_{min} pour I_f	F_{min} pour I_{co}	F_G
PC V0	1,6 (9%)	1,7 (9%)	-0,35 (47,5%)	-0,24 (47,5%)	2,71
PC V2	0,67 (9,9%)	1,7 (9,9%)	-0,48 (32%)	-0,27 (32%)	1,62
ABS	0,77 (28%)	1 (28%)	-0,5 (18%)	-0,36 (18%)	0,91
PA6	0,42 (52%)	0,45 (52%)	-0,54 (34%)	-0,54 (34%)	-0,21

Tableau II-2 : Quantifications des effets entre matières et matrice PVC.

	F_{max} pour I_{thr}	F_{max} pour I_{co2}	F_{min} pour I_f	F_{min} pour I_{co}	F_{min} pour I_{co2}	F_{max} pour I_{co}	F_G
PC V0	0,8 (75%)	0,7 (75%)	0	-0,31 (14%)	-0,24 (14%)	0,43 (75%)	1,38
ABS	0,67 (71%)	0,83 (71%)	-0,31 (40%)	-0,27 (12%)	-0,17 (18%)	0,44 (71%)	1,19
PA6	0,86 (78%)	0,68 (78%)	-0,4 (78%)	-0,20 (16%)	/	/	0,94
PC V2	0,13 (74%)	0,10 (74%)	0	-0,5 (13%)	-0,36 (13%)	/	-0,63

Tableau II-3 : Quantifications des effets entre matières et matrice PC-ABS.

Indice d'énergie :

- A l'exception des juxtapositions faisant intervenir le PA6, les associations avec le PVC sont dans tous les cas meilleures que celles avec l'alliage PC-ABS (coefficient d'interaction F plus important).

Indice de CO₂ :

- Les associations avec la matrice PVC sont dans tous les cas favorables (F positif). En revanche, certaines proportions de matières associées au PC-ABS conduisent à des effets défavorables (F négatif).

- A l'exception du PA6, les associations avec le PVC sont meilleures que celle impliquant l'alliage PC-ABS.

Indice de fumées :

- Les associations avec le PVC sont dans tous les cas défavorables et moins bonnes que celles impliquant l'alliage PC-ABS.

Indice de CO :

- Aucune tendance générale ne peut être dégagée. Toutefois, en présence de PC V0 ou d'ABS, la matrice PC-ABS peut entraîner un effet favorable non obtenu avec le PVC.

L'analyse des valeurs des coefficients d'interaction globaux F_G permet d'établir un classement des différentes associations en terme de comportement global au feu :

PVC/PCV0 > PVC/PCV2 > PC-ABS/PCV0 > PC-ABS/ABS > PC-ABS/PA6 > PVC/ABS > PVC/PA6 > PC-ABS/PCV2.

Il apparaît que l'association PVC/PCV0 est la plus performante, l'association PC-ABS/PCV2 la moins performante.

3. SUPERPOSITIONS DE MATIERES.

3.1 INTRODUCTION.

L'étude se limitera à l'examen de la performance au feu de superpositions impliquant deux polycarbonates, différenciés par leurs classement à l'UL 94 [33] (PC V0 et PC V2) et par le résultat de leur évaluation au cône calorimètre sous une irradiance de 40 kW/m². Le tableau II-4 regroupe, pour information, les débits calorifiques maximum qui les caractérisent :

	Epaisseur de 1,5mm	Epaisseur de 3mm
PC V0	315 kW/m ²	255 kW/m ²
PC V2	582 kW/m ²	502 kW/m ²

Tableau II-4 : débits calorifiques maximum générés par les deux polycarbonates retenus

Le choix de ces matières a été fait en fonction de leur fréquence d'utilisation en application électrotechnique. Leur superposition (PC V2 au dessus du PC V0) est représentative du mode d'association couramment rencontrée dans les petits appareillages.

La nature des éprouvettes a fait l'objet d'une présentation préalable. Rappelons toutefois que la configuration A correspond à la superposition de deux couches d'épaisseurs 1,5mm. La configuration B correspond à la superposition de deux couches de 3mm. La performance de chacune de ces associations sera appréciée par l'examen des courbes de débit calorifique auxquelles elles conduisent. Ces dernières seront comparées à celles des deux matières incluses dans l'association.

3.2 EVOLUTION DES COURBES DE RHR.

3.2.1 Résultats.

Les profils de rhr issus de l'évaluation des configurations envisagées sont représentés par les figures II-16 à II-19. Les courbes de rhr des matières constituant les associations sont superposées à ces profils.

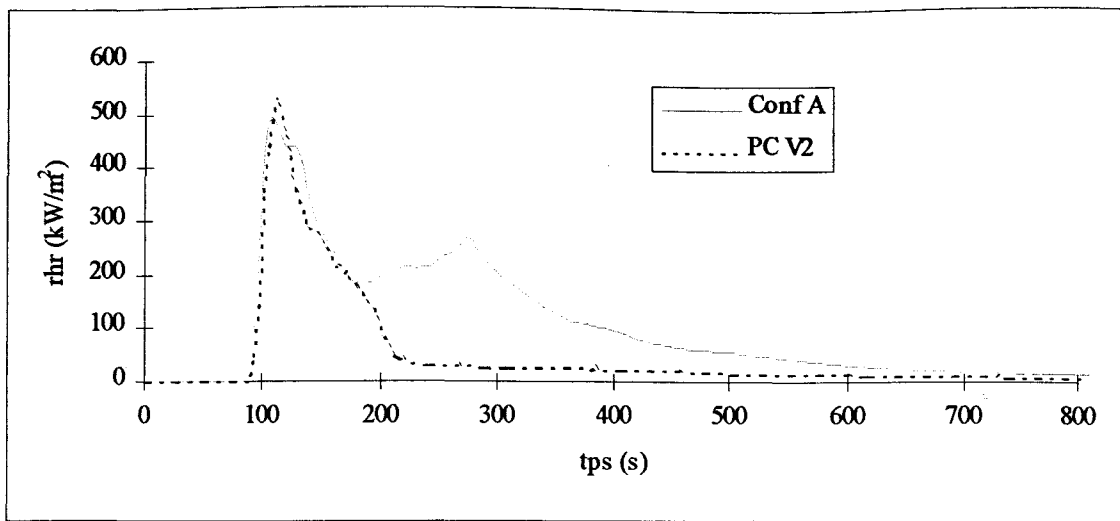


Figure II-16 : Comparaison entre la configuration A et le polycarbonate V2.

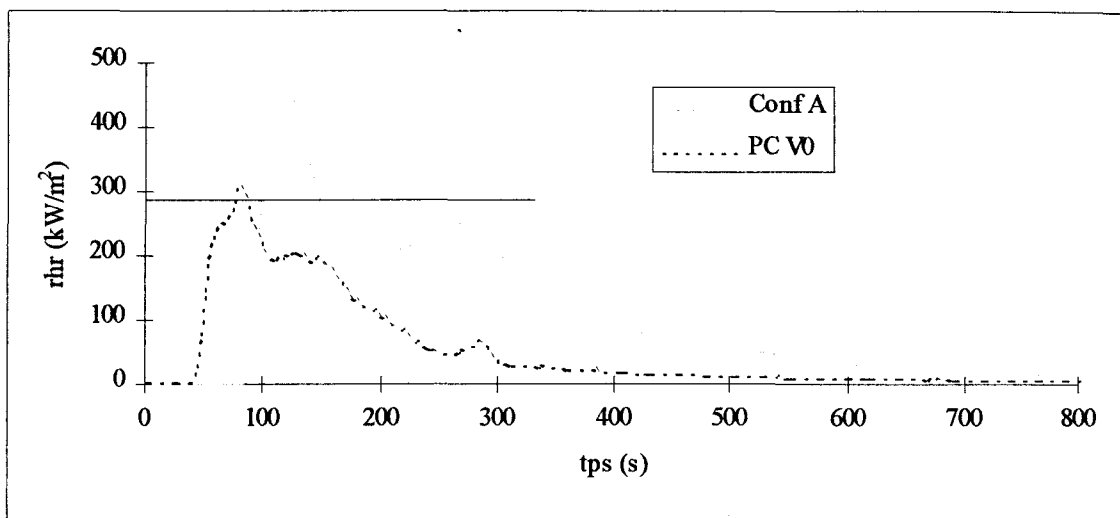


Figure II-17 : Comparaison entre la configuration A et le polycarbonate V0.

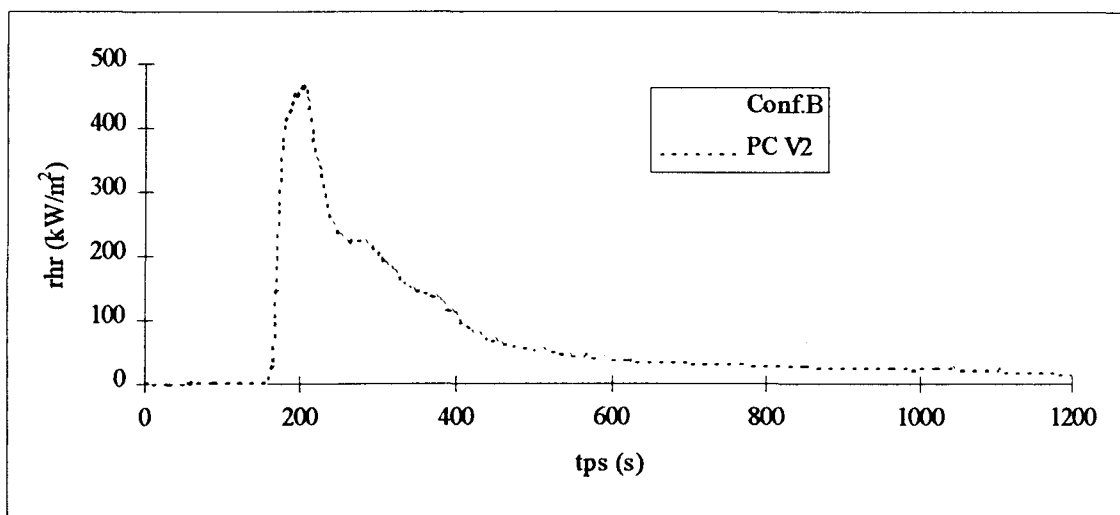


Figure II-18 : Comparaison entre la configuration B et le polycarbonate V2.

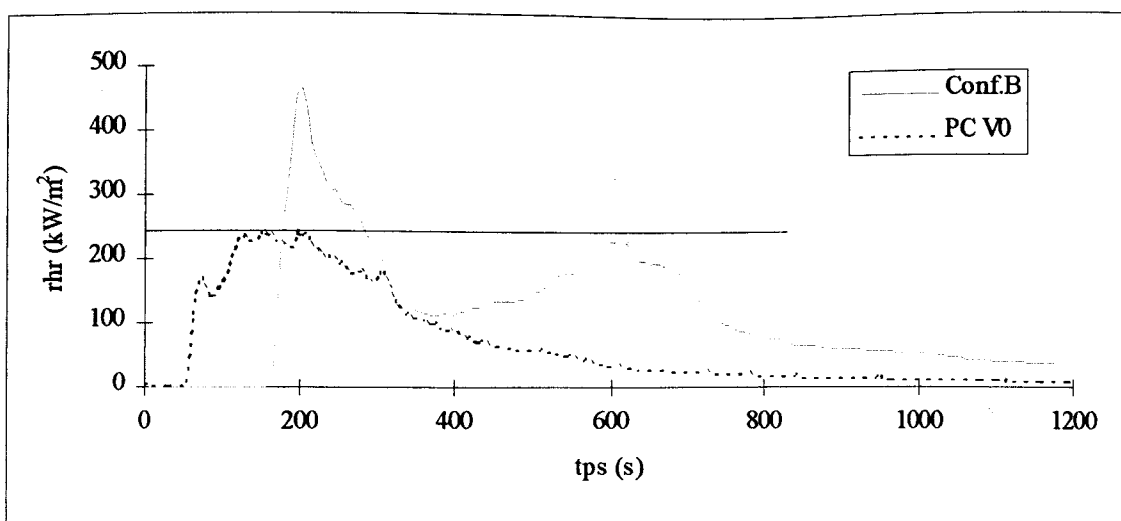


Figure II-19 : Comparaison entre la configuration B et le polycarbonate V0.

3.2.2 Discussion.

L'évaluation des configurations A et B donne lieu à la succession de deux pics de débit calorifique : le premier correspond (figures II-16 et II-18) à l'évolution du débit calorifique du PC V2. L'intensité du second pic coïncide avec la hauteur du pic issu de l'évaluation du PC V0 (couche inférieure), avec un décalage lié au temps nécessaire pour dégrader la couche supérieure (figures II-17 et II-19). Les profils de débits calorifiques relatifs aux deux superpositions de matières envisagées (configurations A et B) correspondent donc à la succession chronologique des courbes de débit calorifiques issues des deux matières de l'association.

Au delà de ce constat, le paragraphe suivant se propose d'examiner l'existence éventuelle d'effets imputables à la superposition des deux matières, non décelables par la considération unique des courbes de débit calorifique.

3.3 EXPLOITATION DU THE ET DES VALEURS D'INDICE.

La méthodologie développée pour étudier les matériaux en juxtaposition a été élargie au cas des matériaux superposés. Rappelons toutefois qu'elle repose sur la comparaison entre un

paramètre expérimental et un paramètre théorique estimé à partir de valeurs établies sur la matière seule.

Ce raisonnement sera successivement envisagé à partir des quantités totales de chaleurs libérées par les deux associations de matières, puis sur la base des indices.

3.3.1 Quantités totales de chaleur.

Le tableau II-5 regroupe les quantités totales de chaleur libérées par les configurations A et B et les compare aux valeurs calculées à partir des données propres aux deux matières superposées.

Configuration	THE expérimental (kJ)	THE théorique (kJ)
A	863 ± 30	830 ± 7
B	1635 ± 57	1616 ± 44

Tableau II-5 : Quantités totales de chaleur expérimentales et théoriques pour les configurations A et B.

Pour les deux configurations, le THE expérimental est assimilable au THE estimé. Aucun effet entre les deux matières n'est donc mis en évidence par le biais de ce paramètre, représentatif du caractère « statique » de la combustion.

3.3.2 Indices de matières.

Le tableau II-6 regroupe, pour les configurations A et B, les différents indices obtenus expérimentalement (exp.) et les juxtapose à leurs homologues théoriques (théo.).

Configuration	I_{thr} (kW)		I_r (m ⁻¹)		I_{co} (ppm)		I_{co2} (%)	
	<u>exp.</u>	<u>théo.</u>	<u>exp.</u>	<u>théo.</u>	<u>exp.</u>	<u>théo.</u>	<u>exp.</u>	<u>théo.</u>
	A	2,2	4,22	3,4	6,6	218	537	0,42
B	2,25	4,10	2,9	6,8	240	451	0,42	0,80

Tableau II-6 : Indices théoriques et indices expérimentaux pour les configurations A et B.

Ces résultats montrent que pour tous les indices, la valeur théorique est toujours supérieure à la valeur expérimentale. Il existe donc un effet de synergie entre les deux matières superposées qui n'apparaît pas lorsque l'on considère les courbes de débit calorifique ou en comparant les valeurs expérimentales et théoriques des quantités totales de chaleur libérées.

L'indice d'énergie I_{thr} est défini par l'égalité suivante :

$$I_{thr} = \frac{THE}{t'}$$

Le THE expérimental étant assimilable au THE théorique (tableau II-5), la différence constatée entre les valeurs des indices d'énergie théoriques et expérimentaux est donc imputable à un temps t' (temps moyen nécessaire pour libérer l'énergie contenue par le matériau) plus important que prévu.

Enfin, pour tous les indices, un facteur deux semble relier les valeurs estimées aux valeurs obtenues expérimentalement. La figure II-20 représente les indices expérimentaux en fonction des indices estimés.

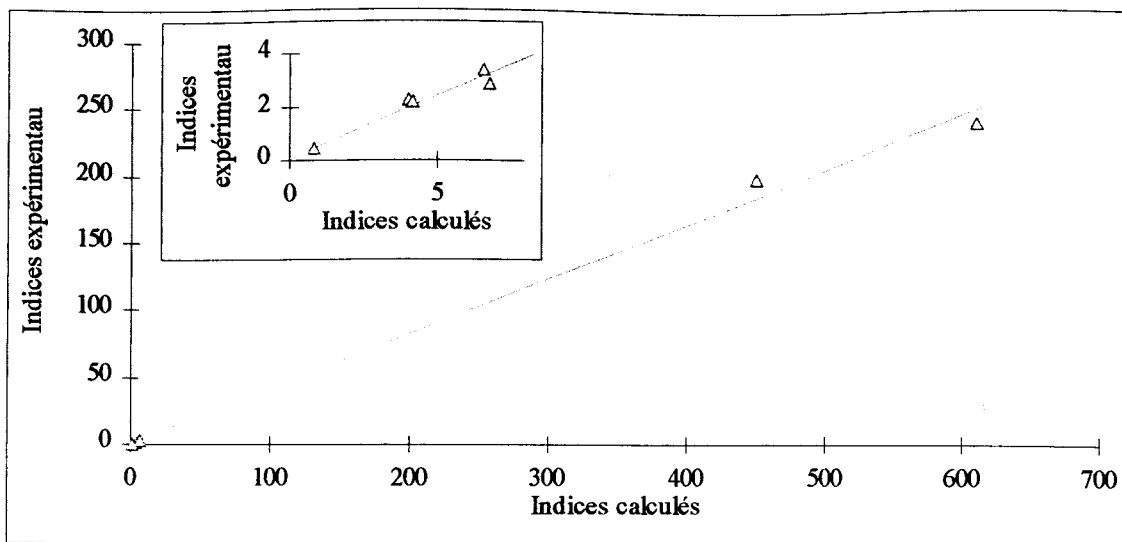


Figure II-20 : Indices expérimentaux en fonction des indices calculés.

L'équation de la droite moyenne est :

$$I_{\text{exp.}} = 0,41I_{\text{est.}} + 0,967$$

Le coefficient de corrélation qui lui est associé a pour valeur 0,997, traduisant une bonne linéarité entre les deux paramètres. La pente de la droite moyenne (0,41) correspond à la quantification de l'effet favorable se produisant entre les deux polycarbonates lorsqu'ils sont superposés.

3.4 CONCLUSION.

L'examen des courbes de débits calorifiques relatives à deux superpositions de deux polycarbonates a permis de constater que son comportement correspond à la succession chronologique du comportement des deux matières impliquées.

D'autre part, la comparaison d'une quantité totale de chaleur estimée à la quantité totale de chaleur expérimentale n'a pas permis d'établir l'existence d'influence entre les deux matières.

Toutefois, par le biais des différents indices considérés, un effet favorable entre les deux matières a pu être mis en évidence. Dans le cas du dégagement de chaleur (I_{thr}), il a été attribué à un retard dans le temps moyen nécessaire pour libérer l'énergie de l'association de matières.

Chapitre 3 :

NOUVELLE METHODOLOGIE D'ESSAI BASEE SUR LE CONE CALORIMETRE.

Dans le secteur du bâtiment, la réglementation française actuelle relative à la sécurité des personnes et des biens en cas d'incendie préconise, selon l'application, un niveau de performance précis apprécié par le biais des normes NF P 92-501 à 508 [34]. Ces dernières regroupent des instructions sur l'appareillage et la nature des essais à mettre en œuvre pour juger de la performance au feu et concernent dans tous les cas la matière constituant le produit. Les paramètres considérés revêtent parfois un caractère empirique.

La mise en place du marché européen, avec pour conséquence la suppression des entraves au libre échange, a conduit la commission européenne à adopter la directive sur les produits de la construction [35]. L'une des six exigences essentielles retenues concerne la sécurité en cas d'incendie. « Lorsque les conditions d'utilisation finale d'un produit de construction sont telles que ce produit contribue à la déclaration et à la propagation du feu et de la fumée dans le local d'origine, le produit est classé en fonction de ses caractéristiques de réaction au feu suivant différentes euroclasses » [36] (de A à F). Pour accéder aux euroclasses B,C et D, les produits doivent être soumis à un nouveau test spécifique appelé SBI (Single Burning Item) ou OIF (Objet Isolé en Feu) [37]. L'approche développée par ce test est totalement novatrice puisque la caractérisation portera sur le produit installé en conditions finales d'utilisation, et non plus sur la matière constituant le produit. De plus, elle inclura l'utilisation de paramètres scientifiques tels que le débit calorifique et l'opacité des fumées comme éléments caractéristiques de la performance au feu du produit, à côté de la prise en compte d'autres paramètres : propagation de la flamme, délai d'inflammation, chute de gouttes enflammées et chute de produits [38].

Cette partie s'inscrit dans cette mutation et concerne l'étude du comportement au feu de certains produits à usage électrotechnique exposés à une source d'incendie externe. Le scénario proposé repose sur le modèle feu du cône calorimètre, partiellement modifié, qui permet d'accéder à tous les paramètres retenus par la directive sur les produits de la construction. Une première partie permettra de présenter les modifications nécessairement envisagées pour la réalisation d'essais sur les produits finis. Dans une seconde partie sera abordée l'évaluation de différents types de produits.

1. METHODOLOGIE - PRESENTATION.

1.1 MODIFICATION DE L'ENVIRONNEMENT D'ESSAI.

L'évaluation au cône calorimètre peut être envisagée en orientant l'éprouvette horizontalement ou verticalement [39]. Cette souplesse d'utilisation a été exploitée pour permettre une évaluation du comportement au feu de produits finis installés en condition réelle d'utilisation.

1.1.1 Suppression de la balance.

Lorsque le cône chauffant est en position verticale, le volume occupé par la balance du système limite grandement la place disponible pour l'éprouvette.

La mesure du RHR (paramètre thermique retenu par la réglementation [38]) ne nécessite pas la connaissance de la perte de masse. L'utilisation d'une balance n'apparaît donc pas nécessaire pour y avoir accès. Toutefois, dans la mesure où les quantités de CO, CO₂ et fumées libérés sont généralement reliés à une perte de masse, cette dernière pourra être estimée si nécessaire par différence entre la masse initiale et la masse finale de l'éprouvette. Elle inclut les pertes de matière par fusion.

Le volume de l'enceinte sans la balance permet d'obtenir une surface d'essai de 40cmX 40cm.

1.1.2 Utilisation d'une flamme pilote.

En configuration d'essai horizontale, le positionnement de l'électrode d'inflammation est réglé pour que l'étincelle se produise dans les fumées. L'électrode se trouve dans le même plan que le cône de chauffage et lui est solidaire : de ce fait, en positionnant le cône verticalement, l'électrode est éloignée des fumées et ne peut plus les enflammer. Pour

s'affranchir de ce problème, la solution la plus satisfaisante a été d'ajouter au système une flamme pilote .

Il s'agit d'une flamme « molle », constituée par un tube en inox de 3mm de diamètre, alimentée par du propane (qualité N30). Le réglage de ce dernier à un débit de 1 litre par minute permet d'obtenir une flamme d'intensité suffisante pour provoquer l'inflammation des éprouvettes tout en ne modifiant pas de manière excessive l'environnement de la zone de combustion.

Pour la totalité de cette étude, la flamme pilote a été positionnée au dessus de l'éprouvette afin d'enflammer les produits de dégradation et non pas l'éprouvette directement.

Enfin, pour tous les paramètres concernés, son influence sera soustraite aux résultats obtenus:

$$RHR_{\text{épreuve}} = RHR_{\text{total}} - RHR_{\text{flamme pilote}}$$

1.2 PREPARATION DE L'ÉPROUVETTE ET ADAPTATION A L'APPAREILLAGE.

1.2.1 Choix du support.

Des projets développés par le comité technique 92 de l'organisation internationale de normalisation ont contribué à l'élaboration de guides sur les possibilités de supports pour évaluer la performance d'un produit installé en conditions finales d'utilisation [40]. Ces documents préconisent l'utilisation préférentielle des supports correspondant à l'environnement dans lequel sera installé le produit. Dans notre cas de figure, le support doit donc être représentatif des murs d'une habitation particulière qui, dans la majorité des cas, sont recouverts par une plaque de plâtre cartonné. C'est à ce titre que ce matériau a été retenu comme support type des produits de l'électrotechnique évalués dans cette partie.

1.2.2 Fixation de l'éprouvette sur le support.

Le mode de fixation de l'éprouvette sur le support a été choisi en tenant compte du produit et de ses conditions d'installation. Toutefois, la fixation peut être chimique (collage à l'aide de colle néoprène) ou mécanique (vis métalliques).

1.2.3 Maintien de l'ensemble (support/produit).

Le maintien de l'ensemble support/produit a été rendu possible par l'ajout de deux guides à l'intérieur de la cabine d'essai du cône calorimètre. Ce montage est représenté par la figure III-1.

Figure III-1 : Maintien de l'ensemble support/produit dans la cabine d'essai.

Les deux guides peuvent être éloignés ou rapprochés de la surface du cône chauffant. L'éprouvette est positionnée au moment de l'essai par coulissage entre ces deux guides.

1.3 CONDITIONS OPERATOIRES GENERALES.

1.3.1 Flux d'irradiance.

Pour obtenir l'irradiance souhaitée (40 kW/m^2 maximum à la surface de l'échantillon), une température de 950°C est imposée au niveau de la résistance du cône. La distance entre le cône et l'éprouvette est alors réglée pour exposer le centre de la surface de cette dernière à l'irradiance requise. Dans ce but, le profil de la répartition du flux de chaleur à l'intérieur de la cabine d'essai a été établi (pour une température de 950°C au niveau de la résistance du cône) et sert d'indicateur pour ce réglage (figure III-2).

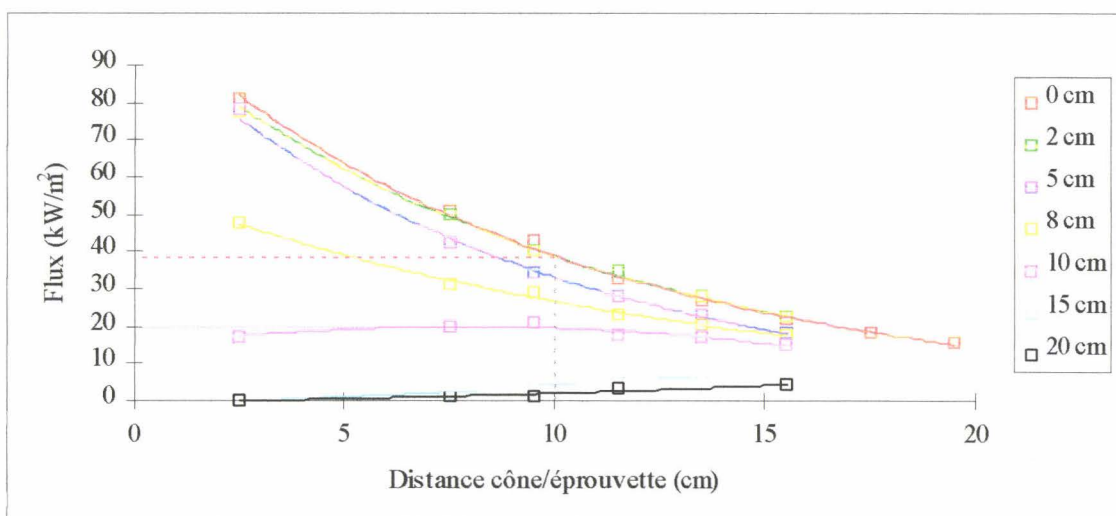


Figure III-2 : Profil du flux de chaleur à l'intérieur de la cabine d'essai du cône calorimètre.

Les différentes courbes correspondent à l'évolution du flux de chaleur à une distance donnée de l'axe du cône (2, 5, 8, 10, 15 et 20 cm) en tenant conjointement compte de l'éloignement du plan considéré par rapport au cône chauffant. Ainsi, à 10 cm de la surface du cône, l'irradiance sera légèrement inférieure à 40 kW/m^2 au niveau de l'axe. Elle passe à 20 kW/m^2 lorsqu'on s'éloigne de l'axe de 10 cm.

1.3.2 Ventilation.

La vitesse d'extraction des fumées issues de la combustion de l'éprouvette a été maintenue pour les essais envisagés à la valeur prescrite pour une utilisation standard du cône calorimètre (24 litres par seconde) [3]. Il a été toutefois vérifié, par des mesures à l'aide d'un

anémomètre, qu'elle ne donne lieu à aucun appel d'air (susceptible d'activer la combustion) dans l'environnement de l'éprouvette.

1.4 PROTOCOLE D'ESSAI.

La procédure de calibrage du cône calorimètre pour les essais envisagés est inchangée par rapport à une utilisation de l'appareil en configuration horizontale.

Les éprouvettes sont conditionnées pendant 48 heures en atmosphère contrôlée ($23^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, $50\%\text{HR} \pm 3\%\text{HR}$) avant d'être évaluées.

La première étape de l'essai consiste à allumer la flamme pilote et régler son débit d'alimentation en méthane à un litre par minute. Lorsque les différents analyseurs sont stabilisés (consommation d'oxygène et libération de dioxyde de carbone), l'enregistrement de l'essai peut débuter. Les données sont alors recueillies pendant soixante secondes et serviront à quantifier la participation moyenne de la flamme pilote à la consommation d'oxygène et à la libération de dioxyde de carbone par l'ensemble.

Le cône chauffant ayant été équipé d'un écran thermique amovible (« shutter »), cette période permet de positionner l'éprouvette (c'est-à-dire l'ensemble constitué par le produit fixé sur la plaque de plâtre) sans qu'elle soit exposée au flux thermique.

A l'issue des soixante secondes nécessaires à l'établissement de la ligne de base, l'écran protecteur est retiré. Cette étape correspond au début de l'essai.

2. APPLICATION DE LA METHODOLOGIE.

L'étude a pour objectif de valider la méthodologie définie à travers quelques exemples. Elle conduira ainsi à l'évaluation du comportement au feu de produits dans leurs conditions finales d'installations en référence à un modèle feu réaliste simulé par le cône calorimètre.

2.1 SELECTION DES EPROUVETTES - GENERALITES.

Les éprouvettes ont été sélectionnées en privilégiant, parmi l'offre électrotechnique, la famille des produits linéiques, susceptibles d'être prioritairement concernée par la directive sur les produits de la construction et donc soumise à l'essai SBI.

Les éprouvettes construites à partir des produits linéiques peuvent être de types « mono-composant » ou « pluri-composants » : dans le premier cas, le produit installé est caractérisé par une fonctionnalité unique. C'est le cas des plinthes, goulottes et petits appareillages. Dans le second cas, plusieurs produits à fonctionnalité unique sont regroupés sur l'éprouvette. La plinthe sur laquelle un appareillage a été inclus ou la plinthe remplie de câbles sont des exemples d'éprouvettes pluri-composants.

L'évaluation successive de ces deux types d'éprouvettes permettra donc de passer graduellement de l'étude simple d'un produit à l'étude d'une association de produits.

2.2 EVALUATION D'EPROUVETTES MONO-COMPOSANTES.

L'évaluation de la totalité des produits linéiques regroupant une seule fonction serait trop vaste pour entrer dans le cadre de ce travail. C'est pourquoi il sera restreint à l'étude de deux types de produit : conduits isolants et goulottes de câblage. Les performances au feu de ces catégories de produits seront successivement étudiées en fonction :

- de l'effet de la forme du produit
- de la nature de la matière qui le constitue.

2.2.1 Evaluation des effets de forme.

2.2.1.1 Présentation des éprouvettes.

Les éprouvettes sont constituées par des tronçons de conduits isolants rigides en PVC (destinés à protéger un câblage) de 20, 25, 40 et 63mm de diamètres.

L'effet de forme sera envisagé sous deux aspects :

- Pour un nombre fixé de conduits inclus dans l'éprouvette, en augmentant leurs diamètres respectifs.
- Pour un diamètre fixé, en juxtaposant plusieurs conduits.

Le tableau III-1 présente les masses initiales des différentes éprouvettes en fonction du nombre et du diamètres des conduits considérés.

Diamètre	N ^{bre} de conduits				
	1	2	3	4	8
20mm	46,3	93,2	-	190	374
25mm	62,6	125	-	254	491
40mm	108	215	319	439	-
63mm	213	436	647	-	-

Tableau III-1 : Masses initiales (en grammes) des éprouvettes en fonction du nombre et du diamètre des conduits.

L'étude permettra de suivre l'évolution du comportement au feu de ces produits en fonction de leurs diamètres respectifs mais également par rapport à leurs masses.

Cinq paramètres, reflète des aspects principaux de la combustion, seront suivis :

- ◇ Le dégagement de chaleur, par le biais du débit calorifique maximum (RHR) et de la quantité totale de chaleur libérée (THE).
- ◇ Le caractère opacifiant des fumées évalué grâce au volume total des fumées générées par la combustion (TSV en m³).
- ◇ Enfin, la toxicité sommaire à travers l'évaluation des quantités totales de monoxyde et de dioxyde de carbone libérées par la combustion.

2.2.1.2 Débit calorifique maximum.

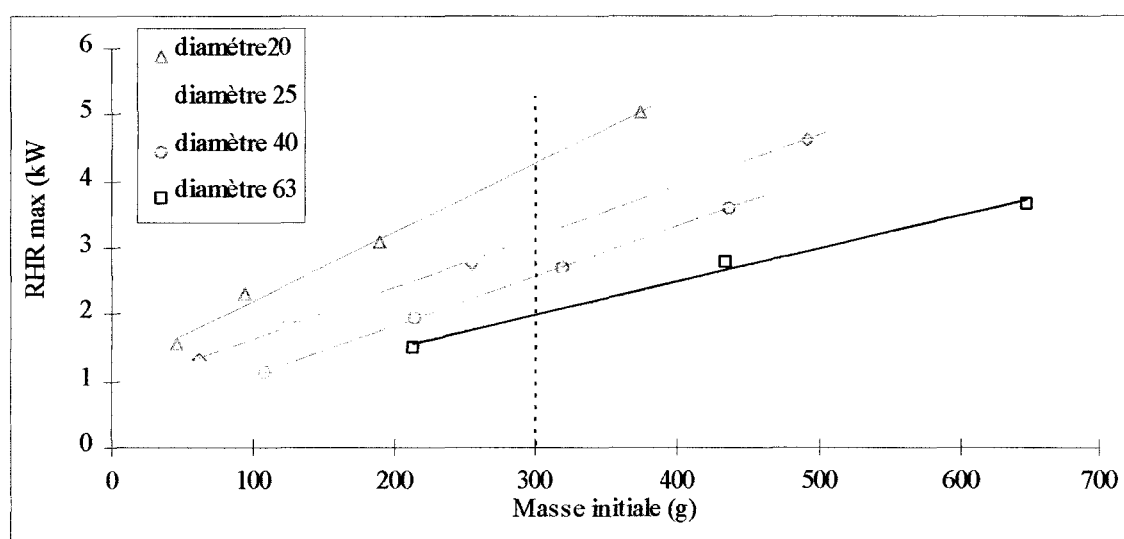


Figure III-3 : Débit calorifique maximum en fonction de la masse initiale et du nombre de conduits.

Pour un diamètre fixé de conduit, la vitesse maximale de dégagement de chaleur augmente linéairement avec la masse initiale du conduit donc avec le nombre de conduits juxtaposés. Le tableau III-2 regroupe les pentes (a), ordonnées à l'origine (b) et coefficients de corrélation (r) relatifs à ces quatre droites.

Diamètres (mm)	a (kW/g)	b (kW)	r
20	$10,4 \cdot 10^{-3}$	1,18	0,997
25	$7,65 \cdot 10^{-3}$	0,89	0,999
40	$7,4 \cdot 10^{-3}$	0,35	0,999
63	$4,9 \cdot 10^{-3}$	0,51	0,994

Tableau III-2 : Evolution du débit calorifique maximum en fonction de la masse et du diamètre du conduit.

Plus le diamètre du conduit est petit, plus l'évolution du rhr avec la masse initiale est rapide.

A masse initiale fixée, la performance de l'éprouvette est meilleure lorsque les diamètres des conduits considérés augmentent : par exemple, pour une éprouvette ayant une masse initiale de 300 grammes, le débit calorifique maximum atteint en cours d'essai décroît de 4,3kW à 2kW lorsque les diamètres des conduits passent de 20 à 63mm. Il y a donc intervention d'un effet de forme.

L'augmentation du diamètre d'un conduit va de pair, pour des raisons de résistance mécanique, avec une augmentation de la section de ses parois. La première partie de cette étude a permis de mettre en évidence l'influence de l'épaisseur d'une éprouvette sur la valeur du débit calorifique maximum qu'elle génère (diminution du pic de RHR lorsque l'épaisseur de l'éprouvette augmente, (c.f. figure I-2 page 12). Ce comportement établi à partir de l'essai matière se retrouve donc au travers de l'essai produit.

D'autre part, comme cela a été détaillé au préalable, la distance entre le cône et l'éprouvette est réglée pour exposer la surface de cette dernière à l'irradiance définie. De ce fait, la face postérieure d'un conduit de diamètre donné sera plus éloignée de la source thermique que l'un de ses homologues de diamètre moins important. La combustion est donc facilitée lorsque le diamètre du conduit diminue, et se traduit par une vitesse de dégagement de chaleur plus élevée.

En condition d'utilisation, il est donc préférable de privilégier l'emploi de conduits de diamètres importants plutôt que de multiplier le nombre de conduits de diamètres moins élevés. Par exemple, quatre conducteurs de section 50mm² peuvent être installés, conformément à la norme d'installation régissant ce type de produits [41], dans un seul conduit de diamètre 63mm. Le conduit de diamètre 40mm ne peut en contenir que deux. Deux conduits de diamètre 40mm seraient donc nécessaires pour incorporer les quatre conducteurs considérés. Hors, d'après la figure III-3, deux conduits de diamètre 40mm ($m_i=215g$) conduisent à une vitesse de dégagement de chaleur maximale ($rhr=2,2kW$) plus importante qu'un conduit unique de diamètre 63mm ($m_i=213g$, $rhr=3kW$).

2.2.1.3 Quantités totales de chaleur, de fumées, de monoxyde et de dioxyde de carbone.

Les figures II-4 à II-7 présentent les évolutions des paramètres (quantités cumulées) en fonction des masses initiales de produit..

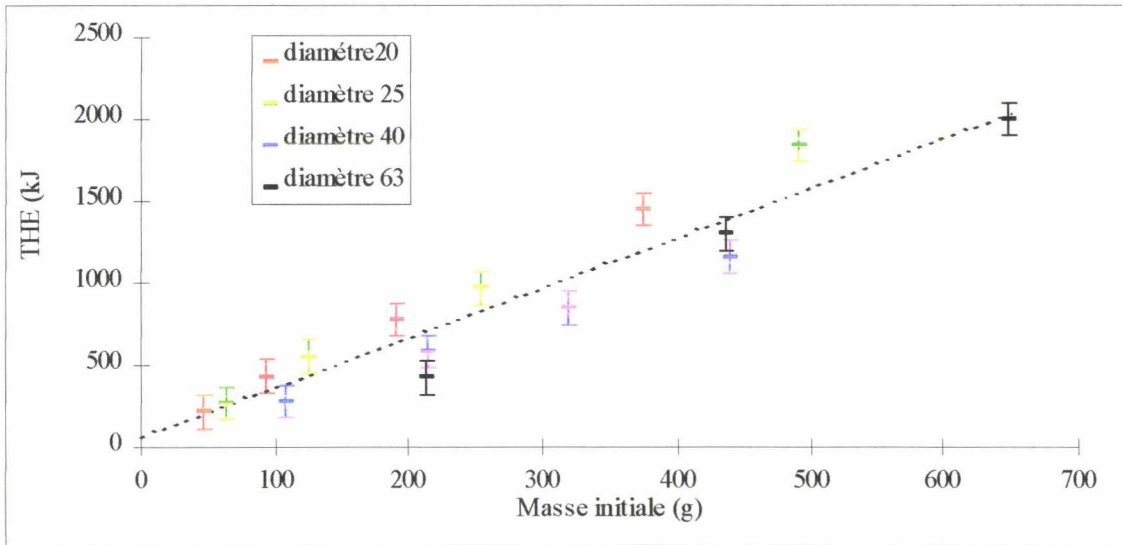


Figure III-4 : Quantité totale de chaleur libérée en fonction de la masse initiale des conduits

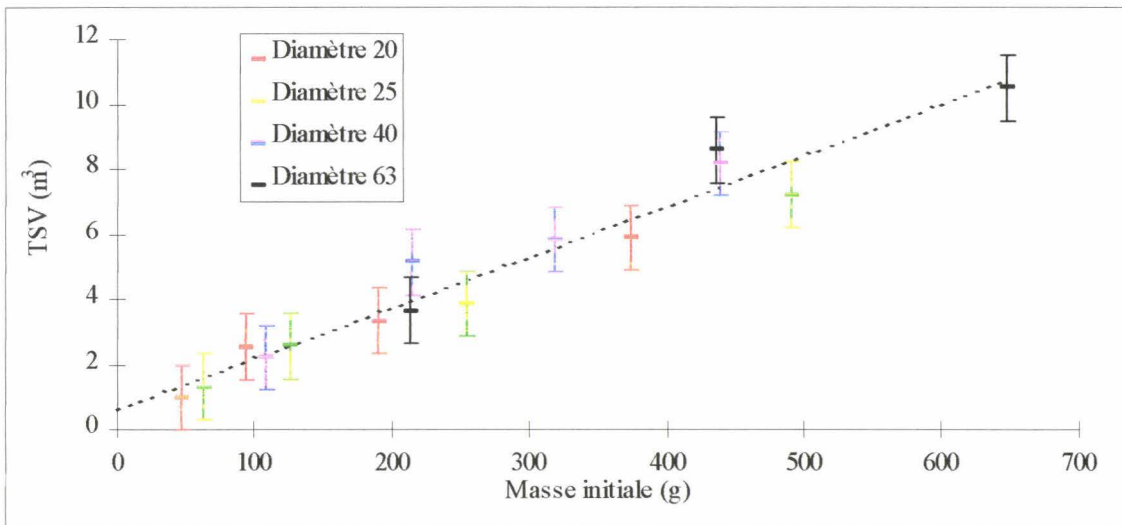


Figure III-5 : Volume total des fumées libérées en fonction de la masse initiale des conduits

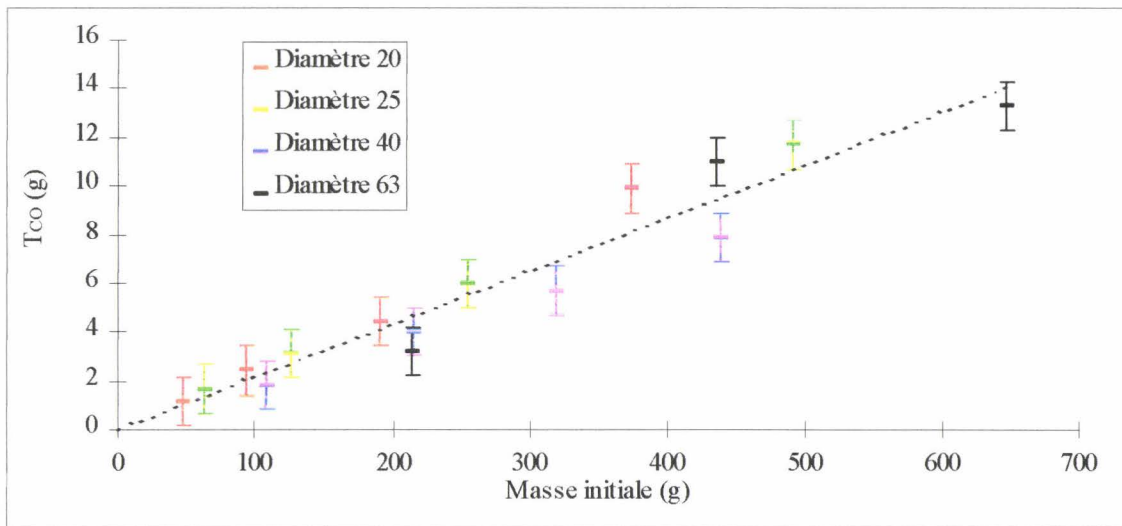


Figure III-6 : Quantité totale de CO libérée en fonction de la masse initiale des conduits

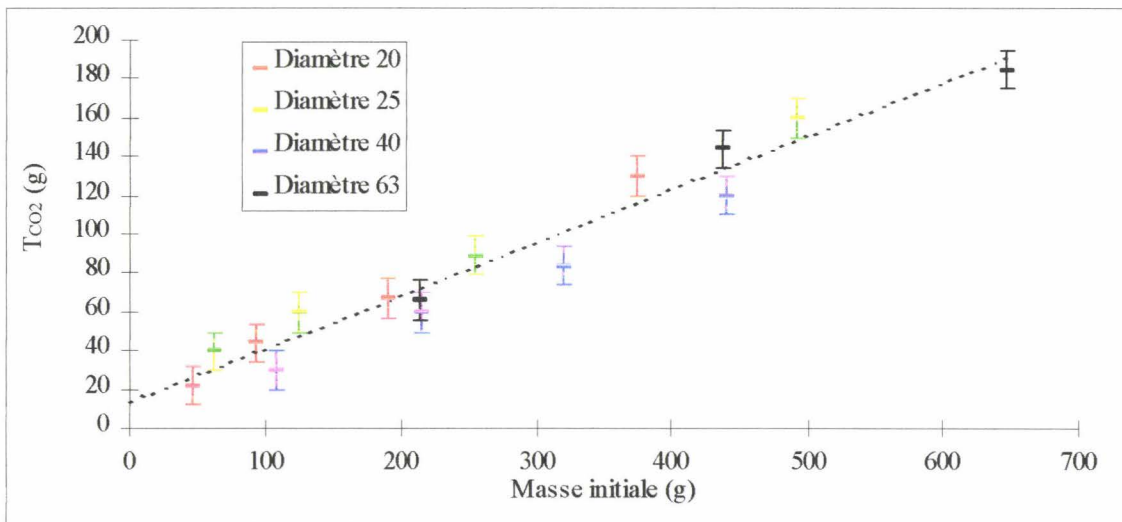


Figure III-7 : Quantité totale de CO₂ libérée en fonction de la masse initiale des conduits

Les figures III-4 à III-7 mettent l'accent sur l'absence d'effet de forme notable : une masse initiale donnée génère une quantité cumulée à peu près constante et indépendante du diamètre des conduits. On constate une évolution linéaire des différents paramètres en fonction de l'augmentation de la masse. Les pentes et les ordonnées à l'origine correspondantes sont reportées dans le tableau II-3.

	a	r
THE	3,20 kJ/g	0,954
T _{CO}	0,022 g/g	0,966
T _{CO2}	0,31 g/g	0,976
TSV	0,017 m ³ /g	0,974

Tableau II-3 : Pentas et ordonnées à l'origine pour différents paramètres en fonction des masses initiales présentes.

Chacune des quantités cumulées est fonction d'une masse de produit disponible. La valeur de ces différentes pentes permet, connaissant la masse initiale de produit installé, d'estimer avec un niveau de confiance satisfaisant les quantités de chaleur, fumées, CO et CO₂ susceptibles d'être libérées au cours de la combustion.

2.2.1.4 Conclusion.

- La vitesse maximale de dégagement de chaleur relative à une éprouvette constituée de conduits de diamètres fixés est directement proportionnelle à la masse initiale, donc au nombre de conduits juxtaposés.
- Les paramètres relatifs à cette relation (pentes et ordonnées à l'origine) sont variables d'un diamètre de conduit à l'autre : il y a donc intervention conjointe d'un effet de forme et d'un effet de masse. Plus le diamètre est petit, plus le rhr évolue rapidement avec la masse initiale de produit. Enfin, pour diminuer le danger en cas d'incendie, il est préférable de privilégier l'emploi de conduits de diamètres élevés plutôt que de multiplier le nombre de conduits de diamètres moins importants.
- Les quatre quantités cumulées considérées (THE, TSV, T_{CO} et T_{CO2}) semblent moins sensibles à l'effet de forme imputable au diamètre du conduit. Pour cette raison, l'exploitation de leurs valeurs s'est orientée vers une considération globale fonction des masses initiales. Des évolutions moyennes ont été calculées. Elles permettent de prévoir une quantité donnée en fonction de la masse initiale de conduits installés et peuvent donc servir d'outil pour évaluer la performance d'un ensemble de conduits.

2.2.2 Influence de la nature de la matière sur le comportement au feu.

2.2.2.1 Rappel.

Les projets actuels de textes normatifs [42] précisent que « la puissance toxique ne doit être utilisée que comme donnée d'entrée pour des évaluations de dangers qui incorporent des informations pertinentes sur la combustibilité, la quantité de produit en combustion et l'environnement dans lequel l'incendie a lieu ».

Sur cette base, les attaques que subissent régulièrement des matières telles que le PVC ne sont pas nécessairement objectives : en effet, les arguments « anti-PVC » mis en avant [43] reposent uniquement sur le caractère incapacitant des effluents issus de sa combustion et ne prennent pas en compte sa faible propension à brûler.

L'objectif de ce travail est de comparer le comportement au feu de deux produits respectivement mis en forme à partir de PVC et d'un alliage PPO/PS sans halogène, ce dernier constituant une alternative possible au PVC pour certaines applications.

Pour simuler les conditions d'un incendie réel, le cône calorimètre sera utilisé, modifié pour une évaluation du produit en conditions finales d'utilisation et sous les contraintes expérimentales (flux, flamme pilote..) définies au préalable.

Afin de minimiser une influence de la forme du produit, les deux goulottes évaluées ont des sections proches l'une de l'autre (100mmx100mm pour le PVC, 120mmx80mm pour l'alliage PPO/PS).

La comparaison portera dans un premier temps sur les paramètres traditionnellement retenus dans le domaine du comportement au feu. Dans un second temps, seront considérés les différents indices définis dans ce travail et exploités précédemment pour des essais matières.

2.2.2.2 Résultats.

Les résultats de l'étude du comportement au feu de la goulotte à base de PVC et de celle à base de l'alliage PPO/PS sont présentés dans les tableaux III-4 et II-5. Les quantités cumulées concernées (THE, TSV, T_{CO}, T_{CO2} et TSP) sont exprimées en fonction des masses initiales de produit.

	RHR max (kW)	RSP max (m ² /s)	THE (kJ/g)	TSP (m ² /g)	TSV (m ³ /g)	T_{CO} (g/g)	T_{CO2} (g/g)
Goulotte PVC	0,9	83	0,2	24	2,4	1,15	15
Goulotte PPO/PS	13	420	2,8	80	5,4	11,4	167

Tableau III-4 : Paramètres relatifs à la caractérisation de la goulotte PVC et de la goulotte PPO/PS.

	I_{rhr} (kW)	I_r (m ⁻¹)	I_k (K)	I_{CO} (ppm)	I_{CO2} (%)
Goulotte PVC	0,8	2,15	25	176	0,13
Goulotte PPO/PS	7,5	23	104	1690	1,4

Tableau III-5 : Caractérisation de la goulotte PVC et de la goulotte PPO/PS par leurs indices respectifs.

2.2.2.3 Discussion.

Selon un scénario d'évaluation simulant une situation d'incendie réelle, la performance de la goulotte à base d'alliage PPO/PS est de loin inférieure à celle de son homologue à base de PVC. Tous les paramètres retenus pour l'étude comparative vont dans ce sens.

Ce résultat peut être analysé en rapport avec les performances des deux matières (PVC et PPO/PS) évaluées au cône calorimètre utilisé en configuration standard sous une irradiance de 40 kW/m². Les tableaux III-6 et III-7 regroupent les données issues de cette caractérisation.

	RHR max (kW)	RSP max (m ² /s)	THE (kJ/g)	TSP (m ² /g)	TSV (m ³ /g)	T_{CO} (g/g)	T_{CO2} (g/g)
PVC	0,9	180	4,4	268	0,03	0,023	0,36
PPO/PS	2,8	248	22	1231	0,09	0,145	1,21

Tableau III-6 : Paramètres relatifs à la caractérisation du PVC et de l'alliage PPO/PS (épaisseurs de 1,5mm).

	I_{rhr} (kW)	I_r (m ⁻¹)	I_k (K)	I_{CO} (ppm)	I_{CO2} (%)
PVC	0,6	1,75	20	129	0,10
PPO/PS	2	7	27	398	0,33

Tableau III-7 : Caractérisation du PVC et de l'alliage PPO/PS par leurs indices respectifs.

La différence de performance constatée entre les deux produits évalués en condition d'installation se retrouve donc bien au travers de l'évaluation des matières.

Au delà des résultats obtenus qui mettent en évidence des évolutions comparables sur les essais produit et les essais matière, il serait particulièrement intéressant pour ce cas de figure de pouvoir estimer la performance au feu d'un produit à partir des caractéristiques de la matière qui le constitue.

Les figures III-8 et III-9 mettent en évidence une évolution linéaire entre les indices matières (tableau III-7) et les indices produits (tableau III-5) des deux goulottes.

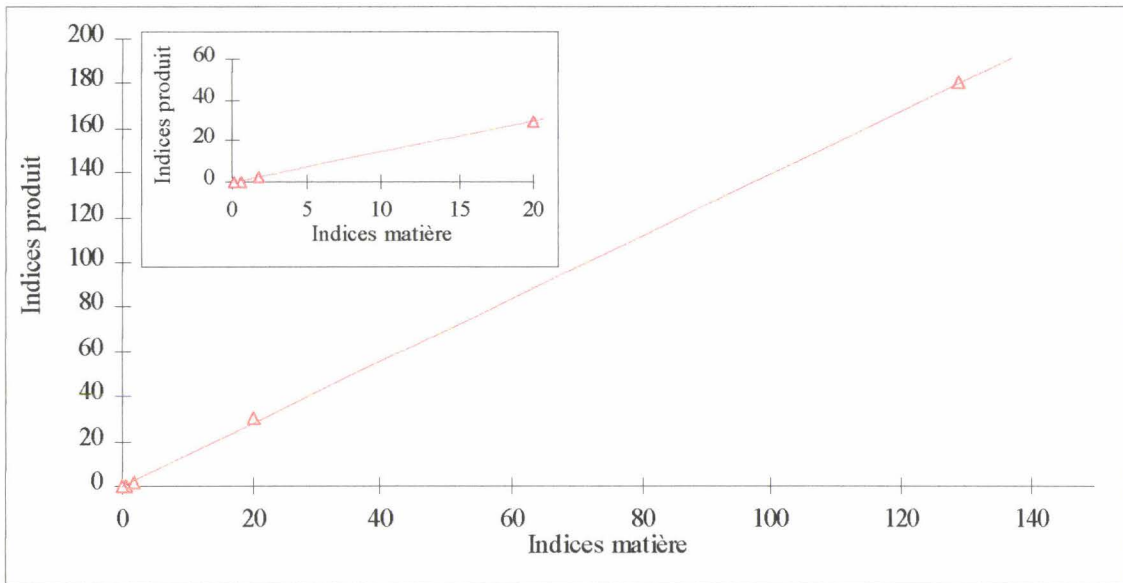


Figure III-8: Evolution des indices « produit » avec les indices « matière » pour le PVC.

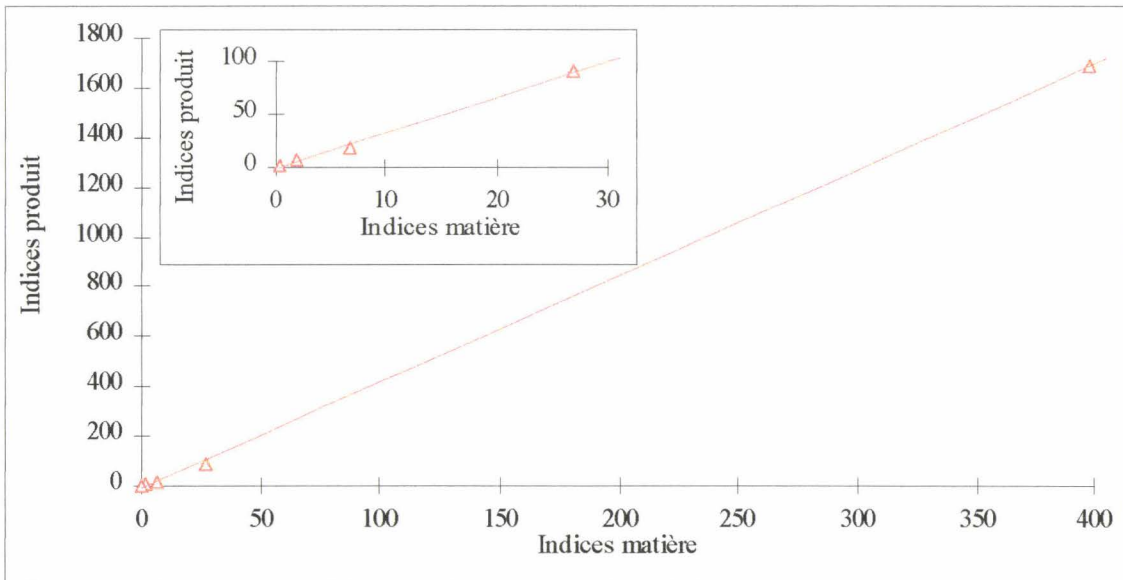


Figure III-9 : Evolution des indices « produit » avec les indices « matière » pour l'alliage PPO/PS.

Le tableau III-9 regroupe les valeurs des pentes (a), les ordonnées à l'origine (b) et les coefficients de corrélation (r^2) relatifs aux deux figures ci-dessus.

	a	b	r^2
PVC	0,96	3	0,988
PPO/PS	4,30	-9,65	0,999

Tableau III-9 : Caractérisation des évolutions entre indices « matière » et indices « produits ».

La détermination des indices « matière » peut donc conduire à l'estimation des indices « produit » correspondant. Pour l'alliage PPO/PS, il y a un effet **amplificateur** entre la performance de la matière et celle du produit correspondant (pente de 4,30). En revanche, pour le PVC, la performance du produit est **quasiment identique** à celle de la matière (pente de 0,96).

2.2.2.4 Conclusion.

Cette étude montre que le comportement au feu du PPO/PS, matière retenue en substitution du PVC dans le cadre d'applications sensibles aux problèmes de corrosion, est nettement inférieur à celui du PVC.

Dans le cas traité, l'utilisation des indices permet d'estimer la performance d'un produit à partir des performances d'une matière.

2.3 EVALUATION SUR EPROUVETTES MULTI-COMPOSANTS.

Les éprouvettes ont été bâties en associant plusieurs produits dans le but de simuler la configuration partielle d'une installation électrique. Les différents composants ont été choisis en fonction de leurs fréquences d'utilisation. Ce travail a pour objectif d'étudier l'influence des associations de matériaux sur leur comportement au feu.

Dans le cadre de cette étude, différents produits ont été retenus :

- Une plinthe câblée de manière progressive (de sa capacité minimale à sa capacité maximale) afin d'examiner la performance au feu de l'ensemble en fonction du taux de remplissage en câbles.

- Une plinthe de câblage sur laquelle a été adapté un appareillage (« prise de courant »). Une telle éprouvette inclus deux produits mis en forme à partir de matières caractérisées par des performances au feu différentes (PVC pour la plinthe, PC pour l'appareillage).

Pour quantifier leurs apports respectifs à la performance de l'ensemble, chacun des composants retenus a été dans un premier temps évalué séparément.

2.3.1 Caractérisation des différents composants.

2.3.1.1 Présentation des composants.

-Profilé-

Toutes les associations envisagées ont en commun la présence d'un profilé en PVC de section 110mmx20mm. Il est fixé sur la plaque de plâtre par collage.

- Appareillage-

L'appareillage retenu est une prise de courant (type « deux pôles + terre »), dont les parties actives sont constituées de polycarbonate V0 à l'UL 94. Pour le caractériser isolément, il a été encastré dans la plaque de plâtre et maintenu grâce à une grille métallique de fixation prévue à cet effet.

-Câblage-

Deux types de câblage ont été envisagés :

-Du fil électrique de section 2,5 mm², dont la gaine de protection extérieure est en PVC.

-Du câble électrique (3 x 2,5 mm²) isolé à partir de PVC et de polyéthylène réticulé (PER).

Pour leur caractérisation préliminaire, ces derniers ont été fixés au support de plaque de plâtre au moyen d'attaches spécifiques pour les câbles et les fils.

2.3.1.2 Résultats.

	RHR max (kW)	RSP max (m ² /s)	THE (kJ)	TSP (m ²)	TSV (m ³)	T_{CO} (g)	T_{CO2} (g)
Profilé PVC	0,85	84	310	30870	2,2	2	18
Appareillage	1,6	50	203	6430	0,7	1,7	20
Fil	0,95	9	94	371	0,04	0,7	4,5
Câble	1,7	34	469	5580	0,59	1,6	29

Tableau III-10 : Caractérisation des différents composants retenus.

	I_{rhr} (kW)	I_r (m ⁻¹)	I_k (K)	I_{CO} (ppm)	I_{CO2} (%)
Profilé PVC	0,6	1,8	34	151	0,10
Appareillage	1,8	1,25	19	210	0,25
Fil	0,6	0,13	10	152	0,19
Câble	1,55	0,95	35	230	0,38

Tableau III-11 : Indices relatifs aux différents composants retenus.

Les formulations PVC utilisées en câblerie [44] sont très chargées en agents plastifiants : ces additifs confèrent au produit des propriétés physiques (souplesse) indispensables à son utilisation mais diminuent fortement sa performance en cas d'incendie. Pour cette raison, le rhr maximum obtenu pour le câble (1,7 kW) est supérieur à celui obtenu pour le profilé (0,85 kW).

Les valeurs regroupées dans les tableaux III-10 et III-11 sont caractéristiques d'un produit (ou d'une fraction de produit) évalué dans une configuration d'essai précise. La performance

théorique d'une association regroupant deux composants sera estimée par additivité des performances respectives des deux composants, tirées des tableaux ci-dessus.

La comparaison des différentes valeurs théoriques aux valeurs obtenues expérimentalement permettra de mettre en évidence des effets favorables ou défavorables liés à l'association des deux produits.

Cette approche sera développée sur plusieurs exemples d'associations de composants retenues.

2.3.2 Association profilé/câblage.

La nature des différentes configurations envisagées est détaillée dans le tableau III-12.

Configuration	Structure	
<i>A</i>	Profilé + 3 tronçons de fils	Taux de remplissage croissant ↓
<i>B</i>	Profilé + 9 tronçons de fils	
<i>C</i>	Profilé + 3 tronçons de câbles	
<i>D</i>	Profilé + 4 tronçons de câbles + 4 tronçons de fils	

Tableau III-12 : Nature des quatre configurations envisagées.

2.3.2.1 Résultats.

Les tableaux III-13 et III-14 rassemblent les valeurs expérimentales et théoriques, ces dernières étant calculées à partir de l'hypothèse d'une participation intégrale de chacun des composants à la performance de l'ensemble.

	RHR max		RSP max		THE		TSV		T_{co}		T_{co2}	
	<i>(kW)</i>		<i>(m²/s)</i>		<i>(kJ)</i>		<i>(m³)</i>		<i>(g)</i>		<i>(g)</i>	
	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.
A	0,75	3,7	68	110	287	592	1,26	2,3	1,6	4,1	7,3	31,5
B	1,1	9,4	68	163	405	1156	2,24	2,6	3,2	8,3	21	58,5
C	1,5	5,95	132	186	650	1717	2,57	5	4,2	6,8	34	105
D	3,4	11,45	160	255	1650	2562	5,51	4,7	8,4	11,2	90	152

Tableau III-13 : Caractérisation de l'association profilé/câblage - comparaison des valeurs expérimentales aux valeurs théoriques.

	I_{rhr}		I_r		I_k		I_{co}		I_{co2}	
	<i>(kW)</i>		<i>(m⁻¹)</i>		<i>(K)</i>		<i>(ppm)</i>		<i>(%)</i>	
	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.	Exp.	Théo.
A	0,46	2,4	1,1	2,2	34	49	134	607	0,09	0,65
B	0,83	4,2	1,8	2,6	45	79	295	1065	0,17	1,25
C	0,6	5,2	1,25	4,65	33	124	189	841	0,13	1,25
D	1,18	9,2	1,6	6,1	53	199	279	1679	0,23	2,35

Tableau III-14 : Indices relatifs à l'association profilé/câblage - comparaison des valeurs expérimentales aux valeurs théoriques.

2.3.2.2 Discussion.

Les valeurs estimées de chacun des paramètres considérés sont dans tous les cas inférieures aux valeurs obtenues expérimentalement. Le comportement de l'ensemble est donc meilleur que celui estimé sur l'hypothèse d'une participation intégrale de chacun des constituants.

Il peut être admis que le processus de dégradation de la plinthe concerne dans un premier temps le couvercle et reste dans cette période indépendant de la présence ou de l'absence de câblage dans ses compartiments. Lorsque le couvercle est suffisamment détérioré pour exposer le contenu de la plinthe à l'influence du flux, les produits issus de la dégradation du câblage sont confrontés à l'effet retardateur de flamme imputable aux radicaux chlore

présents dans le milieu. De ce fait, la participation du câblage est inférieure à celle attendue et en ce sens, la plinthe exerce un effet protecteur sur le câble.

2.3.3 Association profilé/appareillage.

2.3.3.1 Résultats.

	RHR max (kW)	RSP max (m ² /s)	THE (kJ)	TSP (m ²)	TSV (m ³)	T _{CO} (g)	T _{CO2} (g)
Valeurs expérimentales	2,4	162	497	40314	3,6	3,4	31
Valeurs théoriques	2,45	135	513	37300	2,9	3,7	38

Tableau III-15 : Caractérisation de l'association profilé/appareillage - comparaison des valeurs expérimentales aux valeurs théoriques pour les paramètres traditionnels.

	I _{thr} (kW)	I _r (m ⁻¹)	I _k (K)	I _{CO} (ppm)	I _{CO2} (%)
Valeurs expérimentales	1,05	4,9	40	450	0,25
Valeurs théoriques	2,4	3,05	53	361	0,35

Tableau III-16 : Indices relatifs à l'association profilé/appareillage - comparaison des valeurs expérimentales aux valeurs théoriques.

2.3.3.2 Discussion.

- Les paramètres classiques (RHR, RSP, THE, TSP, TSV, T_{CO} et T_{CO2}) théoriques se rapprochent tous des valeurs obtenues expérimentalement. L'association de l'appareillage considéré à la plinthe conduit donc à une additivité de leurs performances respectives.

- Par contre, la comparaison des valeurs expérimentales et théoriques des différents indices (tableau III-8) met en évidence l'existence d'écarts et montre que l'association est :

- favorable au dégagement de chaleur (I_{thr}) et au dégagement de dioxyde de carbone (I_{CO2}).

- défavorable aux dégagements de fumées (I_f) et de monoxyde de carbone (I_{CO}).

Ces effets peuvent être attribués aux radicaux chlore libérés par le PVC de la plinthe. Leur présence inhibe en effet la dégradation du polycarbonate et conduit ainsi à une valeur d'indice de débit calorifique moins élevée que prévue. Les THE expérimentaux et théoriques étant comparables, il apparaît donc que l'association mettra **plus de temps que prévu pour libérer son potentiel énergétique**.

Toutefois, en étant stoppés dans leur processus de décomposition, les produits de dégradation restent majoritairement sous la forme aromatique (produits de combustion ménagée) et entraînent un indice de fumée plus élevé que prévu.

CONCLUSION GENERALE.

Le premier objectif de cette étude était de contribuer à l'exploitation et au développement de nouveaux paramètres et nouvelles sources d'information sur la combustion, accessibles à partir de l'essai au cône calorimètre.



Le travail a permis, sur la base des données obtenues à l'issue d'un essai, d'introduire et d'exploiter les nouveaux paramètres suivant, en vue de l'évaluation du comportement au feu d'un matériau ou d'un produit :

- Le FIGRA (Flame Index Growth Rate). Ce paramètre reflète l'aptitude de la combustion à se propager. Son emploi permet de définir pour le matériau modèle sélectionné (Polyéthylène dans le cadre de notre étude) une épaisseur « critique », équilibre entre une vitesse de combustion lente et une quantité totale de chaleur libérée importante.

- Les potentiels de risque (P_{THE} , P_{TSV} , P_{TSP} , P_{CO} et P_{CO2}). Ils sont obtenus par le cumul des valeurs dynamiques sur la durée de l'essai. Il a été montré qu'ils sont fonction de la masse de matière présente. Leur combinaison permet d'aboutir à une classification des matériaux basée sur leur **comportement** global au feu.

- Les indices d'énergie, prenant en compte à la fois l'énergie totale libérée par la combustion et le temps moyen nécessaire pour libérer cette énergie. Ce concept a été étendu à d'autres données accessibles par le cône calorimètre pour finalement aboutir à la définition des indices de fumée (I_f), de température (I_K), de dégagement de CO (I_{CO}) et de CO₂ (I_{CO2}). A travers plusieurs exemples, il a été démontré que leur emploi s'avère utile pour nous fournir des données complémentaires sur la combustion.

Par ailleurs, une méthodologie, basée sur le couplage cône calorimètre/IRTF, a été développée. Elle est destinée à l'analyse des produits de dégradation et de combustion. En l'appliquant au cas d'un polyester, deux produits contribuant à l'inflammation de ce dernier ont été mis en évidence. D'autre part, pour plusieurs dégradations réalisées dans des conditions d'irradiance variables, le rapport entre les quantités de dioxyde et de monoxyde de carbone dans l'effluent n'évolue pas de manière identique pour tous les matériaux. Ce résultat expérimental est en désaccord avec les données du rapport technique pris en référence. Ces

dernières indiquent en effet que toutes les conditions d'incendie (du feu couvant à l'embrassement généralisé) sont caractérisées par un rapport entre les quantités de dioxyde et de monoxyde de carbone fixé.

Le deuxième objectif de ce travail était de traiter le cas d'éprouvettes regroupant plusieurs matières et de classer les différentes associations de matières étudiées en fonction de leur comportement au feu.

La réalisation de cet objectif est passée par la définition d'un coefficient d'interaction. Il tient à la fois compte de la performance de l'association (appréciée par le biais des différents indices définis précédemment) et de l'écart entre sa performance théorique et sa performance réelle. Sur cette base, la juxtaposition faisant intervenir du PVC et du PC V0 est la plus performante des associations. La juxtaposition du PC-ABS avec un PC V2 est la moins performante.

La caractérisation des différentes superpositions de matières par deux paramètres feu classiques (RHR et THE) ne met en évidence aucun effet d'antagonisme ou de synergie entre les matières. En revanche, la considération des différents indices met en évidence un effet favorable entre les matières. Pour l'indice d'énergie, il est imputable à un retard dans le temps moyen nécessaire pour libérer l'énergie.

Le troisième objectif de cette étude était d'appliquer la méthodologie du cône calorimètre aux essais sur produits. Sa réalisation est passée par la modification de la configuration d'essai standard.

L'évaluation de conduits de différents diamètres a permis de mettre en évidence des effets de forme qui se manifestent sur le débit calorifique maximum. Les autres paramètres considérés ont pu être reliés à la masse de conduits inclus dans l'éprouvette. Les relations établies

permettent d'évaluer la performance au feu d'une installation mettant en jeu des conduits connaissant les masses initiales de ces derniers. D'autre part, les résultats obtenus montrent qu'il est préférable de favoriser l'emploi de conduits de gros diamètre plutôt que de multiplier le nombre de conduits plus petits.

Des essais comparatifs réalisés sur des produits en PVC et des produits à base de l'alliage PPO/PS sans halogène ont montré que le remplacement du PVC se solde par une diminution de la performance au feu du produit concerné. Les essais matière réalisés sur le PVC et l'alliage PPO/PS vont dans le même sens. Les indices définis au préalable permettent d'estimer avec un niveau de confiance satisfaisant la performance du produit connaissant celle de la matière.

Enfin, des associations de produits faisant intervenir une plinthe en PVC ont mis en évidence qu'en cas d'incendie, les radicaux chlore issus de sa dégradation influent favorablement le comportement des produits (fils, câbles et appareillage dans le cadre de cette étude) qui lui sont associés.

BIBLIOGRAPHIE.

- [1] « L'usine nouvelle » du 28 Novembre 1996.
- [2] HARLAND, W. A. ; ANDERSON, R.A. ; « Causes of Deaths in Fires », Conference on smoke and toxic gases from burning plastics, pp 15/1 - pp 15/19, London 6-7 January 1982, QMC Industrial Research Ltd, London.
- [3] ASTM E 1354-90
Heat and visible smoke release rates for materials and products using an oxygen consumption calorimeter.
- [4] ISO 5660-1.
Essais au feu - réaction au feu.
Partie 1 : Débit calorifique des produits du bâtiment (méthode au calorimètre conique).
- [5] ISO 5660-2.
Essais au feu - réaction au feu.
Partie 2 : Mesure dynamique de la fumée.
- [6] ISO 5660-3.
Essais au feu - réaction au feu.
Partie 3 : Mesure de la cinétique de perte de masse.
- [7] THORNTON, W. ; Philosophical magazine and journal of science, 33, 196, 1917.
- [8] HUGGET, C. ; Fire and materials, 1980, 4(2), 61-65.
- [9] BABRAUSKAS, V. ; Fire and materials, 1984, 8(2), 81-94.
- [10] SCUDAMORE, M.J. ; BRIGGS, P.J. ; PRAGER, F.H. ; Fire and materials, 1991, 15, 65-84.
- [11] ISO 9705 ; Juin 1994.
Room corner test
- [12] Commission européenne, Direction générale III, Document RG N150, Septembre 1998.

- [13] HIRSCHLER, M.M. ; « Heat release from plastics materials » in heat release in fires, chapitre 12(a), BABRAUSKAS, V. et GRAYSON, S.J., eds., London : Elsevier applied science, 545-563.
- [14] ZHANG, J. ; SILCOCK, G.W.H. ; SHIELDS, T.J. ; Journal of fire sciences, 1995, **13**, 141-161.
- [15] HIRSCHLER, M.M. ; Fire and polymers, chapitre 31, American chemical society, 1990.
- [16] BABRAUSKAS, V. ; Fire safety journal, **14**(1989), 135-142.
- [17] BABRAUSKAS, V. ; TWILLEY, W.H. ; PARKER, W.J. ; Fire and materials, **17**, 51-63 (1993).
- [18] Rapport « Roland », partie3 : Comparison with the SBI and modelling, L.S. Fire Laboratories, Montano Lucino, Italie (Août 1996).
- [19] Rapport intermédiaire convention CIFRE 95/337, Septembre 1997.
- [20] GOFF, L.J. ; Polymer engineering and science, 1993, **33**(8), 497-500.
- [21] GOFF, L.J. ; Antec'91, 1630-1632.
- [22] HORNSBY, P.R. ; WATSON, C.L. ; Polymer degradation and stability, 1990, **30**, 73-87.
- [23] Journal Officiel des Communautés Européennes, n° C 62, 28 Février 1994.
- [24] Rapport « Roland », partie1 : Résultats des essais, L.S. Fire Laboratories, Montano Lucino, Italie (Juin 1996).
- [25] Rapport Technique ISO TR 9122-1, 15 Novembre 1989.
Essais de toxicité des effluents du feu.
Partie 1 : Généralités.

- [26] POTTEL, H. ; Fire and materials, vol 20, 107-109 (1996).
- [27] KALLONEN, R. ; MIKKOLA, E. ; Smoke gaz analysis by FTIR, NordTest Project n° 970-91 (1992).
- [28] Rapport Technique ISO TR 9122-3, 15 Mai 1993.
Essais de toxicité des effluents du feu.
Partie 3 : Méthodes d'analyse des gaz et des vapeurs dans les effluents du feu.
- [29] Rapport Technique ISO TR 9122-4, 15 Mai 1993.
Essais de toxicité des effluents du feu.
Partie 4 : Modèle feu (fours et appareillages de combustion utilisés dans les essais à petite échelle).
- [30] PECOUL, N. ; Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille, n° 1892, 1996.
- [31] PAUL, K.T. ; Flame retardants' 94, Elsevier applied science, 1994, 251-262.
- [32] O'MARA, M.M. ; Pure and applied chemistry, Vol 49, 649-660 (1977).
- [33] ISO 1210, Septembre 1993.
Détermination du comportement au feu d'éprouvettes horizontales et verticales au contact d'une petite flamme comme source d'allumage.
- [34] NF P 92-501.
Bâtiment - Essais de réaction au feu des produits
Partie 1 : Essai par rayonnement applicable aux matériaux rigides ou rendus tels (matériaux de revêtement collés) de toutes épaisseurs et aux matériaux souples d'épaisseur supérieure à 5mm.
- [35] Journal Officiel des Communautés Européennes n° L 40 du 12 Février 1989.

- [36] Commission Européenne, direction générale III, document « Construct 94/119 », 19 Mai 1994.
- [37] « Background document for the application of the commission decision of 09/09/94 on reaction to fire classification of building products excluding floorings », CEN TC 127, ADHOC 15/N60, Avril 1996.
- [38] Commission Européenne, direction générale III, « proposal for a solution in the field of reaction to fire of construction products », 03 Décembre 1993.
- [39] HIRSCHLER, M.M. ; « Why not use the cone calorimeter with vertical samples ? », Flame retardants' 94, Elsevier applied science, 1994, 230-238.
- [40] « Guidance on the choice of substrates for building materials for reaction to fire tests », Document ISI TC 92/SC1, N312, 08 Juillet 1994.
- [41] NF C 15-100.
Installations électriques à basse tension.
- [42] Projet CEI n° 60695-7-3, document 89/256/CDV (Juillet 1997).
Essais relatifs aux risques du feu.
Partie 7-3 : Guide sur la minimalisation des risques toxiques dus à des feux impliquant des produits électrotechniques. Utilisation et interprétation des résultats d'essai.
- [43] « Alternatives to PVC - suppliers guide » ; Association for Environment Conscious Building ; Octobre 1996.
- [44] PAYS ; M. ; « Câbles de transport d'énergie. Technologie. Caractéristiques. »
Techniques de l'ingénieur, traité de génie électrique ; Vol. D 4520 ; pp 1-19

