

Caractérisation de la dégradation thermique de matériaux solides : Apports et intérêts.

T. ROGAUME, L. BUSTAMANTE VALENCIA F. RICHARD

Laboratoire de combustion et de détonique, UPR 9028 CNRS

E. GUILLAUME

Laboratoire National de métrologie et d'Essais

G. REIN, J.L. TORERO

Fire Group, University of Edinburgh

1. Contexte des études :

Depuis plusieurs décennies, de nombreuses actions de recherche ont eu lieu afin de caractériser les incendies, notamment concernant les combustibles solides. Lors de ces approches, les aspects cinétiques sont le plus souvent négligés ou traités de manière succincte. Ainsi dans de nombreuses simulations numériques, la cinétique de dégradation (pyrolyse ou dégradation oxydante) est traitée comme une simple réaction globale à une ou deux étapes. Ainsi malgré la complexité des codes de calcul utilisés afin de décrire la combustion, la première étape, la dégradation, est abordée avec de fortes hypothèses. Cela engendre deux sortes de problèmes :

- la non description des mécanismes réactionnels de dégradation ainsi que la la formation des espèces gazeuses. Pourtant lors d'un incendie, plus de 90% des victimes meurent de la toxicité des fumées. L'étude de la formation des polluants gazeux est ainsi primordiale ;
- une mauvaise description du feu et de son comportement.

Dans ce sens, un programme de recherche commun entre le Laboratoire de Combustion et de Détonique, le Laboratoire National de métrologie et d'Essais et l'Université d'Edinburgh est en cours afin de :

- déterminer les paramètres cinétiques de la dégradation thermique des combustibles solides ;
- déterminer les cinétiques de formation des espèces gazeuses – paramètres cinétiques de formation des précurseurs.

2. Dispositifs expérimentaux :

Trois dispositifs expérimentaux sont dans un premier temps mis en œuvre :

- le cône calorimétrique. Celui-ci est couplé à un analyseur Infra rouge afin de d'identifier et de quantifier les espèces gazeuses émises ;
- la LIFT : mesure de la vitesse de propagation latérale de flamme ;
- le dispositif du réacteur tubulaire.

Les deux premiers dispositifs étant bien connus du domaine, ils ne seront pas détaillés ici. Ils sont utilisés afin de caractériser : le délai d'inflammation, la vitesse de perte de masse, le flux d'énergie libérée, la vitesse de propagation de flamme...

Le troisième dispositif, dont une vue schématique est présentée ci-dessous, est utilisé afin de caractériser les espèces volatiles émises lors de la dégradation.

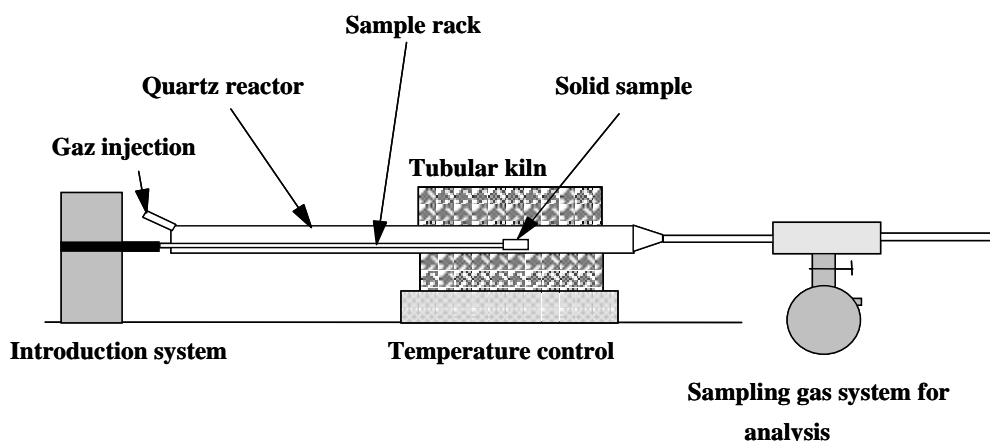


Figure 1 : dispositif expérimental du four tubulaire.

La partie centrale du montage est constituée d'un four tubulaire et d'un réacteur en quartz. Le four est disposé horizontalement. Il est relié à un dispositif de régulation de température qui permet :

- de fixer une température constante au sein du réacteur. Cette température peut atteindre la valeur maximale de 1200°C.
- de fixer une rampe de montée en température afin d'étudier l'impact de la vitesse de chauffe.

Le réacteur en quartz est en partie disposé à l'intérieur du four. Un thermocouple de type K placé au centre du réacteur permet de mesurer la température à l'intérieur de celui-ci, avant introduction du combustible. Cette introduction est réalisée grâce à une nacelle porte échantillon, munie d'un thermocouple situé à l'endroit de la décomposition du solide.

La vitesse de chauffage de l'échantillon étant un paramètre très influant sur les mécanismes de dégradation, le système d'introduction du solide dans le four a été conçu de façon à obtenir une vitesse d'introduction donc une vitesse de chauffe constante et reproductible. Le temps de séjour des gaz dans la partie chaude est variable et dépendant de la température, son choix est dicté par celui du débit de gaz vecteur ou de comburant.

Deux débitmètres massiques permettent de contrôler l'atmosphère de dégradation. Celle-ci peut ainsi varier de l'inerte pour étudier la pyrolyse (absence d'oxygène) à l'air ambiant, $[O_2]=20,9\%$.

Les gaz sont extraits du four par pompage afin de garantir un débit constant puis sont conduits vers une chaîne analytique comprenant divers analyseurs spécifiques. Les gaz analysés sont : CO, CO₂, SO₂, NO, CH₄, C₂H₂, C₂H₄, C₃H₈, C₆H₆, CO, CO₂, HCl, NO₂, NO, N₂O, HCN, NH₃ et SO₂; hydrocarbures totaux.

3. Etudes réalisées et en cours :

Le cheminement des études est le suivant :

- Etude de la dégradation thermique : cette phase expérimentale permet la description de la dégradation des matériaux solides, étudiée sous atmosphère inerte (pyrolyse) et oxydante, pour différentes températures de dégradation et vitesses de chauffage. L'atmosphère de combustion varie d'une concentration locale de 0% d'oxygène à 20,9 % par échelle de 2%. Cela permet d'étudier au delà de la

pyrolyse et de la combustion le fait que le feu soit plus ou moins confiné. Lors des essais à l'aide du four tubulaire, les températures de dégradation évoluent de la température de début de pyrolyse, identifiée soit au sein de la littérature, soit suite à des essais en DSC ou en ATG, jusque 1100°C. Lors de ces essais, les composés gazeux précédemment listés sont quantifiés. De la sorte nous obtenons une base de données des composés gazeux émis lors de la dégradation des combustibles étudiés.

Les essais en cône calorimétrique permettent de décrire les températures de dégradation ainsi que la vitesse de perte de masse du combustible en fonction de la richesse locale et du flux thermique. Pour cela une cellule de contrôle d'atmosphère est utilisée. Le cône calorimétrique est relié à un analyseur infra-rouge afin de quantifier les émissions d'hydrocarbures et d'oxydes de carbone. La LIFT est utilisée à cette étape pour prédire de manière simplifiée les comportements des matériaux.

Cette étape du travail permet ainsi une description expérimentale de la dégradation. L'évolution des vitesses de perte de masse et des concentrations en polluants permettent alors l'identification des étapes de la dégradation.

- Dédution des paramètres cinétiques : à partir des essais expérimentaux, le modèle développé à Edinburgh par G. REIN et mis en place à Berkeley, doit être utilisé afin de déterminer les paramètres cinétiques de dégradation du solide et de formation des espèces volatiles. Le modèle repose sur l'approche des algorithmes génétiques.
- Simulations numériques : les données cinétiques issues de la précédente étape doivent être introduites au sein des codes de calcul. Dans un premier temps cela se fera au sein de FDS. Des calculs doivent être réalisés afin de décrire et de valider les apports de cette nouvelle approche.
Validation expérimentale : les calculs numériques avec FDS doivent être validés par comparaison avec des essais à grande échelle, SBI et basées sur la norme ISO 21367 (médium) d'abord sur le cône calorimétrique puis sur la LIFT.