

Étude du comportement au feu de deux matériaux composites : carbone-phénolique et carbone-PEKK.

Brady MANESCAU¹, Nathan GRANGE^{1,2}, Khaled CHETEHOUNA¹, Nicolas GASCOIN¹, Samuel SENAVER² and Isabelle REYNAUD²

¹INSA Centre Val de Loire, Univ Orléans, France

²DAHER, France

GDR Feux 13-14 Février 2020 –UMET Lille.



Sommaire :

I. Contexte de l'étude

II. Matériaux et moyens de mesures

II.1. Description des matériaux composites étudiés

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

III.3. Caractérisation des émissions gazeuses à moyenne échelle

IV. Conclusions et perspectives

Sommaire :

I. Contexte de l'étude

II. Matériaux et moyens de mesures

II.1. Description des matériaux composites étudiés

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

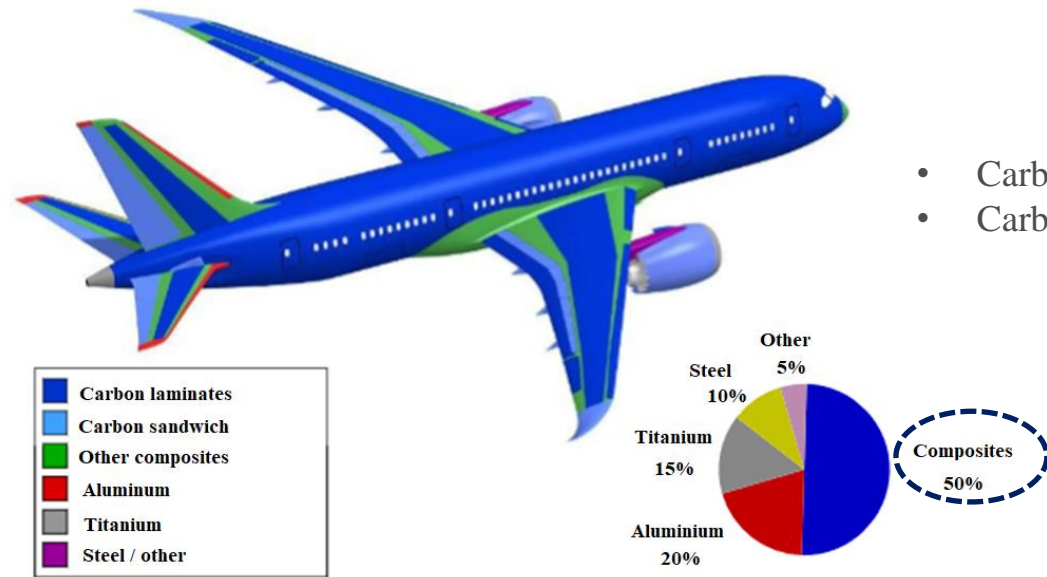
III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

III.3. Caractérisation des émissions gazeuses à moyenne échelle

IV. Conclusions et perspectives

I. Contexte de l'étude

- Les matériaux composites sont largement utilisés dans plusieurs domaines d'applications d'ingénieries et en particulier dans l'industrie aéronautique;
- Ils représentent plus de la moitié des éléments constitutifs d'un véhicule aéronautique;
- Par exemple, environ 50 pour cent en masse du Boeing 787 Dreamliner est fabriqué par des composites renforcés de carbone; L'Airbus A350-XWB est fabriqué à 52% en masse (*Marsh, G. (2007)*), et Bombardier C Series est fabriqué avec environ 47% (*Marsh, G. (2011)*).
- Malgré leurs propriétés structurelles et mécaniques remarquables, il est important d'améliorer leurs matrices afin d'augmenter le rapport résistance/poids (*Kumar et al. (2019)*).

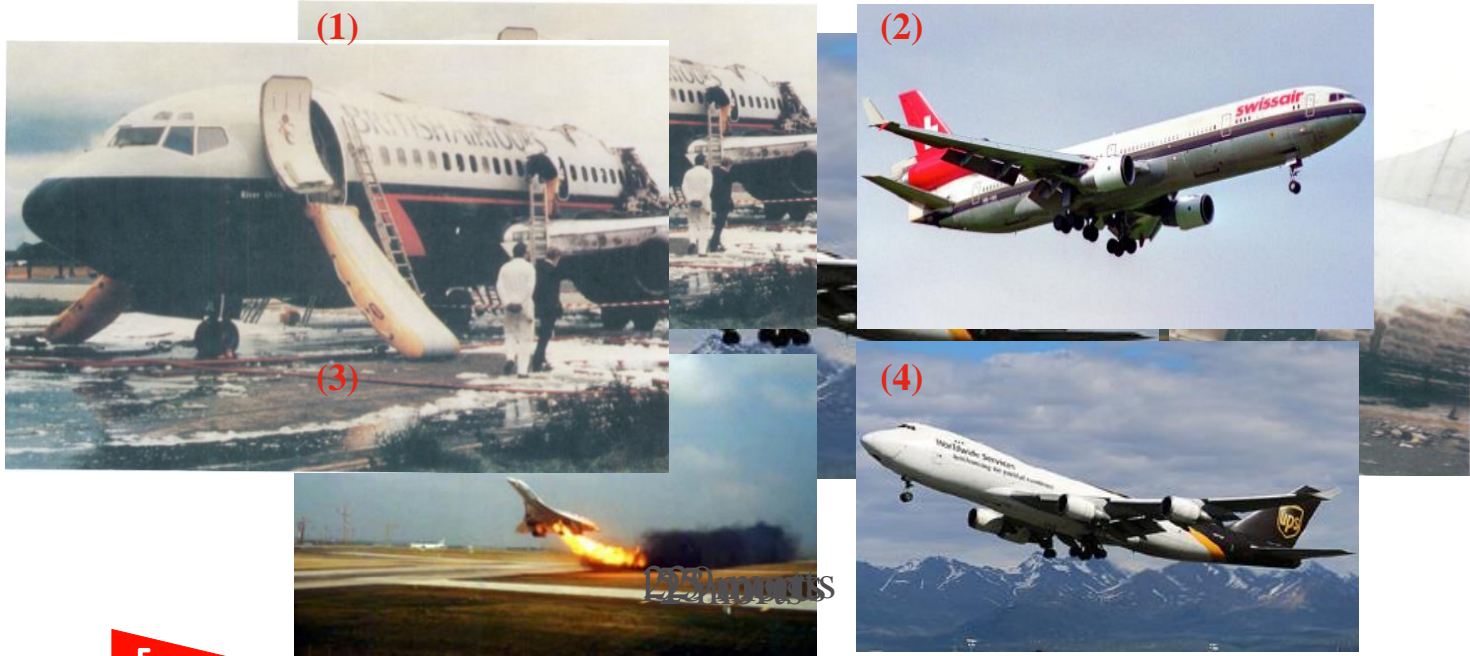


- Carbone-Polyether-ketone-ketone (PEKK)
- Carbone-Phénolique

Figure 1 : Exemple de constitution de différents matériaux sur un avion

I. Contexte de l'étude

- Les matériaux composites utilisés pour les applications aérospatiales sont vulnérables lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées;
- Le développement et l'utilisation de ces matériaux sont strictement encadrés par la réglementation aérienne;
- En considérant les différents accidents produits ces dernières années : ¹Aout 1985 - Boeing 737 ; ²Septembre 1998 - MD-11; ³Juillet 2000 – Concorde ; ⁴Septembre 2010 - Boeing 747 cargo UPS.
- **La recherche scientifique devient cruciale dans la compréhension du comportement au feu des matériaux composites pour les pièces d'avion.**



Sommaire :

I. Contexte de l'étude

II. Matériaux et moyens de mesures

II.1. Description des matériaux composites étudiés

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

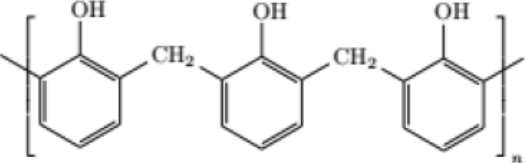
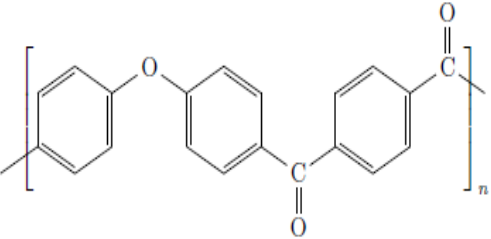
III.3. Caractérisation des émissions gazeuses à moyenne échelle

IV. Conclusions et perspectives

II. Matériaux et moyens de mesures

II.1. Description des matériaux composites étudiés

Table 1. Description du carbone phénolique et du carbone PEKK.

Matériaux	Carbone-Phénolique	Carbone-PEKK
Familles	composites thermodurcissables	composites thermoplastiques
Type de résine	résine phénolique	résine Poly-ether-ketone- ketone (PEKK)
Manomère		

II. Matériaux et moyens de mesures

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

Moyens de mesures

1. L'objectif est de caractériser la dégradation thermique de la résine thermoplastique renforcée de carbone phénolique et celle en carbone Poly-éther-cétone-cétone (PEKK),
 2. Les mesures ont été réalisées à Moyenne et grande échelle,
 3. Une Analyse thermogravimétrique (ATG), Calorimétrie à balayage différentiel (DSC), Py-GC-MS, un Cone calorimetre et un brûleur NexGen.
- Les mesures thermogravimétriques (TG) ont été effectuées avec un SETARAM Setsys-16/18 TG avec un débit d'argon de $16.6 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$;
 - Les mesures DSC ont été effectuées en utilisant un Nietzsche STA 449 F3 DSC faisant varier la température de l'ambient à 1000°C , avec un débit thermique de $15^\circ\text{C}/\text{min}$.
 - Les gaz de pyrolyse ont été estimés avec une Pyroprobe 5000 (CDS) pour quatre températures de pyrolyse définies le long de la décomposition du composite.
 - Les produits de pyrolyse ont été identifiés à l'aide d'un Py-GC-MS.

II. Matériaux et moyens de mesures

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

Moyenne échelle

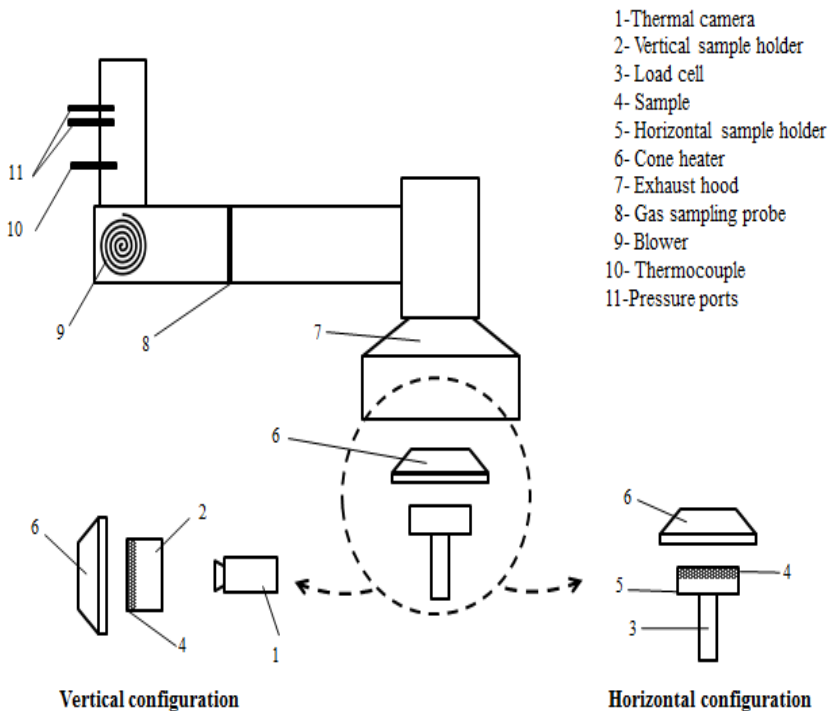


Figure 2: Vue d'ensemble du cone calorimètre.

Grande échelle

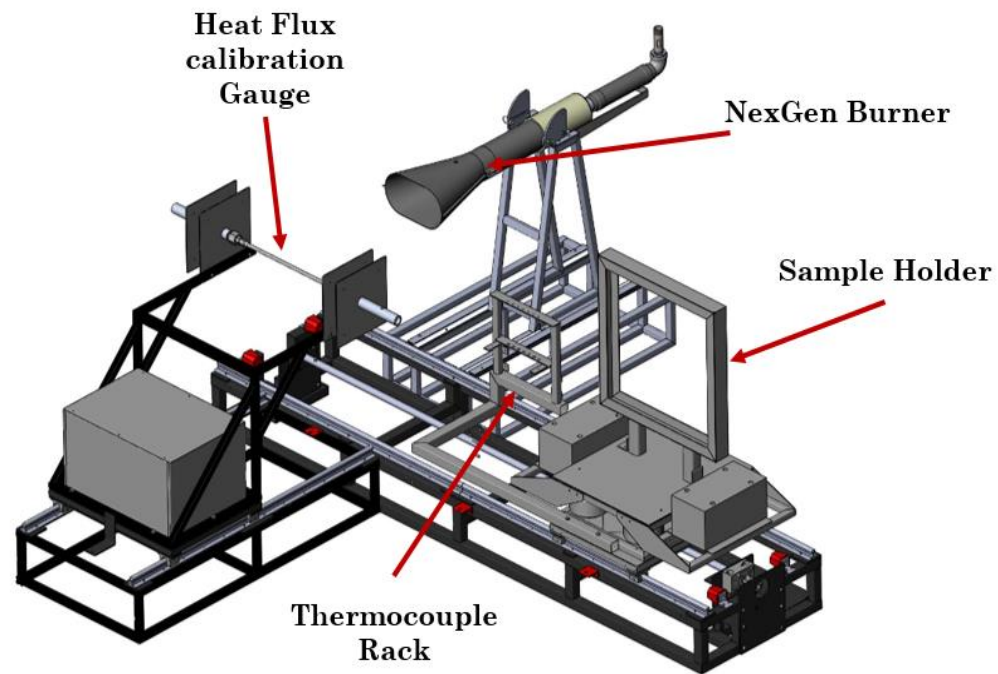
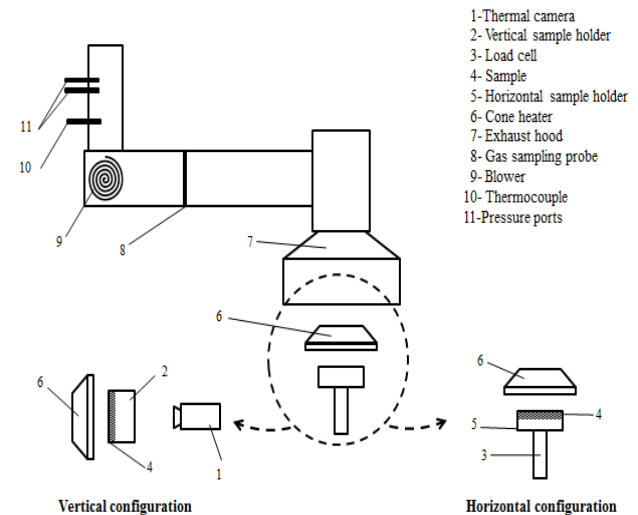


Figure 3: Vue d'ensemble du brûleur NexGen.

II. Matériaux et moyens de mesures

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

- À Moyenne échelle :
 - ✓ Les expériences ont été réalisées à l'aide d'un calorimètre à cône basées sur la norme **ISO 5660-1: 2002**;
 - ✓ Les échantillons exposés ont **une surface de 88,4 cm²** et sont situés à **35 mm de la source de chaleur** produisant un flux thermique constant de **100 kW / m²** (**configurations horizontale et verticale**);
 - ✓ Dans la configuration verticale, les mesures de la température de la face arrière ont été effectuées à l'aide d'une caméra infrarouge Flir A600;
 - ✓ Dans la configuration horizontale, les mesures de perte de masse ont été obtenues grâce à une balance située sous le porte-échantillon.

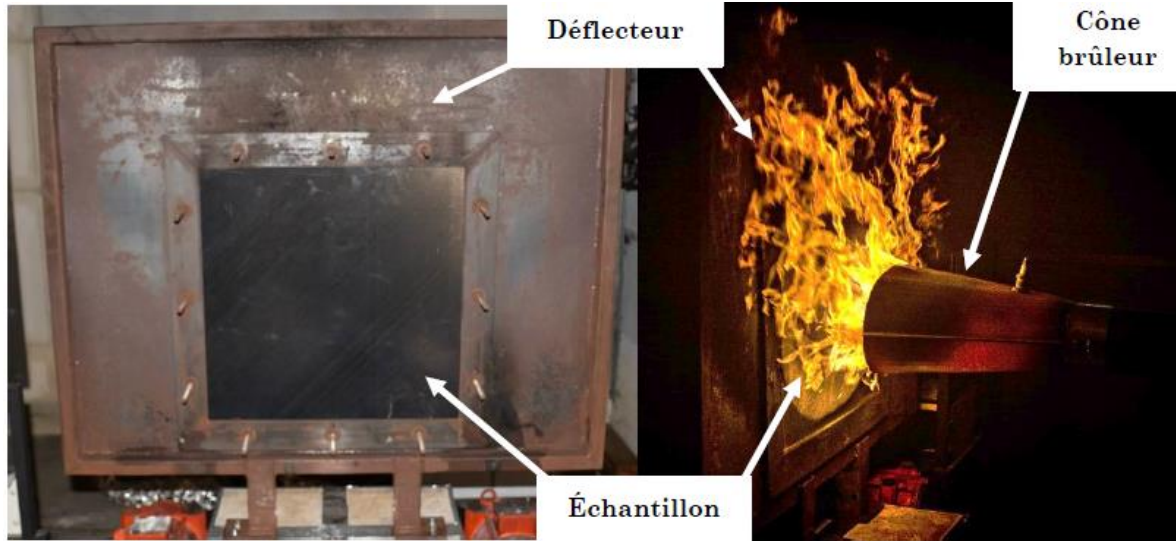


Vue d'ensemble du cone calorimètre

II. Matériaux et moyens de mesures

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

- À grande échelle :
 - ✓ Les expériences ont été réalisées à l'aide du brûleur NexGen basés sur la norme **ISO 2685**;
 - ✓ Les échantillons exposés ont **une surface de 2500 cm²** et sont situés à **100 mm de la source de chaleur** produisant un flux thermique d'environ **116 ± 10 kW / m²** et une température de flamme de **1100 ± 80°C** (**configurations horizontale**);
 - ✓ Les mesures de la température de la face arrière ont été effectuées à l'aide d'une caméra infrarouge Flir A600;
 - ✓ Les mesures de perte de masse ont été obtenues grâce à une balance située sous le porte-échantillon.



Sommaire :

I. Contexte de l'étude

II. Matériaux et moyens de mesures

II.1. Description des matériaux composites étudiés

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

III.3. Caractérisation des émissions gazeuses à moyenne échelle

IV. Conclusions et perspectives

III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

- À Moyenne échelle :

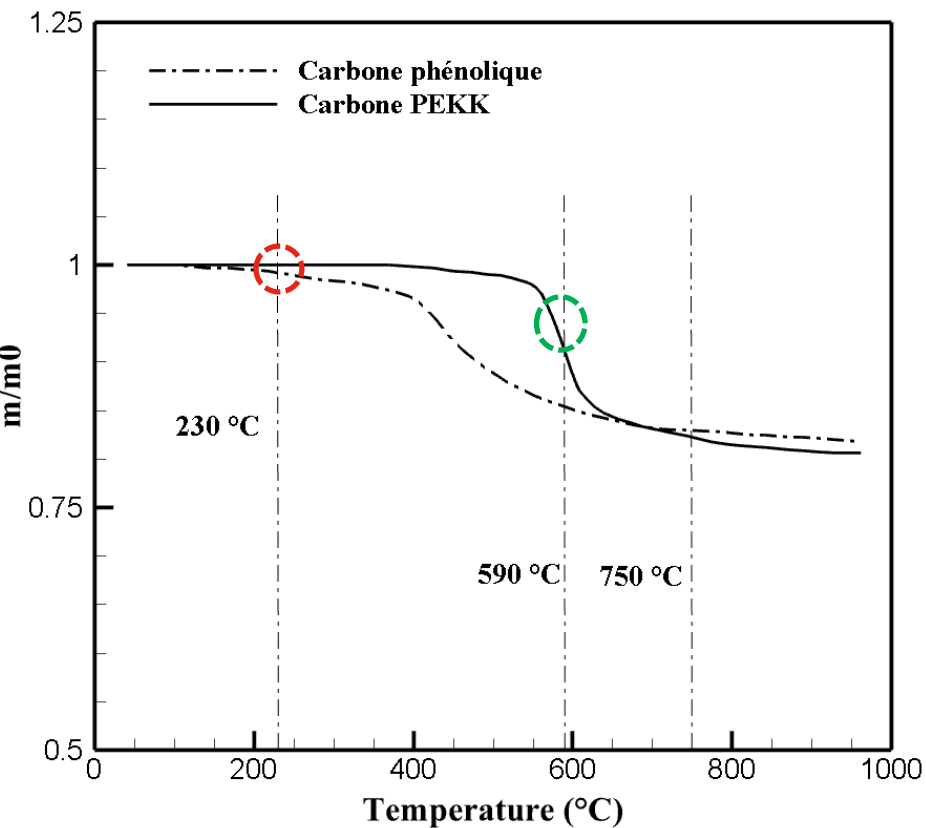


Figure 4: Courbes TG et températures de pyrolyse.

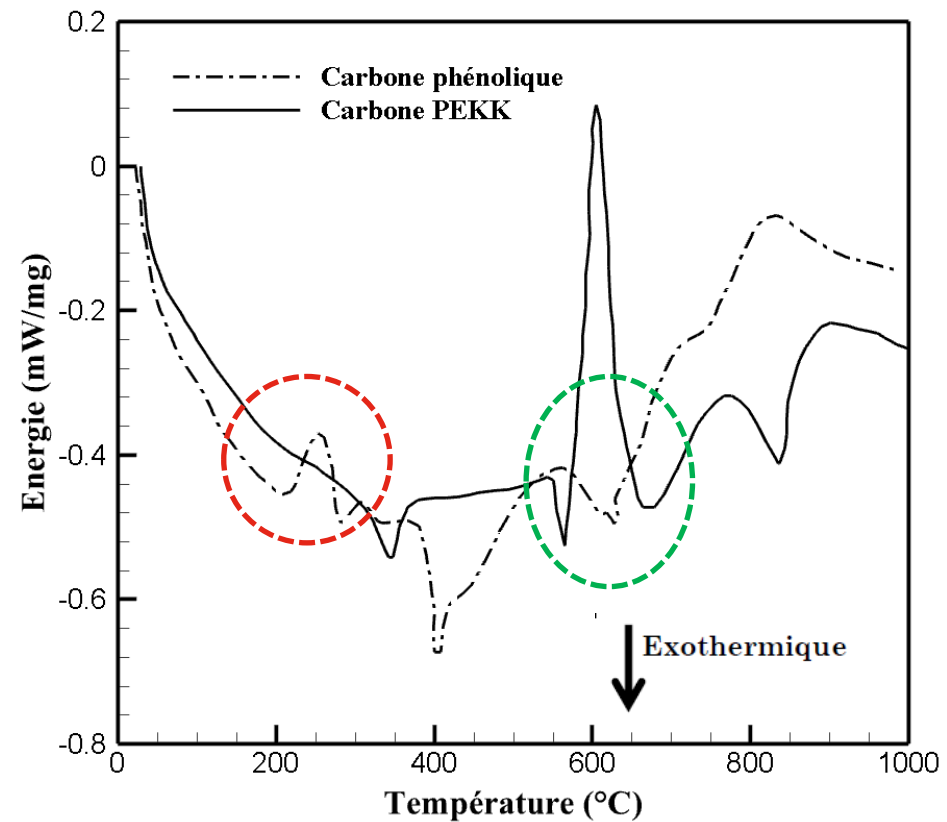


Figure 5: Courbes DSC.

III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

- À Moyenne échelle :

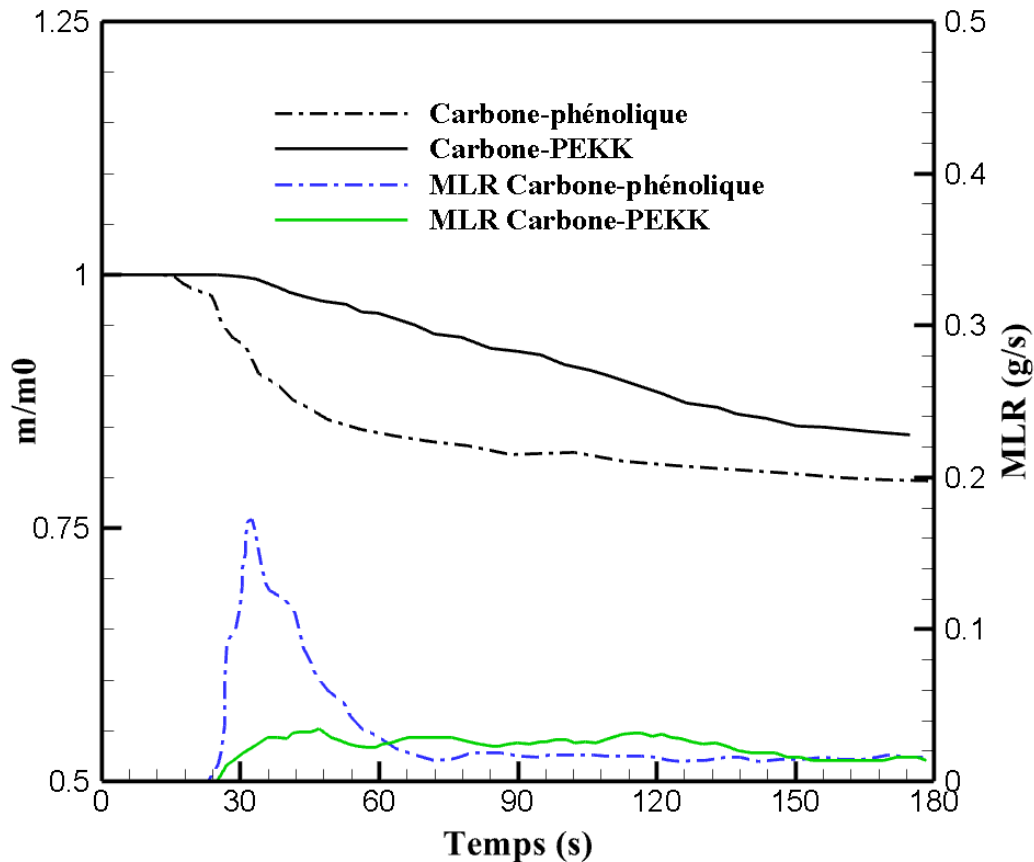
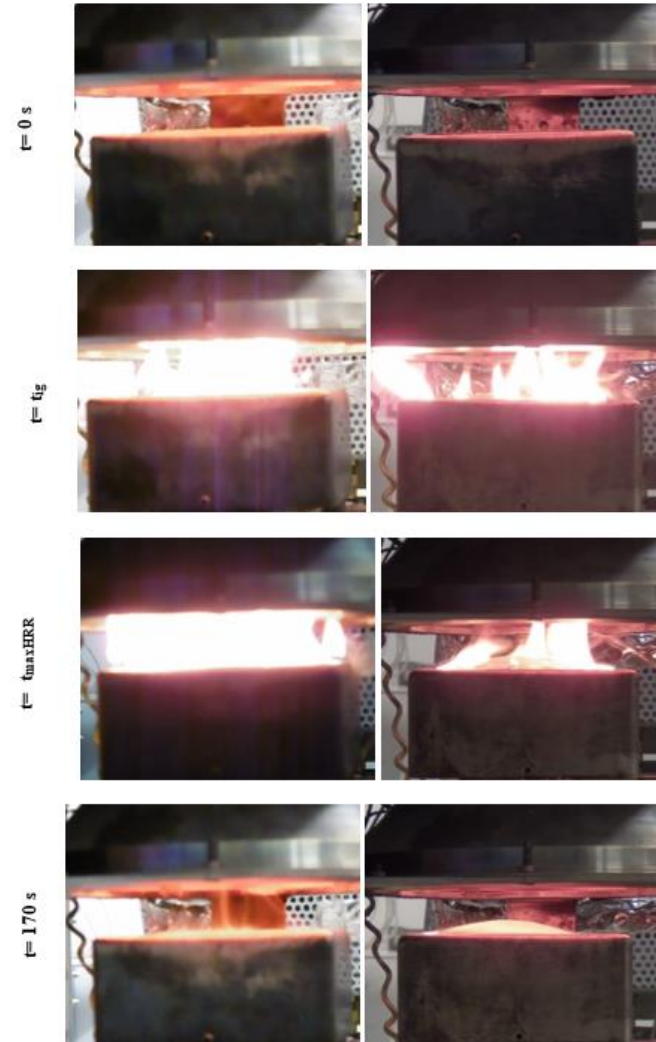


Figure 6 : Perte de masse et débit de pyrolyse.

Carbone-phénolique

Carbone-PEKK



III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

- À grande échelle :

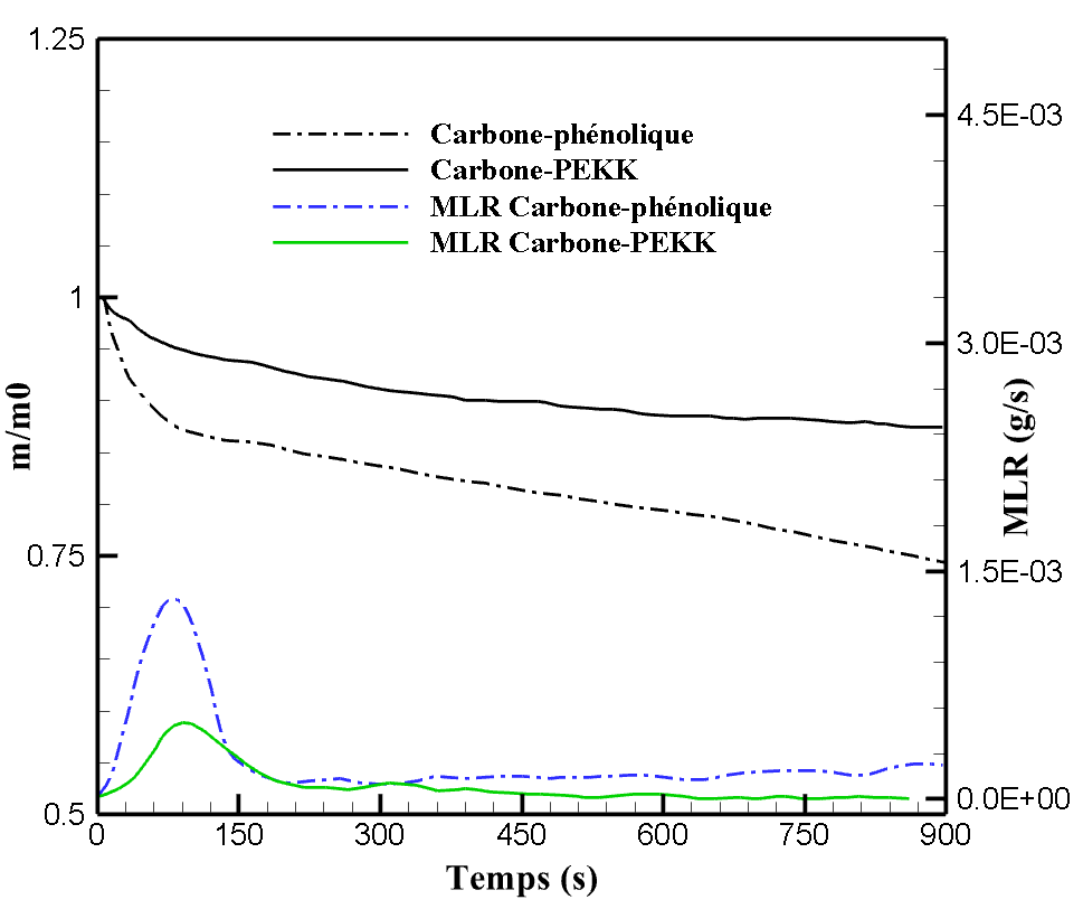
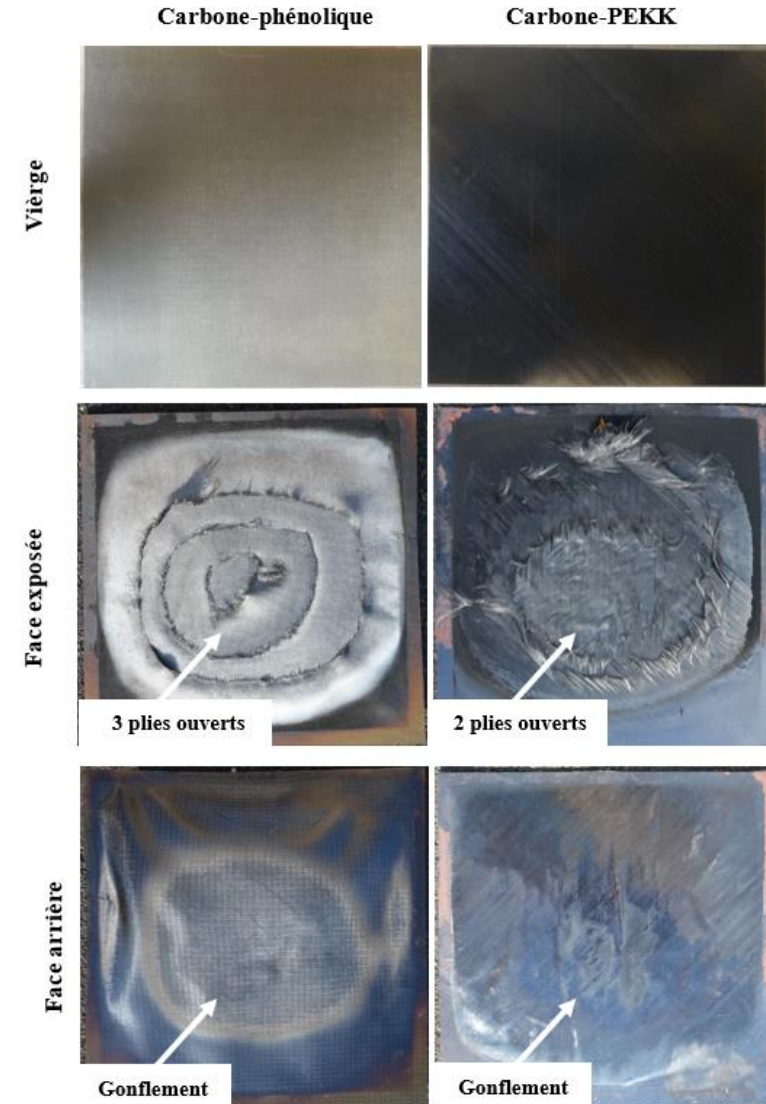


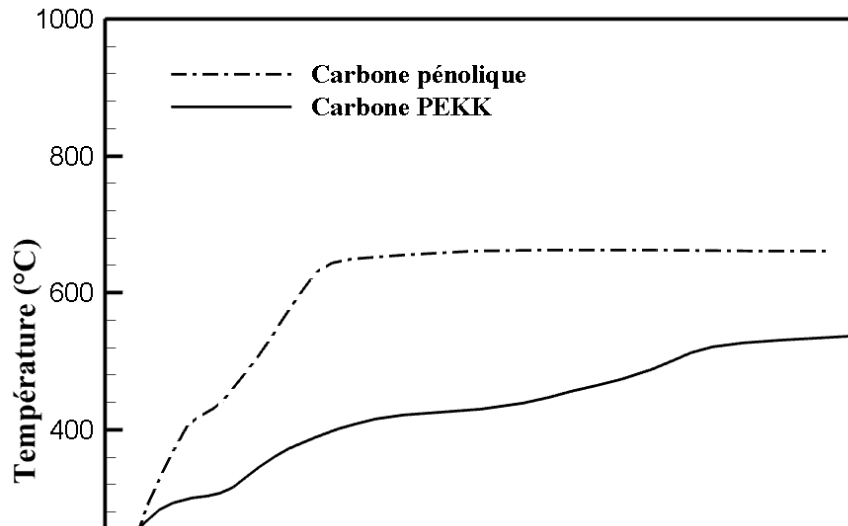
Figure 7 : Perte de masse et débit de pyrolyse.



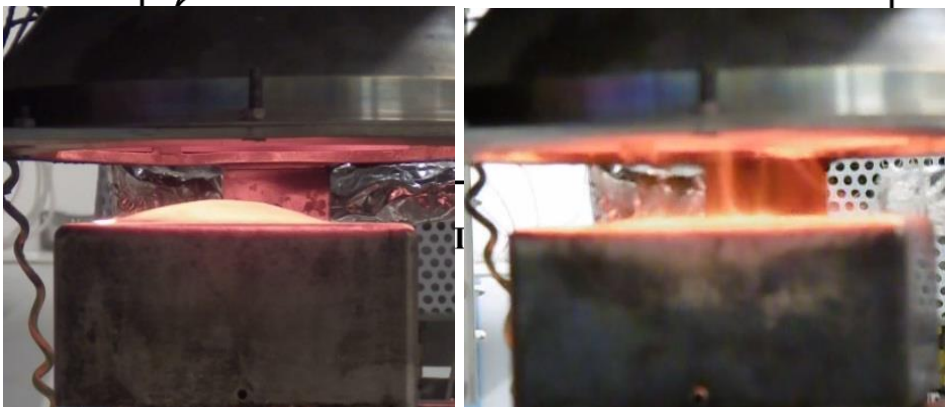
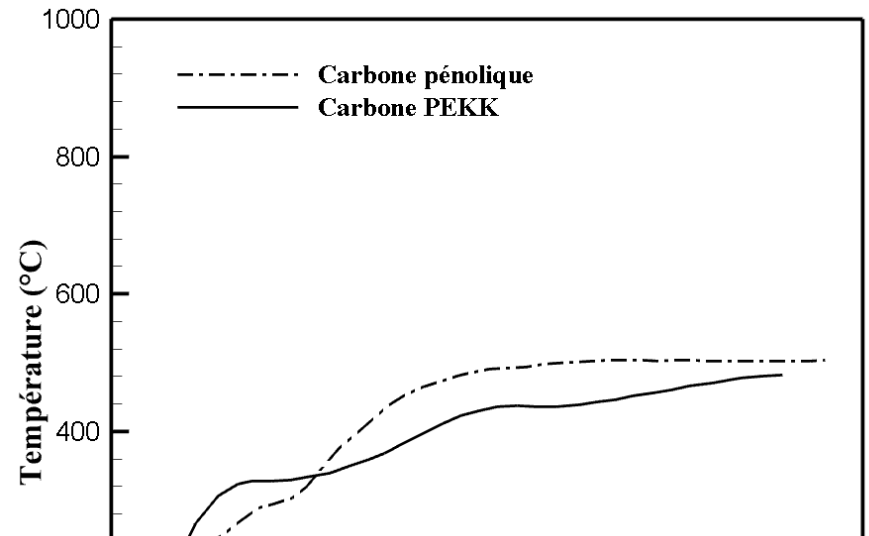
III. Résultats et discussions

III.1. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

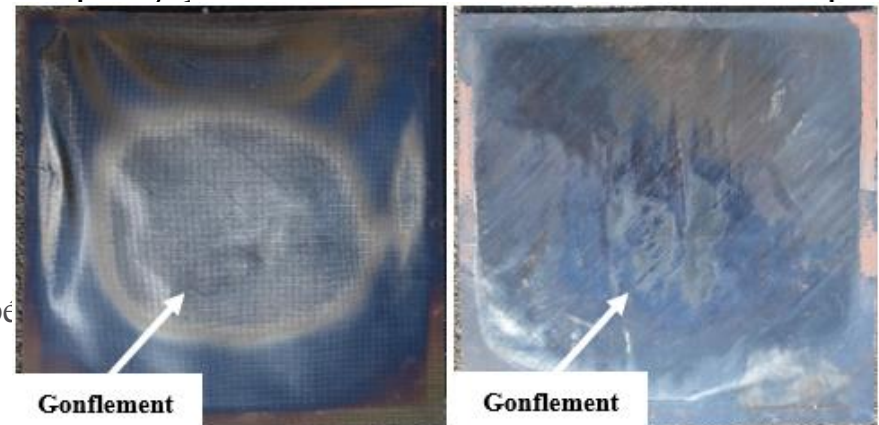
- À moyenne échelle :



- À grande échelle :



mpé



Gonflement

III. Résultats et discussions

III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

- À moyenne échelle :

- À grande échelle :

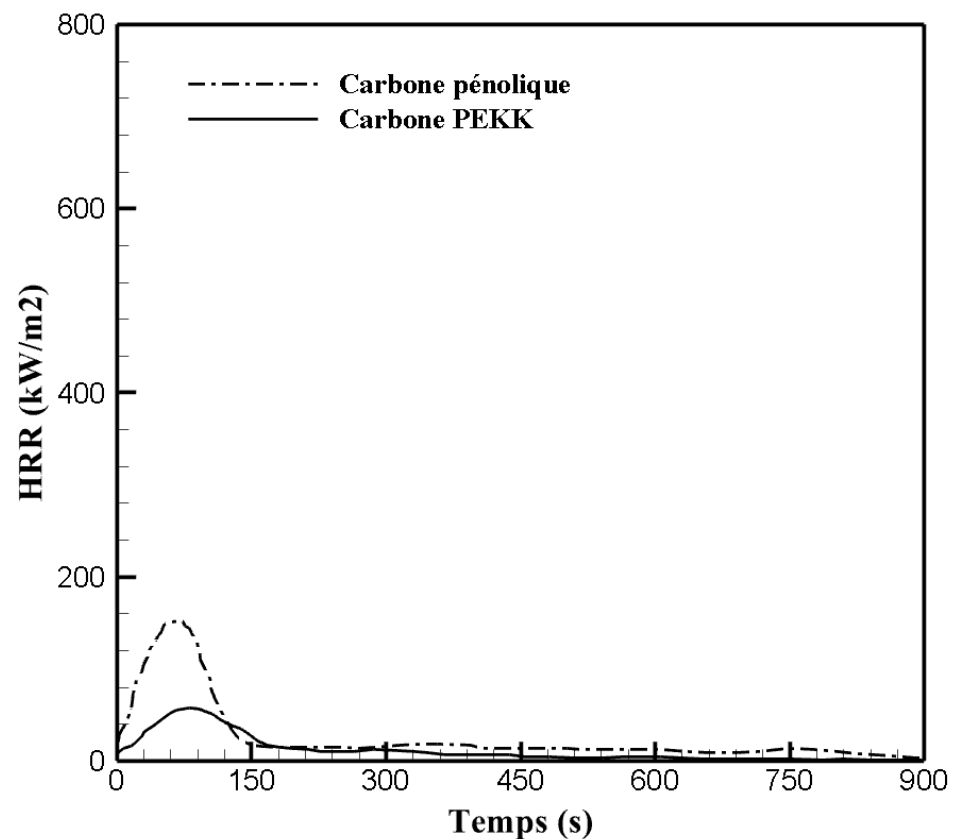
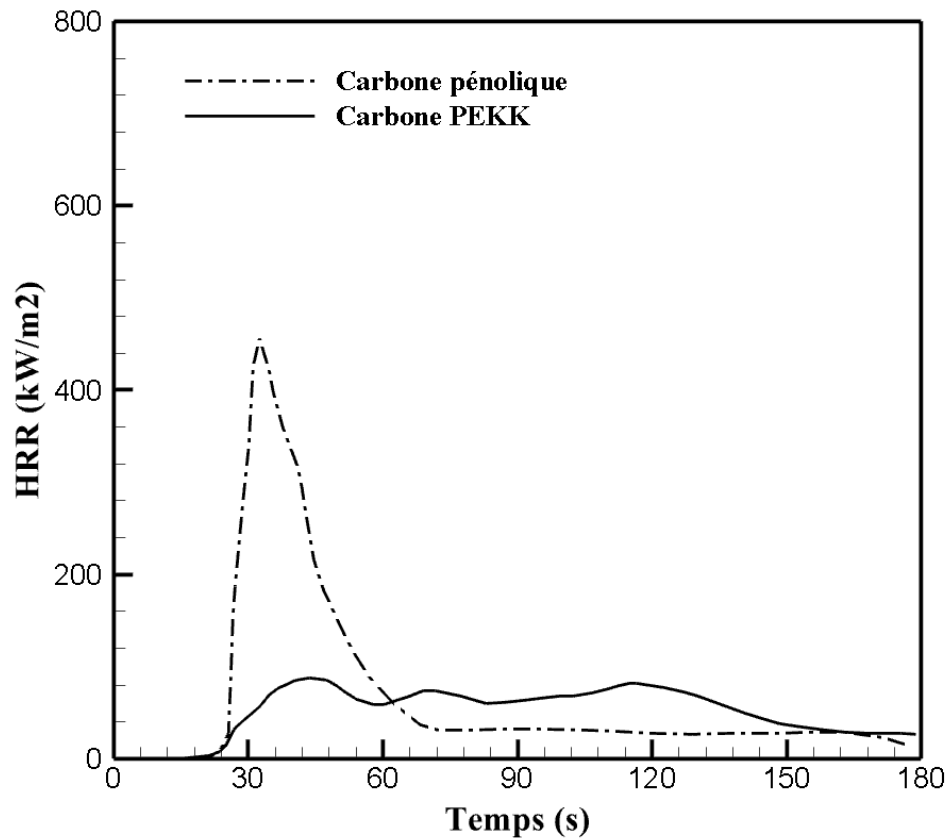


Figure 8 : HRR.

III. Résultats et discussions

III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

- Carbone phénolique

- Carbone PEKK

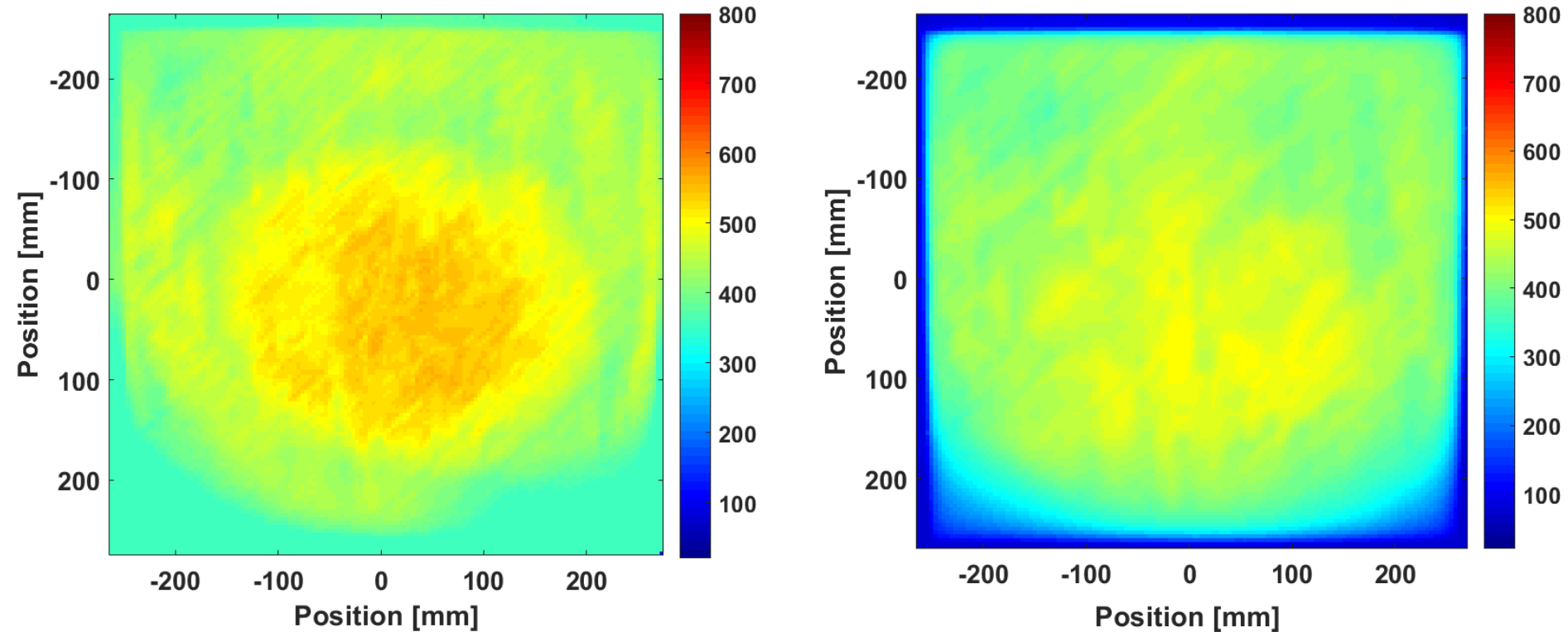


Figure 9 : Champ de température face arrière.

III. Résultats et discussions

III.3. Caractérisation des émissions gazeuses à moyenne échelle

- Les résultats expérimentaux ont été obtenus sous atmosphère oxydante :
 - ✓ A partir des courbes TG, les températures de pyrolyse sont 360°C, 450°C, 590°C et 750°C;
 - ✓ A une température plus élevée (750 ° C), lorsque la décomposition de la résine est terminée, une importante libération de phénol est observée (46%), et une faible quantité de composés aromatiques et de cétones est observée (7% à 20%) **→ Limiter le processus de combustion en surface et conduire à un petit dégagement de chaleur lorsqu'il est exposé au feu.**

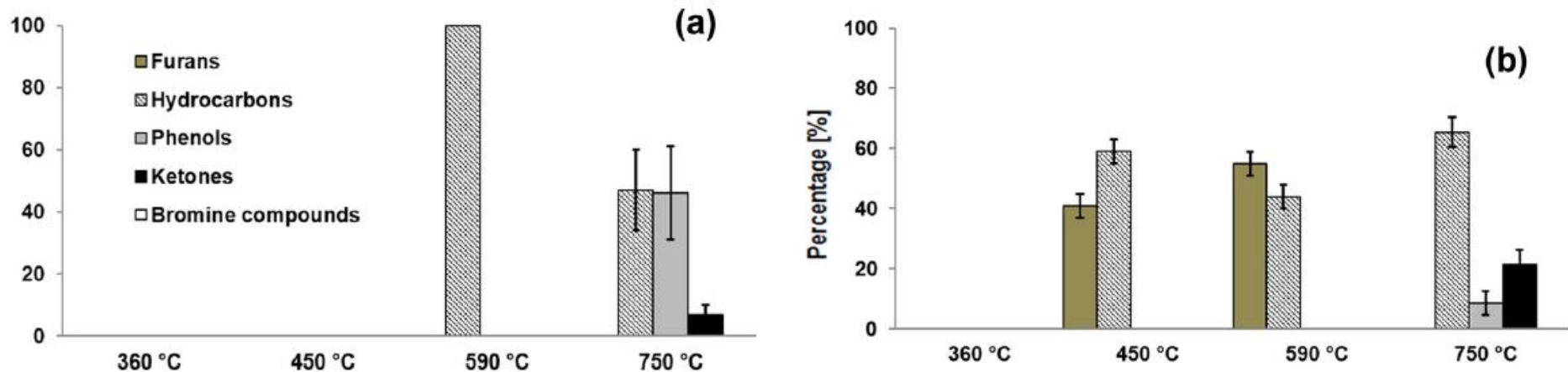


Figure 9 : Emission gazeuse durant la pyrolyse du carbone-PEKK (a) et du carbone phénolique (b).

Sommaire :

I. Contexte de l'étude

II. Matériaux et moyens de mesures

II.1. Description des matériaux composites étudiés

II.2. Description des dispositifs expérimentaux

III. Résultats et discussions

III.1. Evaluation du débit de pyrolyse à moyenne et grande échelle

III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

III.3. Caractérisation des émissions gazeuses à moyenne échelle

IV. Conclusions et perspectives

IV. Conclusions et perspectives

- Dans ce travail, la dégradation thermique de deux matériaux composites : carbone Phénolique et Carbone PEKK a été réalisé afin de contribuer à la compréhension de leurs comportements au feu;
- Les différents résultats mettent en évidence une bonne stabilité thermique du carbone-PEKK (cf. tableau 1);
- Ce dernier présente ainsi des caractéristiques intéressantes comme moyen de protection incendie pour les avions;

Table 2. fire characteristics of composite materials: carbon-phénolique and carbon-PEKK.

		Carbone-PEKK	Carbone- phénolique
Grande echelle	Nombre de plis ouverts sur la face exposée à la flamme	2	3
	Température maximale face arrière(° C)	490	650
Moyenne echelle	Perte de masse (%)	19.6	18.4
	Temps d'allumage (s)	25	20
	Temps de puissance de feu max (s)	40	38
	Température de dégradation (° C)	590	230
	Emissions gazeuses(% en masse LII (%))	17.6 0.67	21.9 0.44

IV. Conclusions and perspectives

- ✓ Pour la suite des activités de recherche, il sera question de mettre en place de nouvelles matrices qui présenteraient de meilleures stabilités thermiques
- ✓ Les essais au feu se feront pour la plupart à grande échelle pour des échantillons d'environ 500 x 500 mm;
- ✓ Une caractérisation des émissions gazeuses à grande échelle
- ✓ Etude de l'effet du vieillissement sur les propriétés thermiques des matériaux composites
- ✓ Etude de l'effet d'un retardant sur le comportement au feu de matériaux composites
- ✓ Une étude numérique portant sur la modélisation de la dégradation thermique du matériau composite sera également réalisée.

Merci de votre attention

GDR Feux 13-14 Janvier 2020 –UMET Lille.

