

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

Brady MANESCAU<sup>1</sup>, Nathan GRANGE<sup>1,2</sup>, Khaled CHETEHOUNA<sup>1</sup>, Nicolas GASCOIN<sup>1</sup>, Samuel SENAVER<sup>2</sup> and Isabelle REYNAUD<sup>2</sup>

<sup>1</sup>INSA Centre Val de Loire, Univ Orléans, France

<sup>2</sup>DAHER, 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

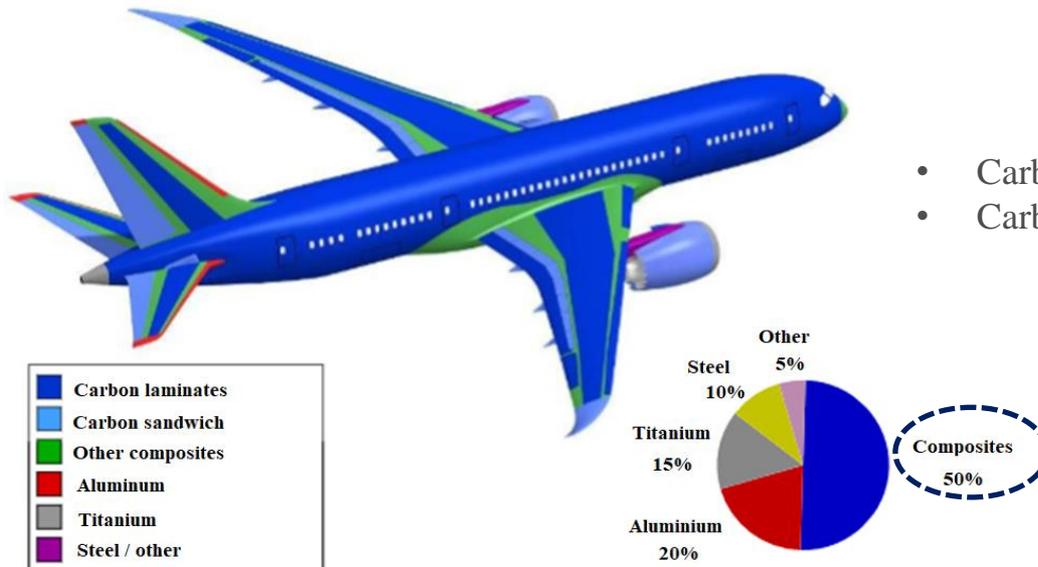
### III.2. Caractérisation thermique des matériaux à moyenne et grande échelle

### 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)*).

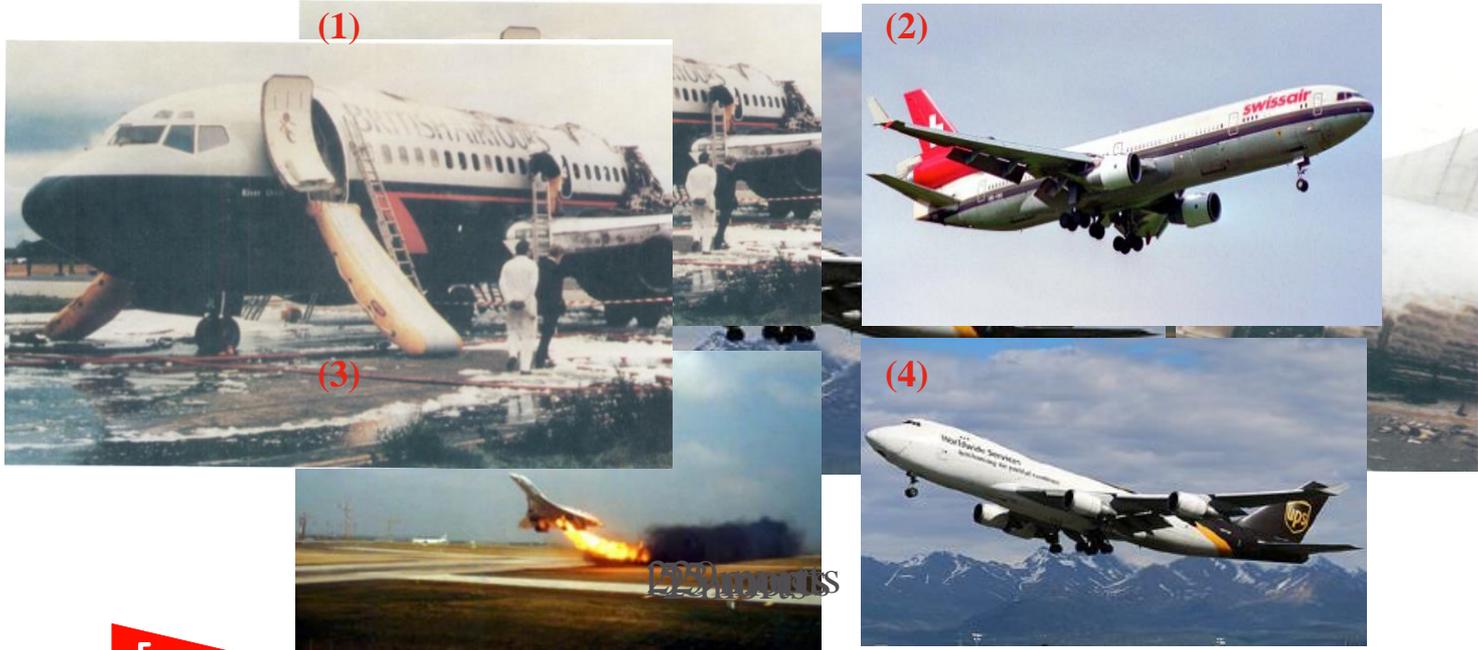


- Carbone-Polyether-ketone-ketone (PEKK)
- Carbone-Phénolique

**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 : <sup>1</sup>Aout 1985 - Boeing 737 ; <sup>2</sup>Septembre 1998 - MD-11; <sup>3</sup>Juillet 2000 – Concorde ; <sup>4</sup>Septembre 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

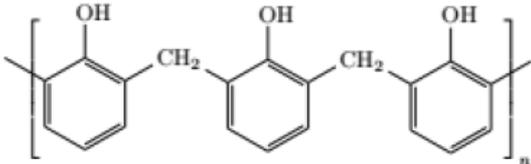
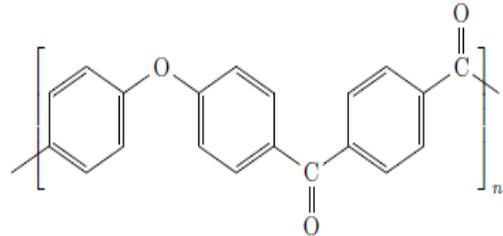
### III.3. Caractérisation des émissions gazeuses à moyenne échelle

## 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  $1000^\circ\text{C}$ , 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

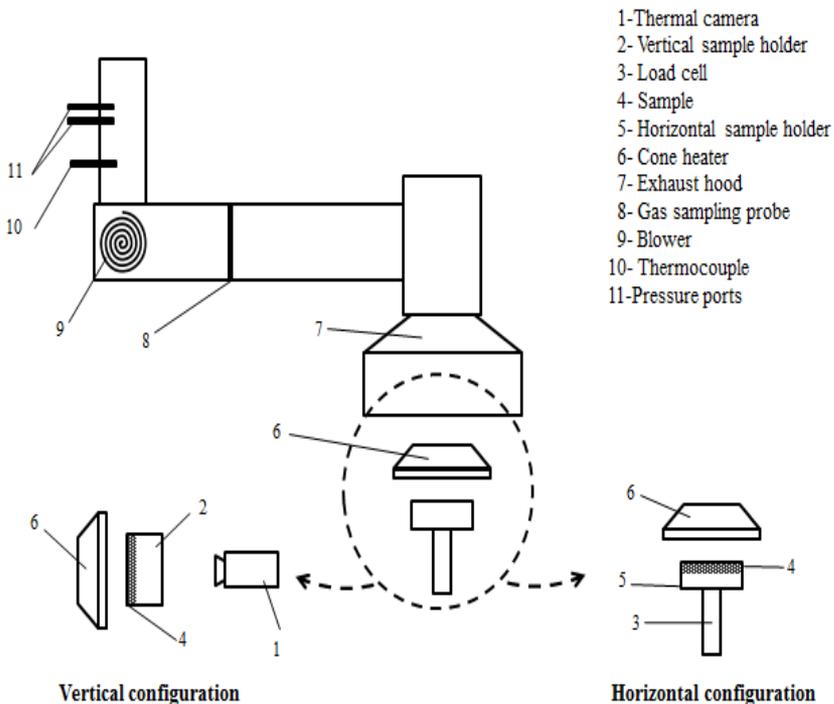


Figure 2: Vue d'ensemble du cone calorimètre.

#### Grande échelle

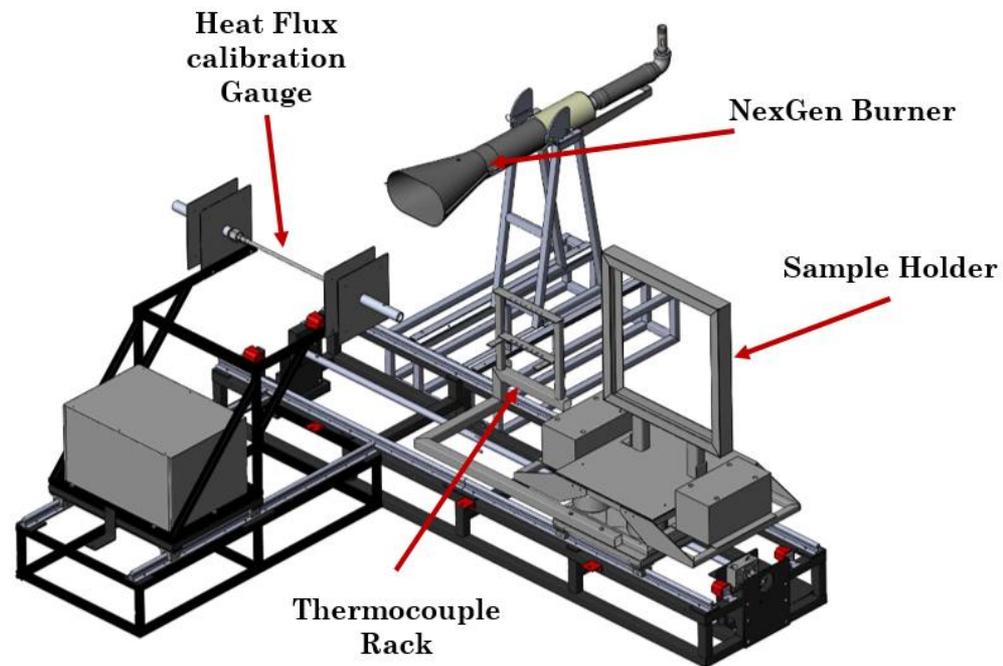
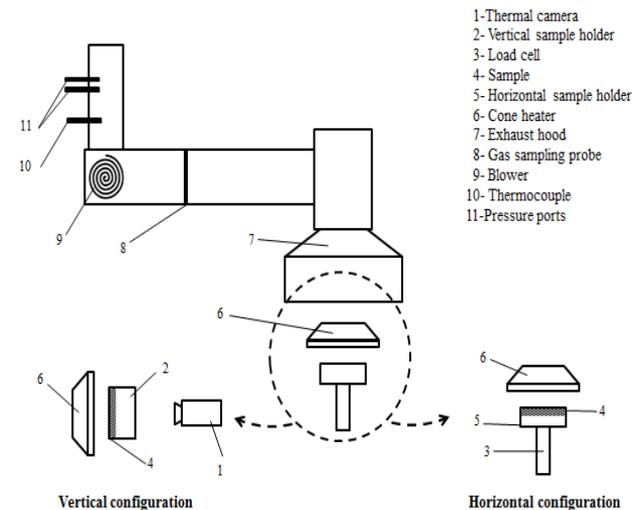


Figure 3: Vue d'ensemble du brûleur NexGen.

## 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 cm<sup>2</sup>** et sont situés à **35 mm de la source de chaleur** produisant un flux thermique constant de **100 kW / m<sup>2</sup>** (**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.

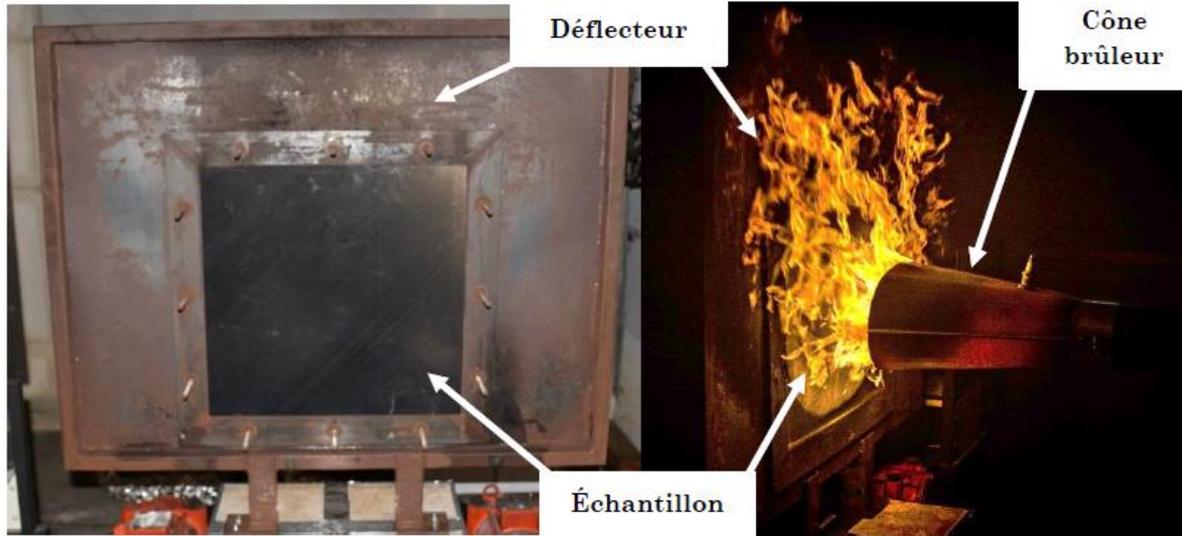


Vue d'ensemble du cone calorimètre

## 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 cm<sup>2</sup>** et sont situés à **100 mm de la source de chaleur** produisant un flux thermique d'environ **116 ± 10 kW / m<sup>2</sup>** 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 :

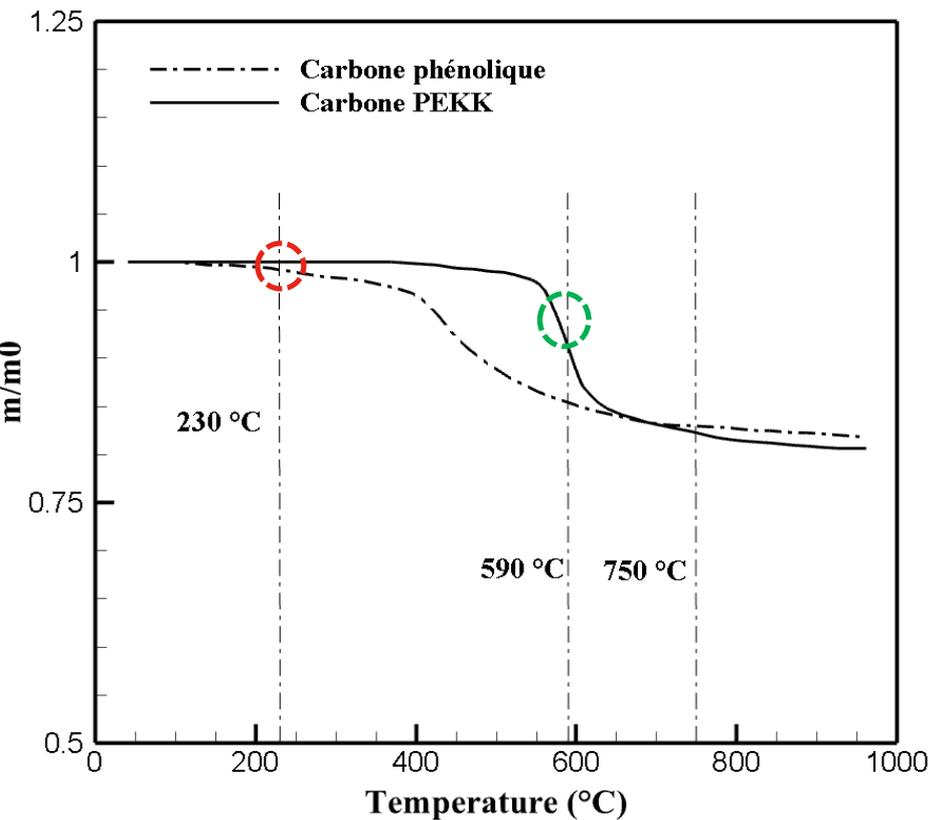


Figure 4: Courbes TG et températures de pyrolyse.

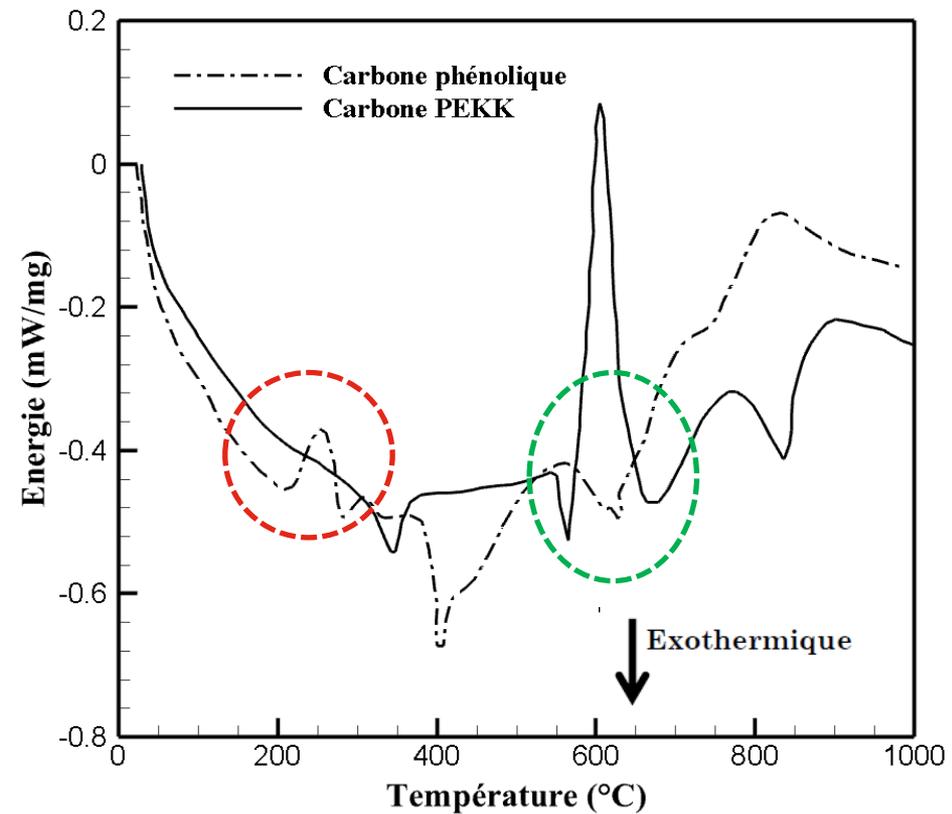


Figure 5: Courbes DSC.

## III. Résultats et discussions

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

- À Moyenne échelle :

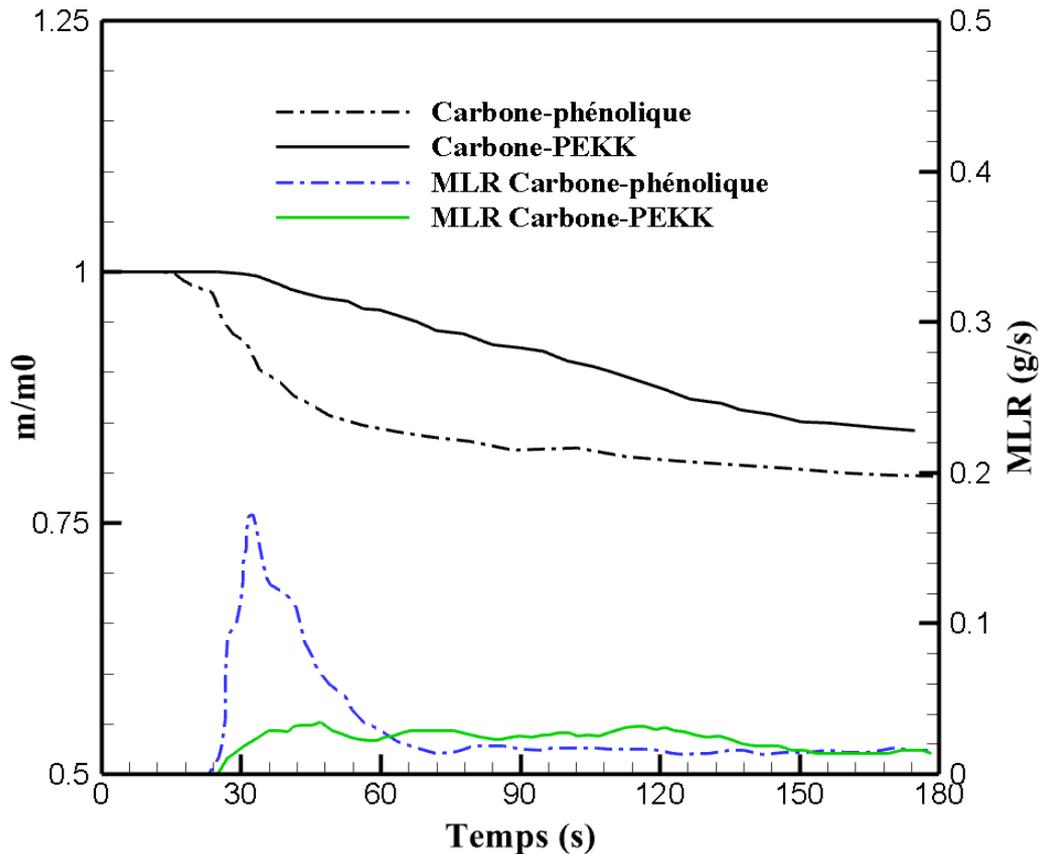
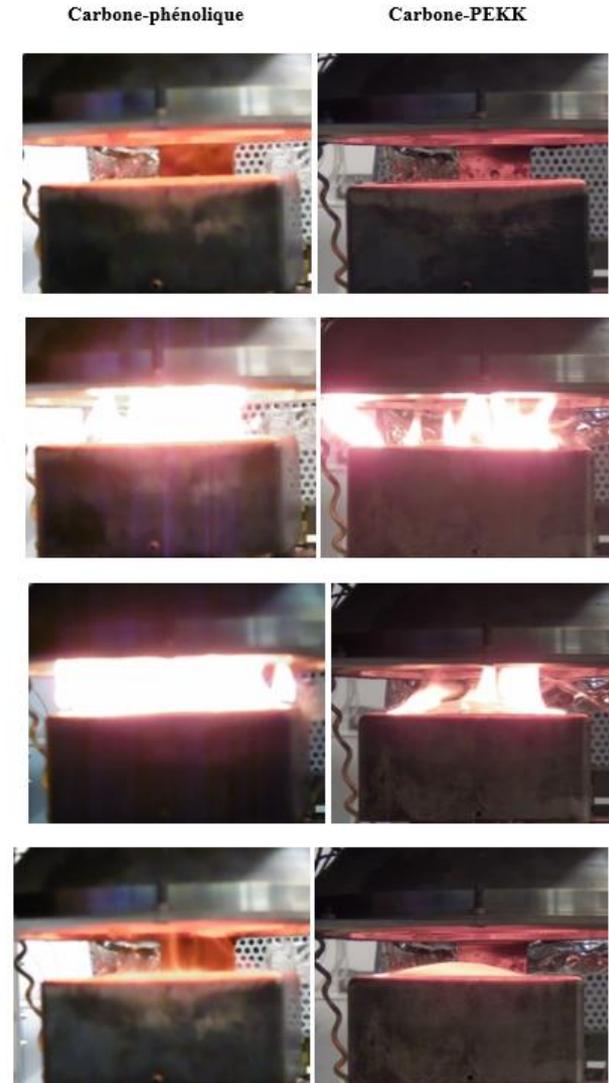


Figure 6 : Perte de masse et débit de pyrolyse.



## III. Résultats et discussions

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

- À grande échelle :

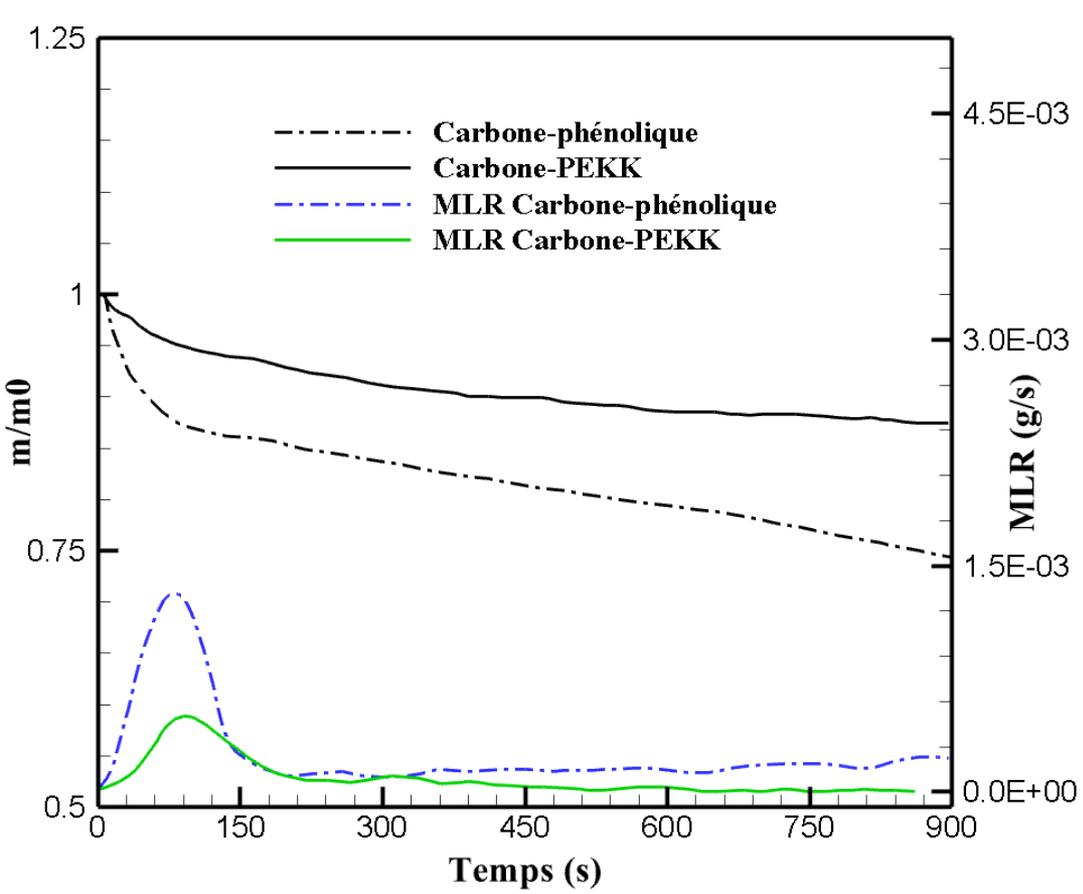
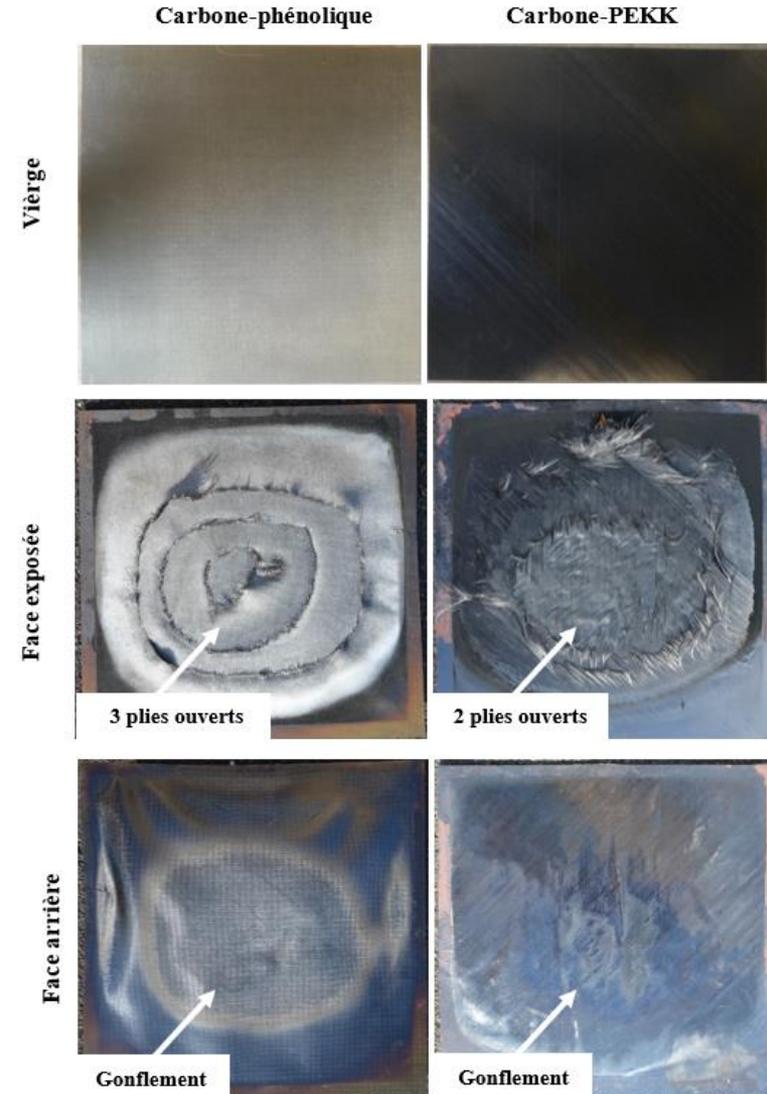


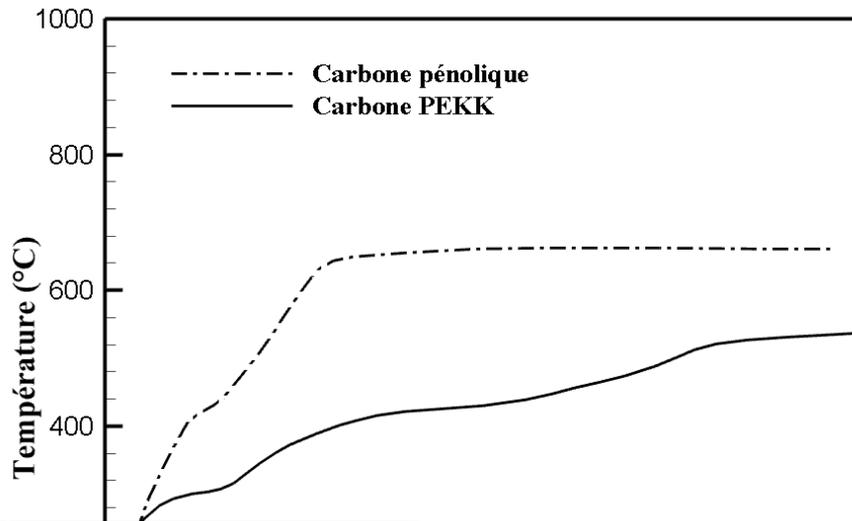
Figure 7 : Perte de masse et débit de pyrolyse.



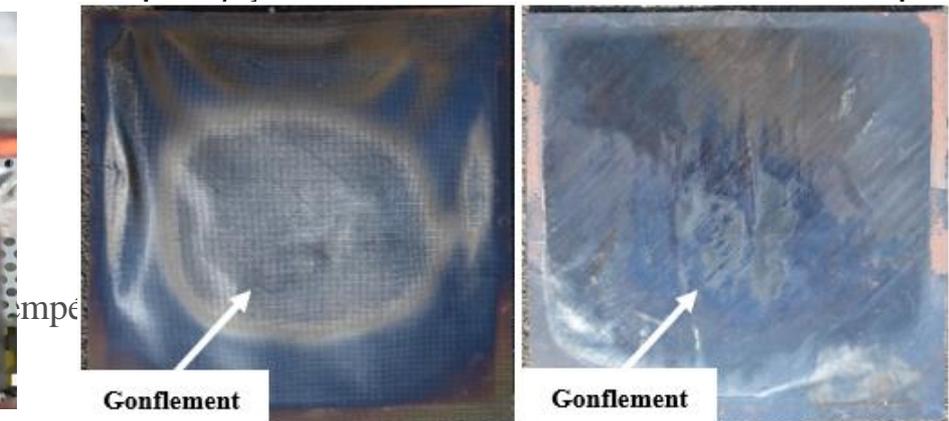
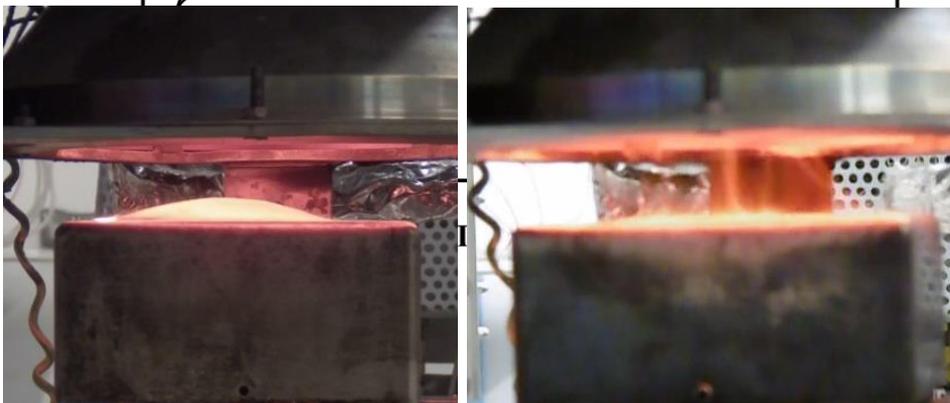
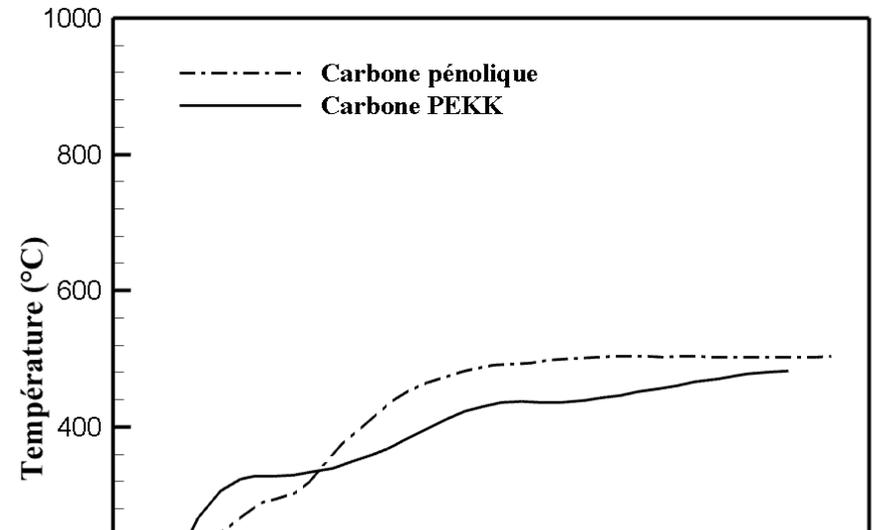
## III. Résultats et discussions

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

- À moyenne échelle :



- À grande échelle :



## III. Résultats et discussions

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

- À moyenne échelle :

- À grande échelle :

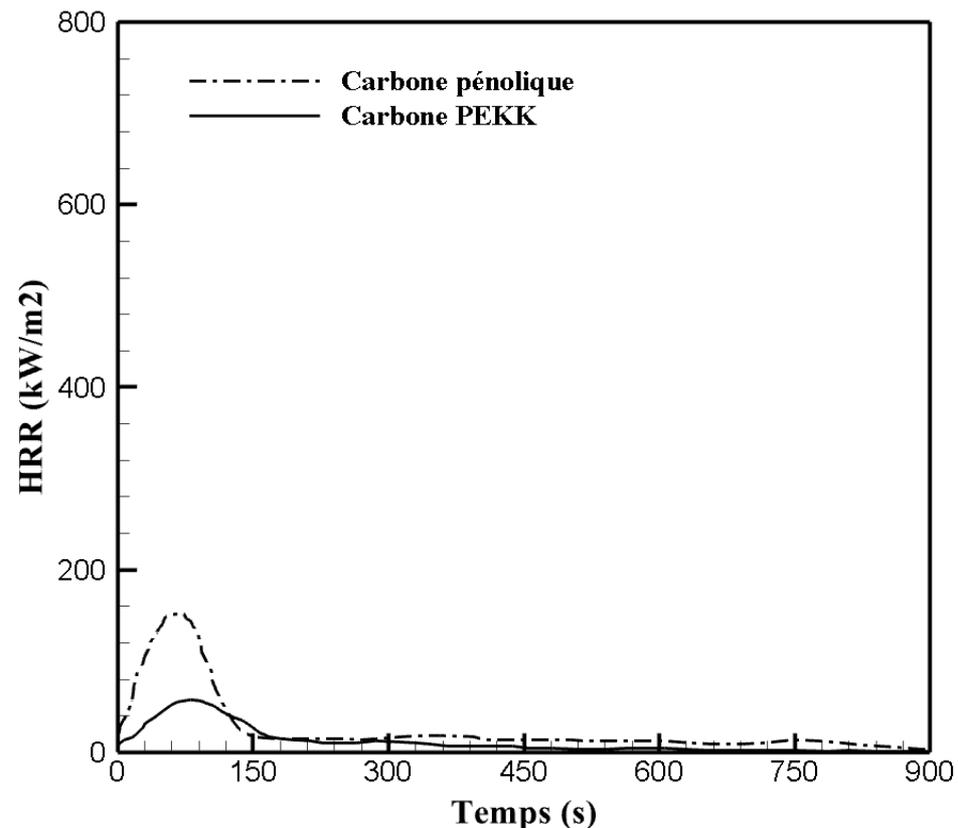
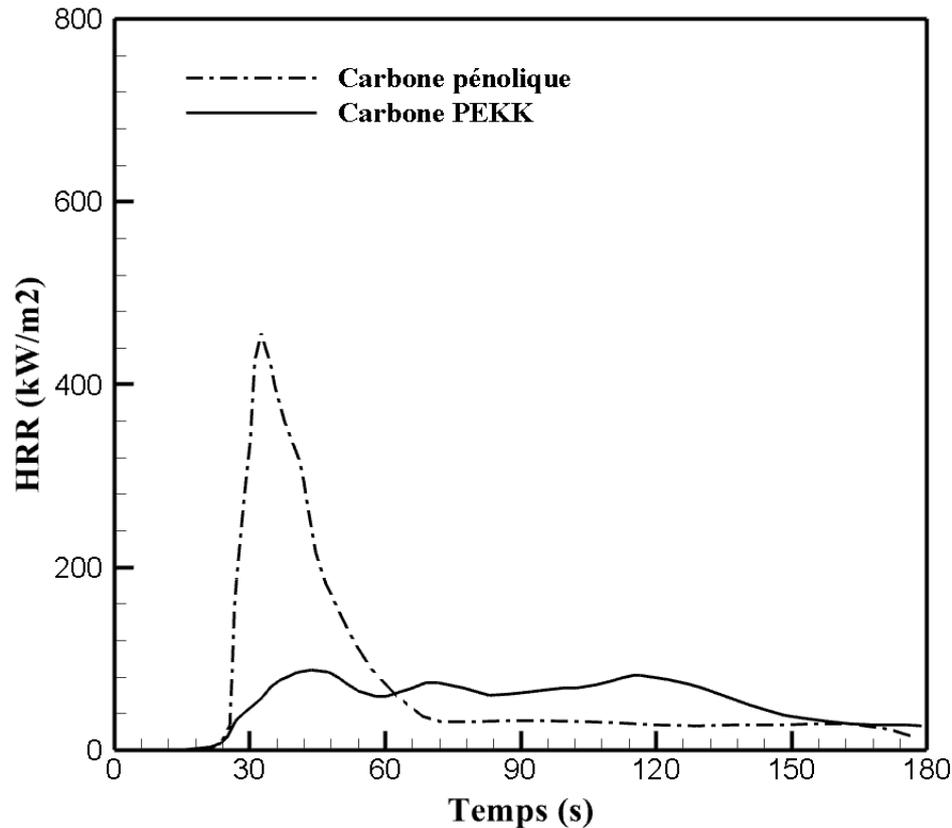


Figure 8 : HRR.

## III. Résultats et discussions

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

- Carbone phénolique

- Carbone PEKK

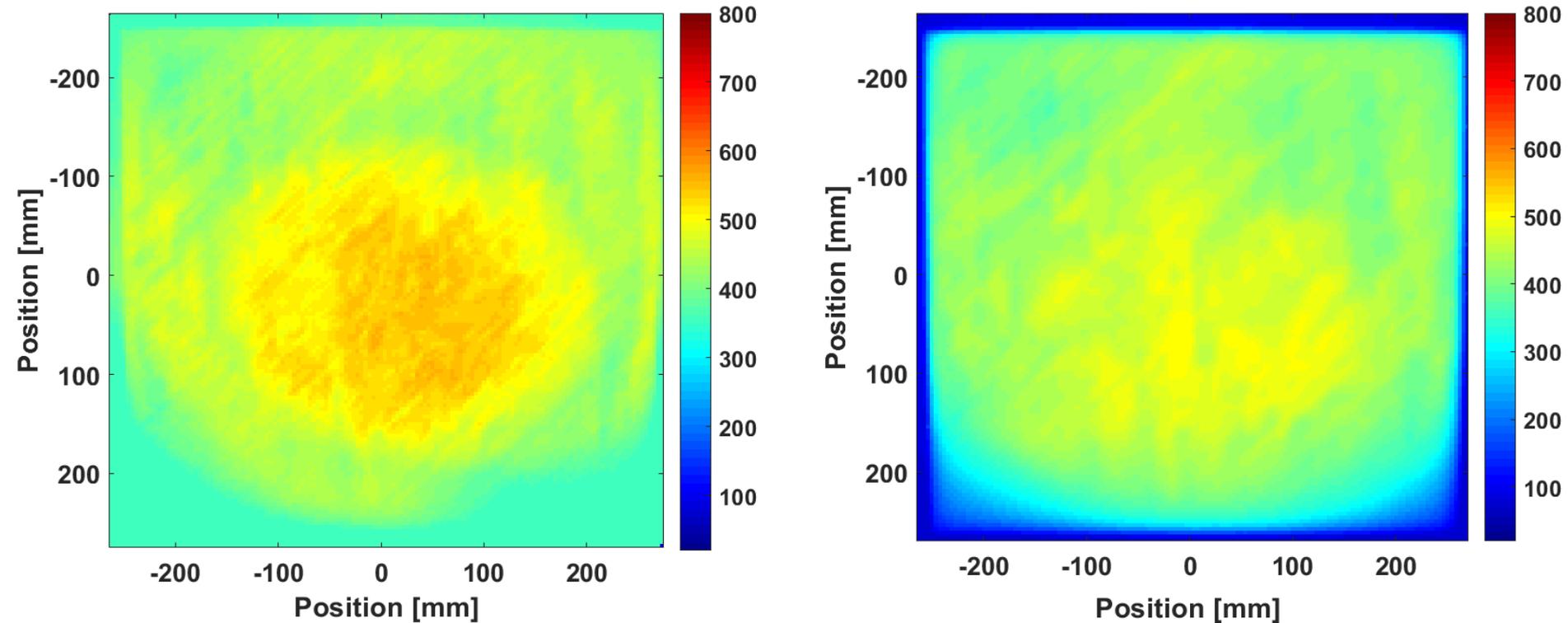


Figure 9 : Champ de température face arrière.

## 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.**

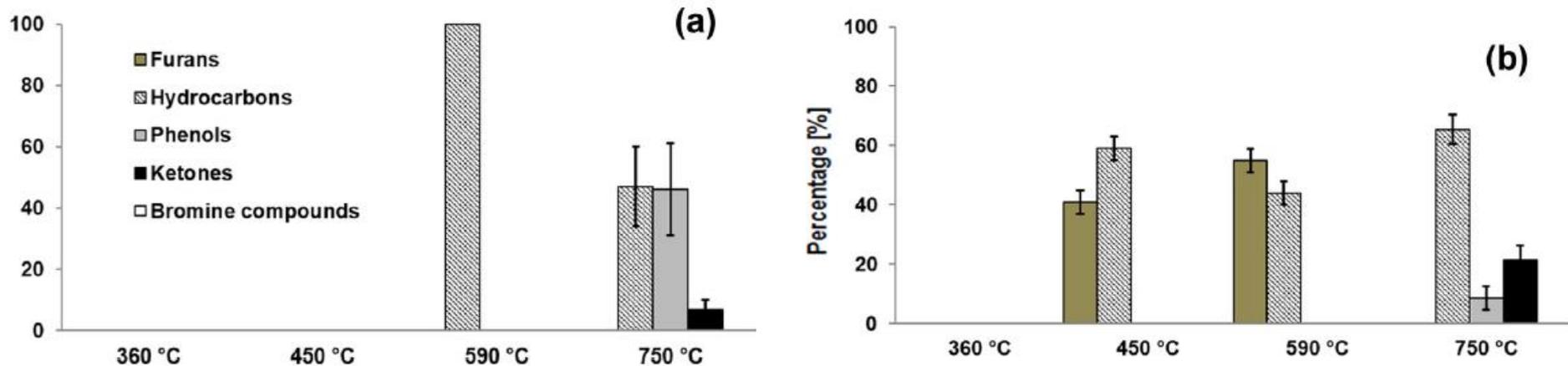


Figure 9 : Emission gazeuse durant la pyrolyse du carbone-PEKK (a) et du carbone phénolique (b).

# 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.

