

27^{ème} rencontres du GDR Feux
12 & 13 décembre 2019 - UMET, Lille

Organisé conjointement par le GDR Feux et le GT
« Dégradation et comportement au feu des
matériaux organiques » de la SCF



Table Ronde

**Expérimentation et modélisation du comportement au feu des matériaux : de
l'échelle du laboratoire au cas réel**

Prof. Sophie DUQUESNE

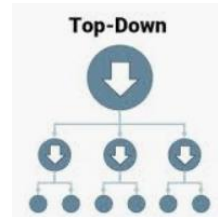
Centrale Lille Institut
UMET - UMR-CNRS 8207
Villeneuve d'Ascq, France

Prof. Laurent FERRY

IMT Mines Alès
UPR Polymères, Composites et Hybrides
Alès, France

Introduction

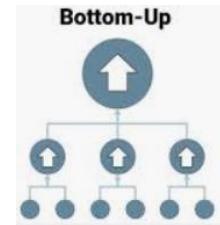
L'approche « Top Down », le choix de l'utilisateur



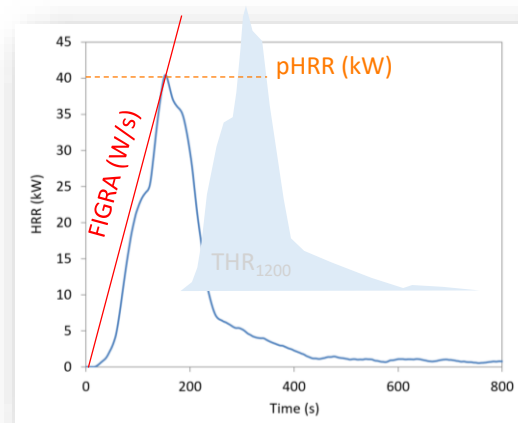
Comment comprendre le comportement macroscopique d'un feu à partir de mécanismes élémentaires (dégradation, émission d'aérosols, propriétés intrinsèques des matériaux,...)

Introduction

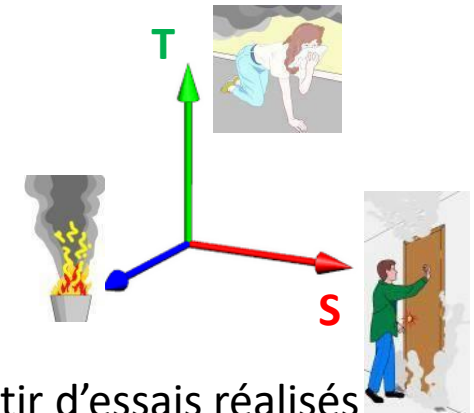
L'approche « Bottom-Up », le choix du formulateur de matériaux



Grandeurs énergétiques



Autres grandeurs (fumées notamment)

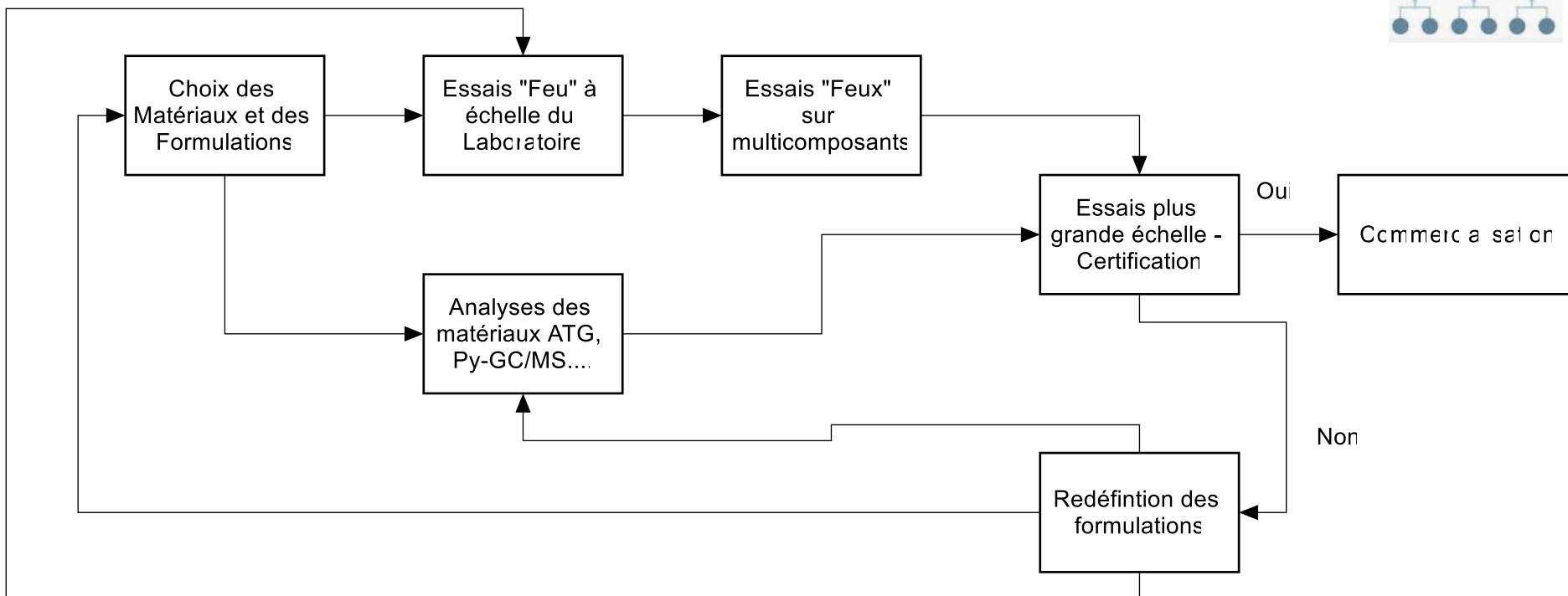
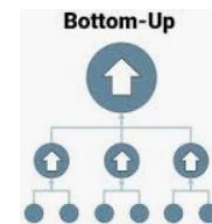


Class	Test methods	Classification criteria	Additional classification
A ₁	EN ISO 1716	PCS ≤ 2,0 MJ/kg	
B1 _s	EN 50399 (30 kW burner)	FS ≤ 1,75 m and THR ₁₂₀₀ ≤ 10 MJ; and Peak HRR ≤ 20 kW and FIGRA ≤ 120 W/s ¹	smoke production and flaming droplets/particules and acidity
	and EN 60332-1-2	H ≤ 425 mm	
B2 _s	EN 50399 (20,5 kW Burner)	FS ≤ 1,5 m; and THR ₁₂₀₀ ≤ 15 MJ; and Peak HRR ≤ 30 kW; and FIGRA ≤ 150 W/s ¹	smoke production and flaming droplets/particules and acidity
	and EN 60332-1-2	H ≤ 425 mm	
C _s	EN 50399 (20,5 kW Burner)	FS ≤ 2,0 m; and THR ₁₂₀₀ ≤ 30 MJ; and Peak HRR ≤ 60 kW and FIGRA ≤ 300 W/s ¹	smoke production and flaming droplets/particules and acidity
	and EN 60332-1-2	H ≤ 425 mm	
D _s	EN 50399 (20,5 kW Burner)	THR ₁₂₀₀ ≤ 70 MJ; and Peak HRR ≤ 400 kW; and FIGRA ≤ 1300 W/s ¹	smoke production and flaming droplets/particules and acidity
	and EN 60332-1-2	H ≤ 425 mm	
E _s	EN 60332-1-2	H ≤ 425 mm	
F _s	does not fulfill class E _s		

Comment prévoir le comportement au feu à pleine échelle à partir d'essais réalisés petite échelle sur des matériaux en développement

Introduction

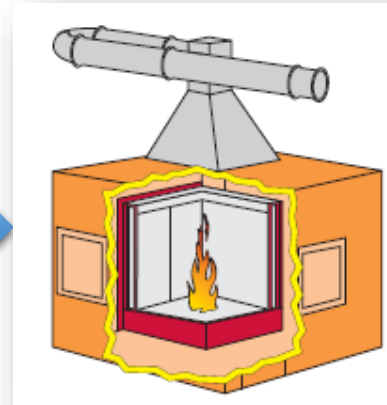
L'approche « Bottom-Up », le choix du formulateur de matériaux



Problématique : Trouver des méthodes de caractérisation et de tests discriminantes

Introduction

Illustration dans le bâtiment



Classement	Conditions
A1 et A2	Matériaux inertes
B	FIGRA ≤ 120 W/s THR $\leq 7,5$ MJ
C	FIGRA ≤ 250 W/s THR ≤ 15 MJ
D	FIGRA ≤ 750 W/s THR \leq sans limite
E et F	Pas de critères sur FIGRA et THR

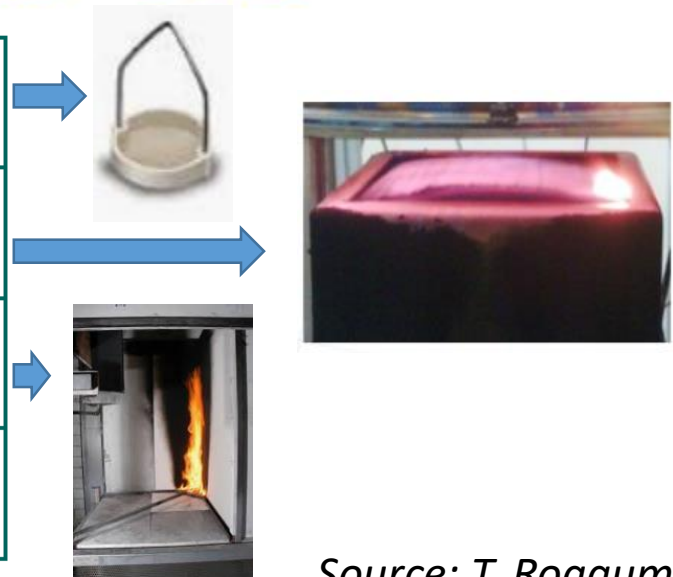


Pertinence
de l'approche

Les différentes échelles étudiées



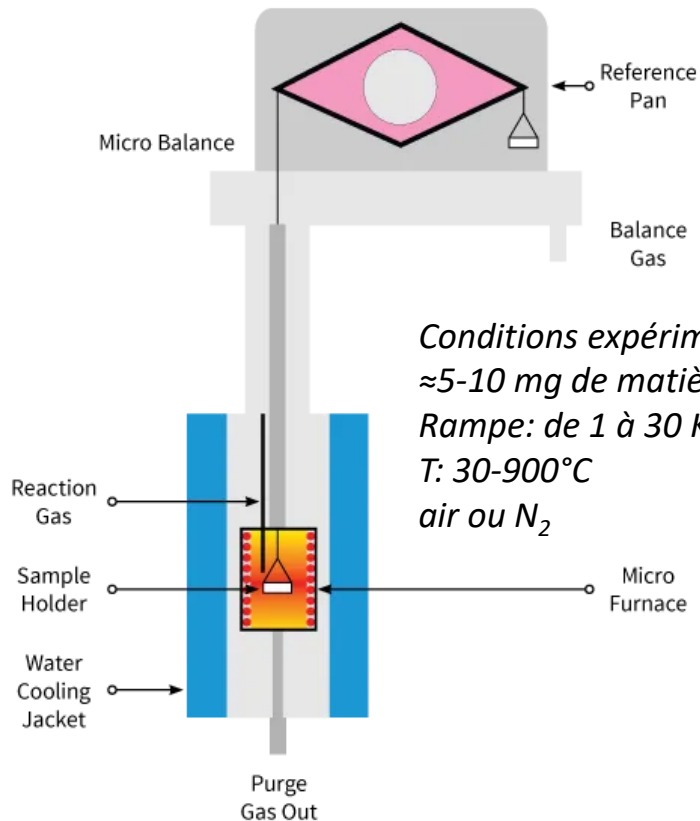
Matter scale	mm mg	Thermal analysis: Thermo Gravimetric Analysis (TGA), Differential Scanning Calorimetry (DSC), TDA, etc.
Small scale	cm g	Calorimetry: Cone Calorimeter (CC) and Fire Propagation Apparatus (FPA)
Product scale	10 ⁿ cm - m kg	IMO-LIFT, Medium Burning Item, Single Burning Item, room corner test
Real size scale	m kg - t	Rooms, House, real objects (train waggon, plane...)



Source: T. Rogaume

Analyse thermogravimétrique

Principe d'une ATG



Conditions expérimentales
 ≈5-10 mg de matière
 Rampe: de 1 à 30 K/min
 T: 30-900°C
 air ou N₂

Grandeurs mesurées :

Masse ou ML (%)

Vitesse de perte de masse ou MLR (%/min)

Température de dégradation (T_{onset}, T_{max})

Taux de résidu (μ)

Grandeurs calculées

Paramètres cinétiques (E_a, A)

$$\dot{\alpha} = A e^{\left(\frac{-E_a}{RT}\right)} f(\alpha)(1 - \mu)$$



Paramètres clés dans le comportement au feu des matériaux: stabilité thermique, charring, interactions entre les constituants d'une formulation, paramètres cinétiques de la dégradation

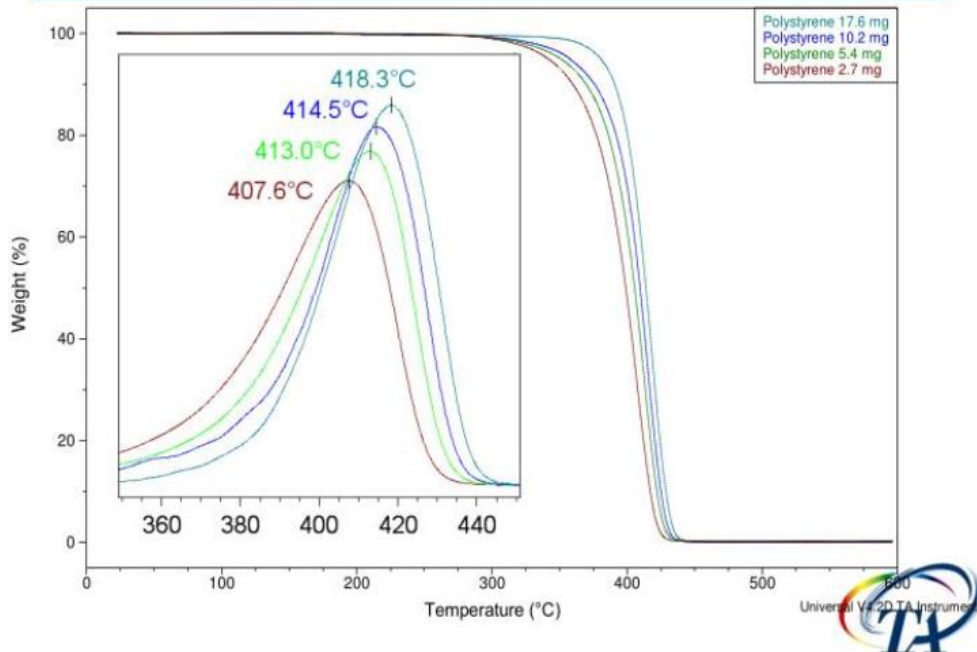


Pertinence à plus grande échelle ?
Effet de la vitesse de chauffe
Effet de l'atmosphère
Multiprocessus

Analyse thermogravimétrique

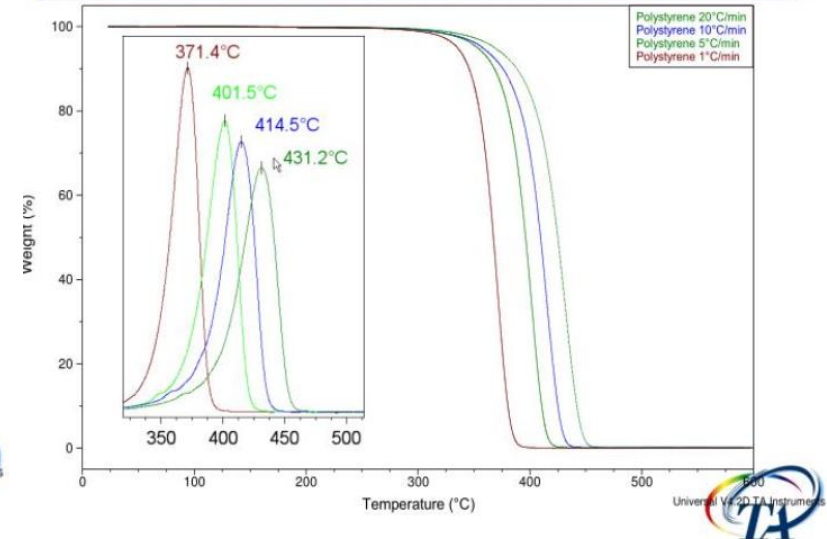
Les résultats vont dépendre de nombreux paramètres: type d'ATG utilisée, nature et volume des creusets, masse de l'échantillon, structure (poudre vs. matériau dense)....

Effect of Sample Size on Decomposition Temperature



Les conditions expérimentales sont aussi très influentes : atmosphère, vitesse de chauffe

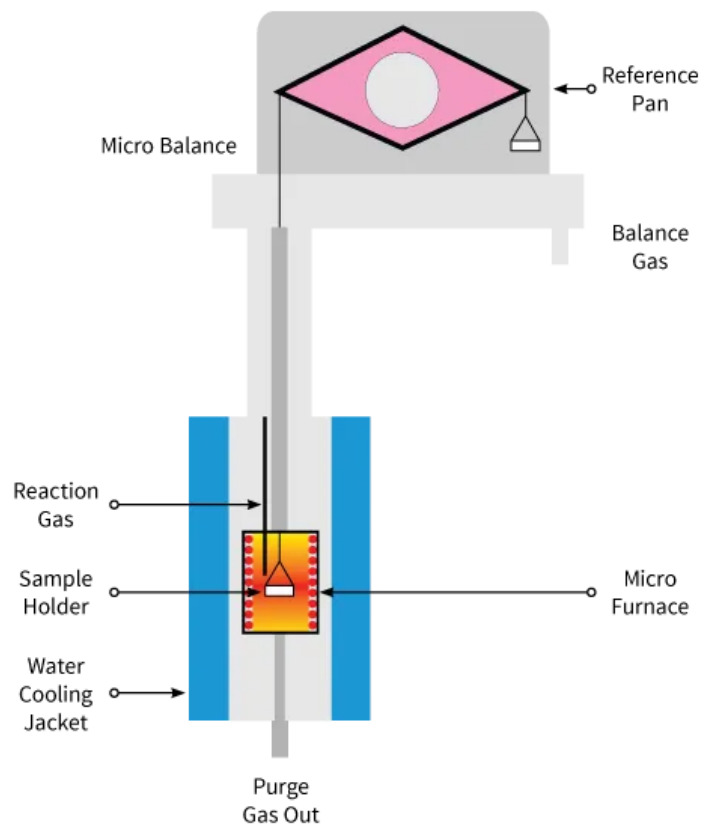
Effect of Heating Rate on Decomposition Temperature



Analyse thermogravimétrique

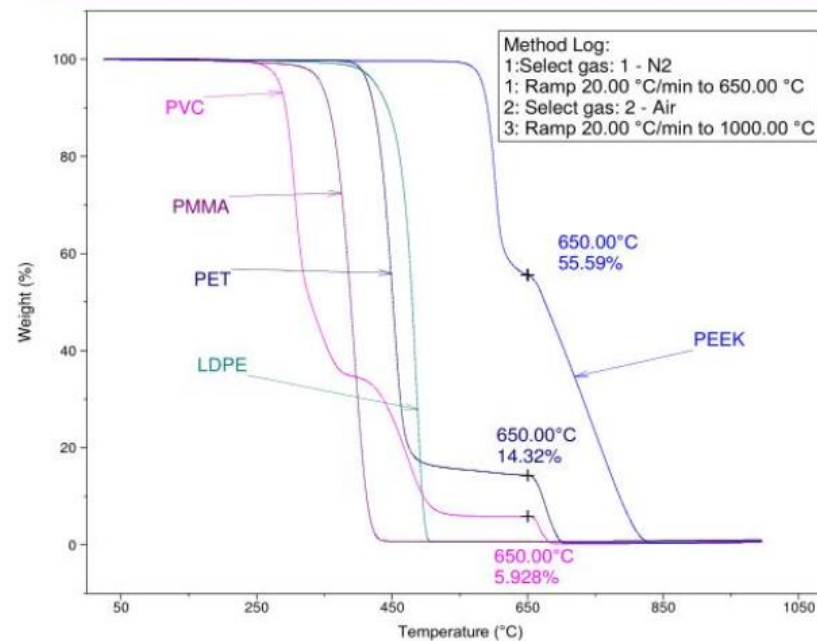
Source : TA

Principe d'une ATG



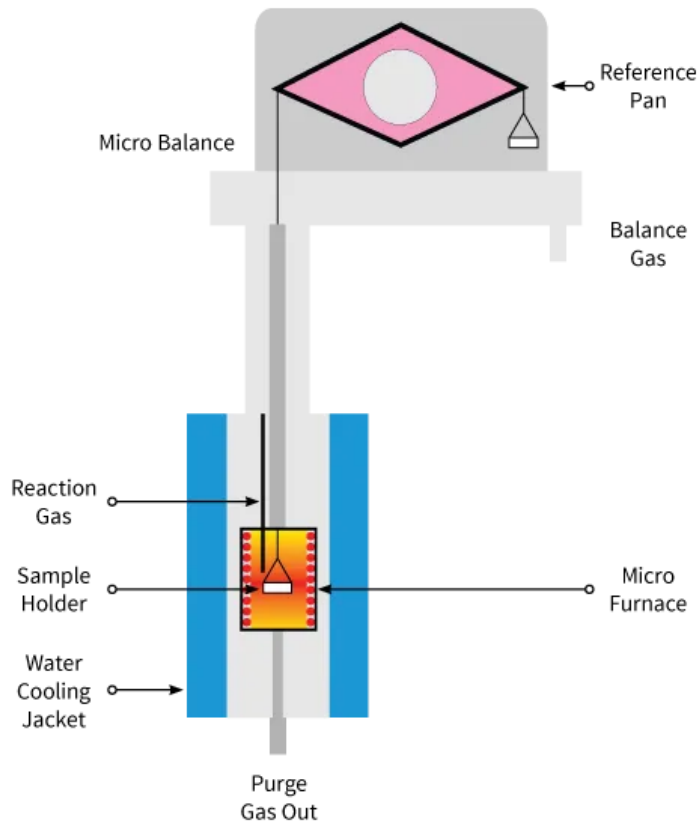
Paramètres clés : **stabilité thermique**, charring, interactions entre les constituants d'une formulation, paramètres cinétiques de la dégradation

Thermal Stability of Polymers

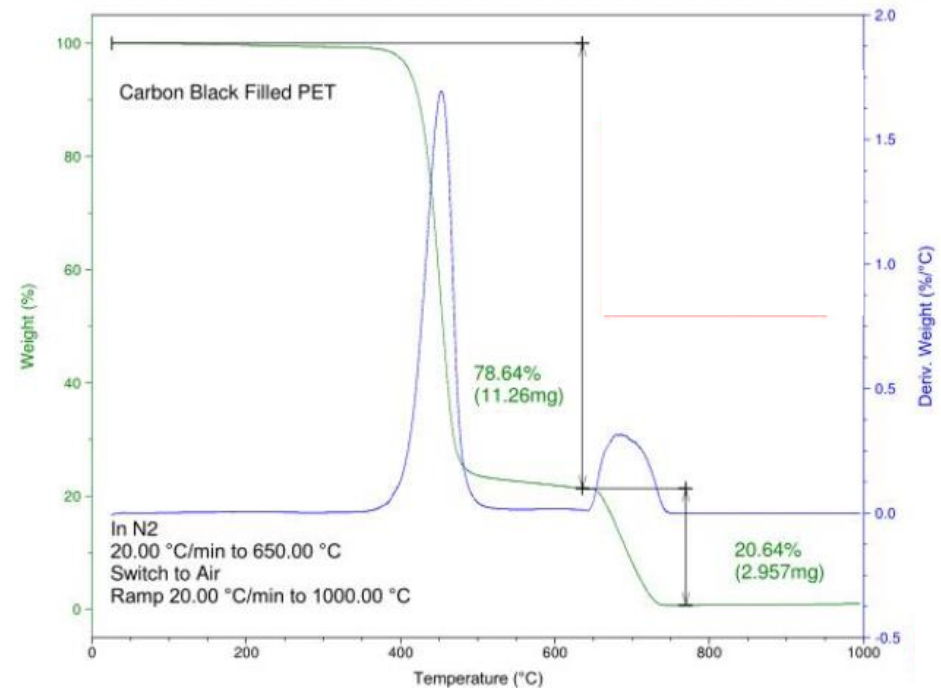


Analyse thermogravimétrique

Principe d'une ATG

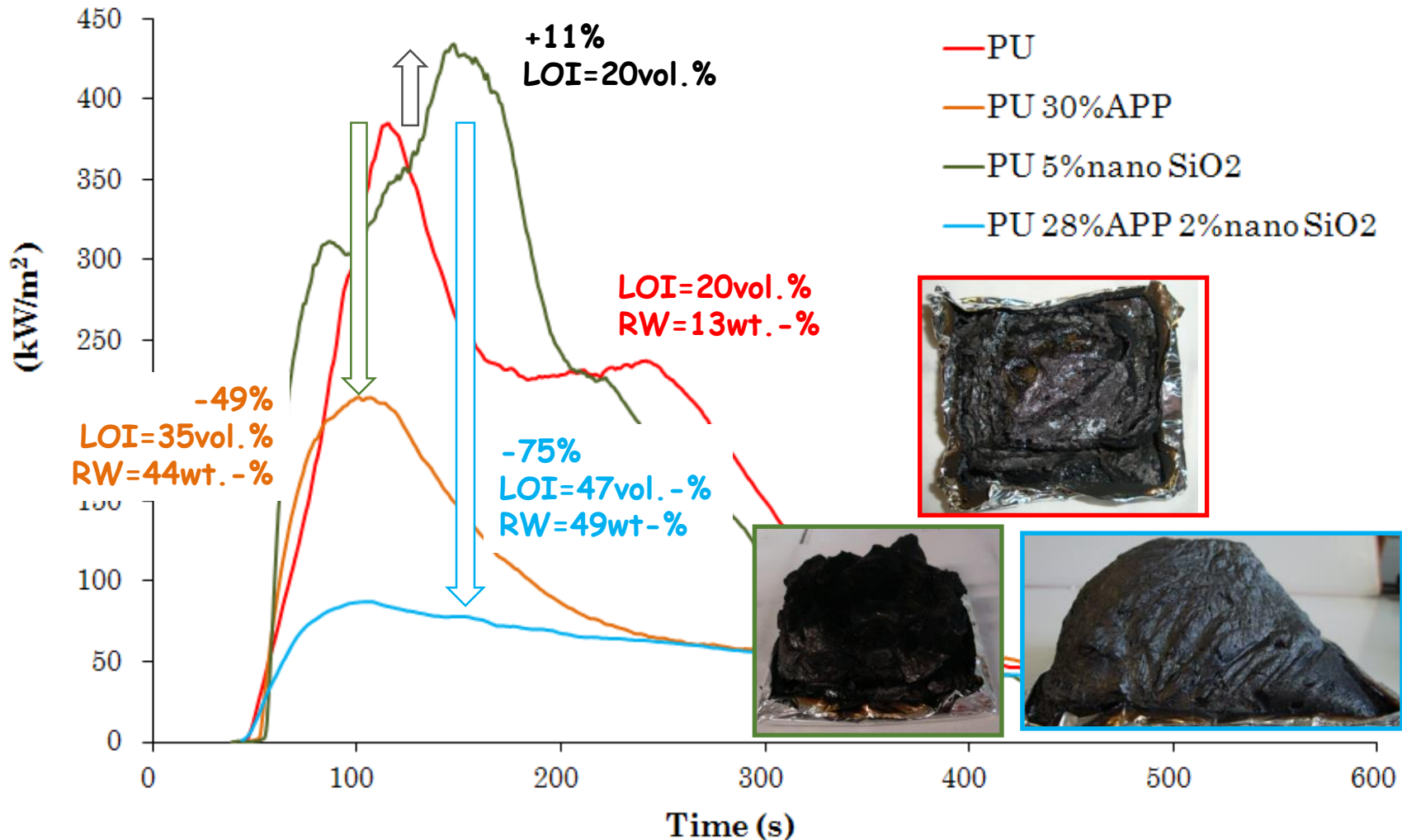


Les données: stabilité thermique, charring, interactions entre les constituants d'une formulation, paramètres cinétiques de la dégradation

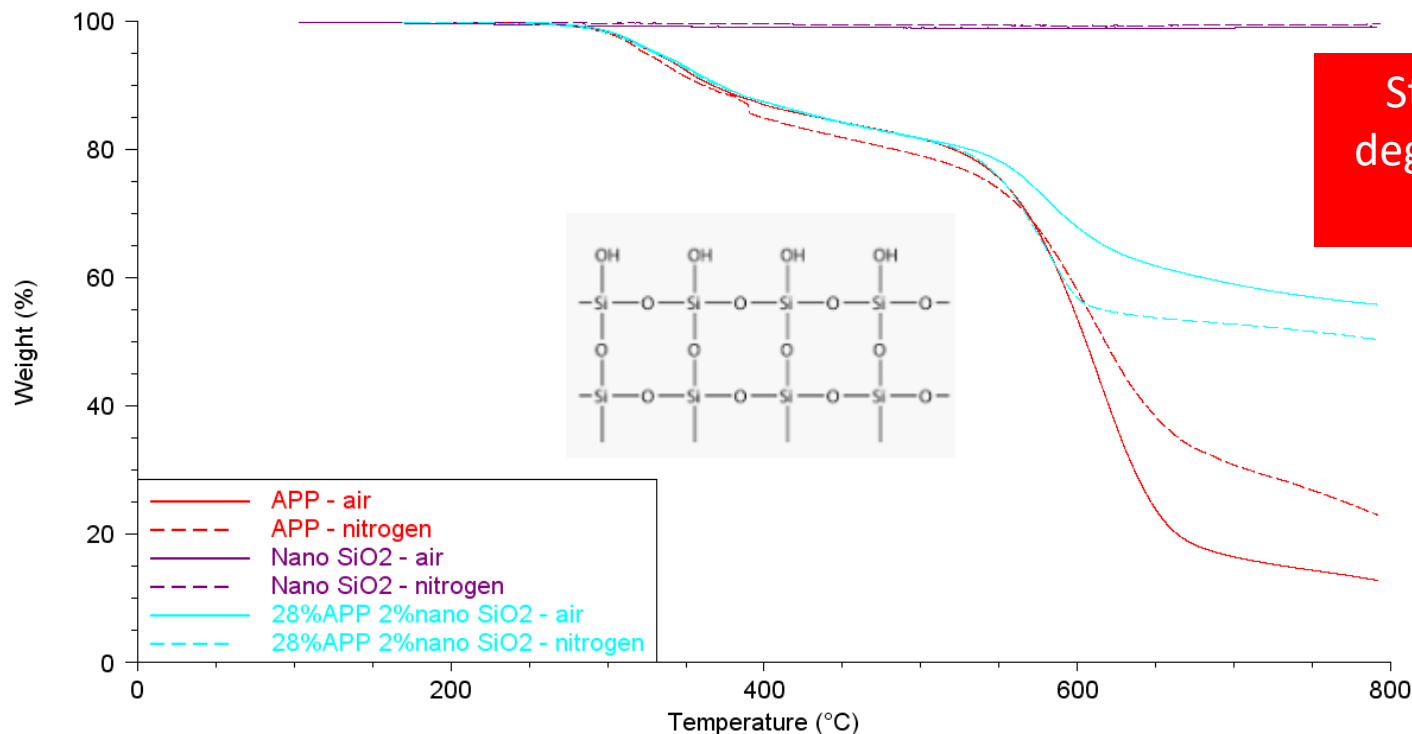


ATG – Exemple d'étude

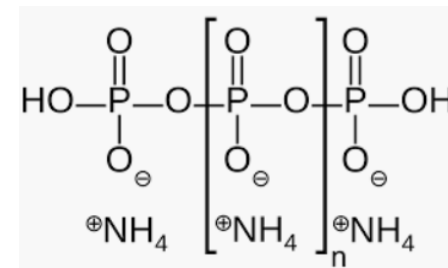
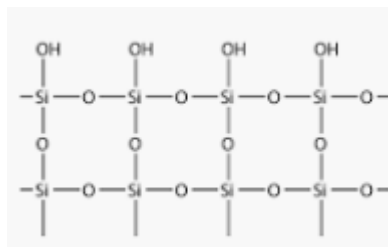
Etude du système PU/APP/SiO₂



ATG – Exemple d'étude

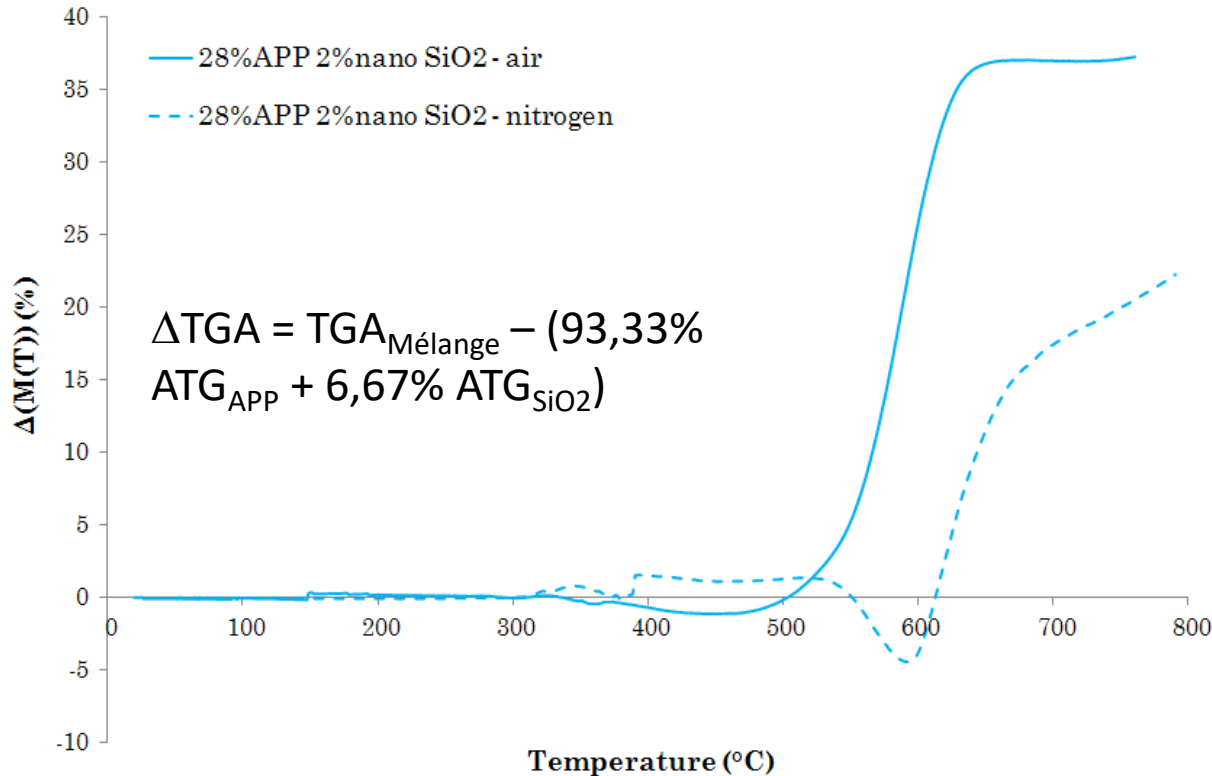


Study of the thermal degradation of the pure additive

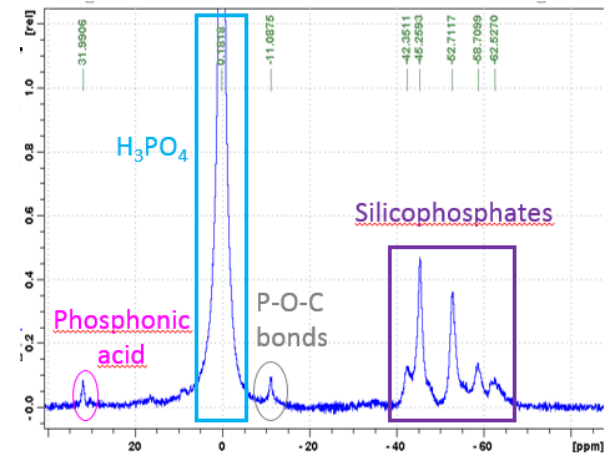


- No degradation of silica (mineral filler)
- APP degradation → ammonia + water → polyphosphoric acid → P₄O₁₀
- Thermal stabilization at high T of APP + nano silica

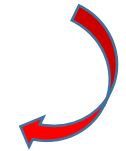
ATG – Exemple d'étude



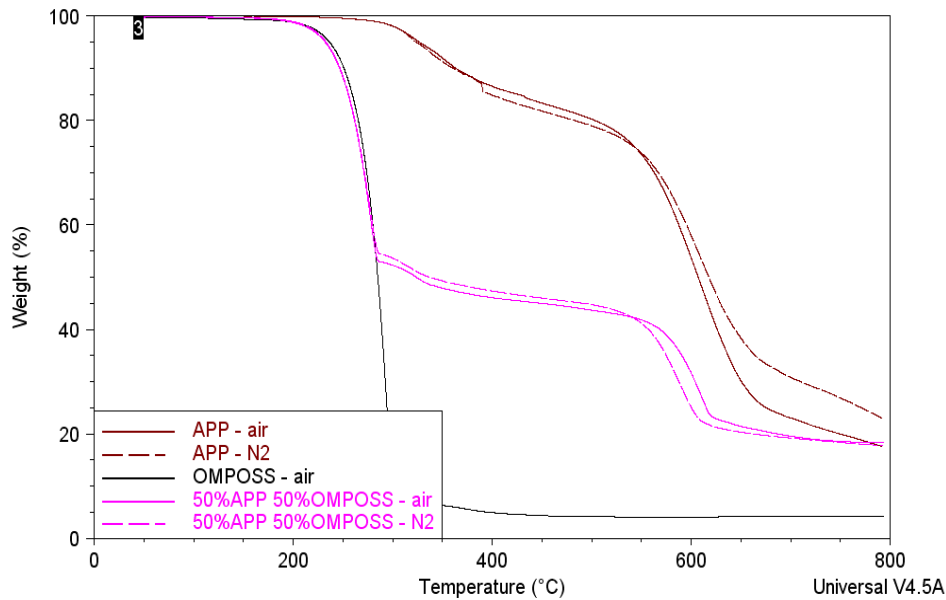
$$\Delta TGA = TGA_{\text{Mélange}} - \sum X_i TGA_i$$



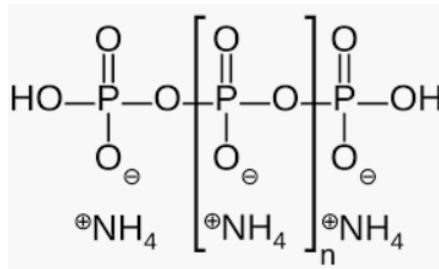
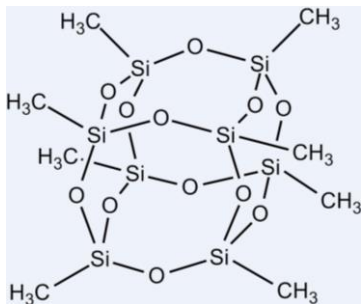
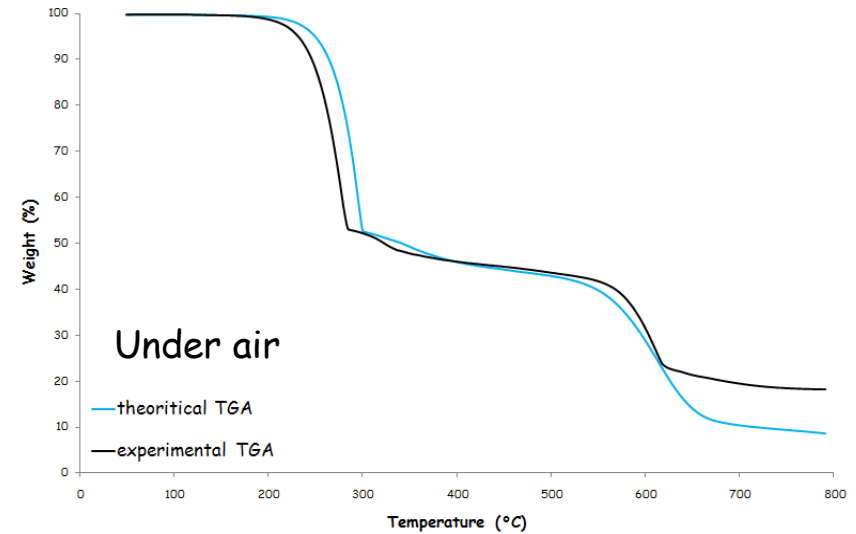
- T > 550-600°C → Δ(M(T)) > 0 → stabilization
- Chemical reaction(s) should explain this thermal stabilization of APP



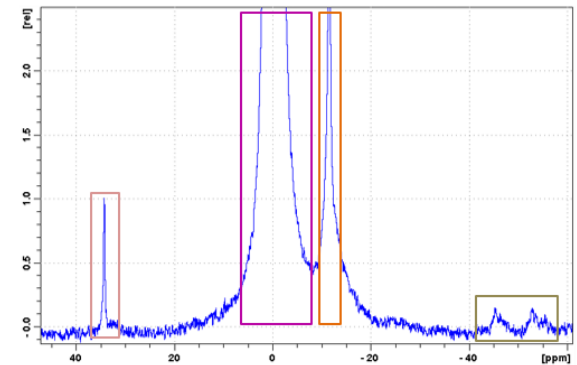
ATG – Exemple d'étude



Etude du système PU/APP/OMPOSS

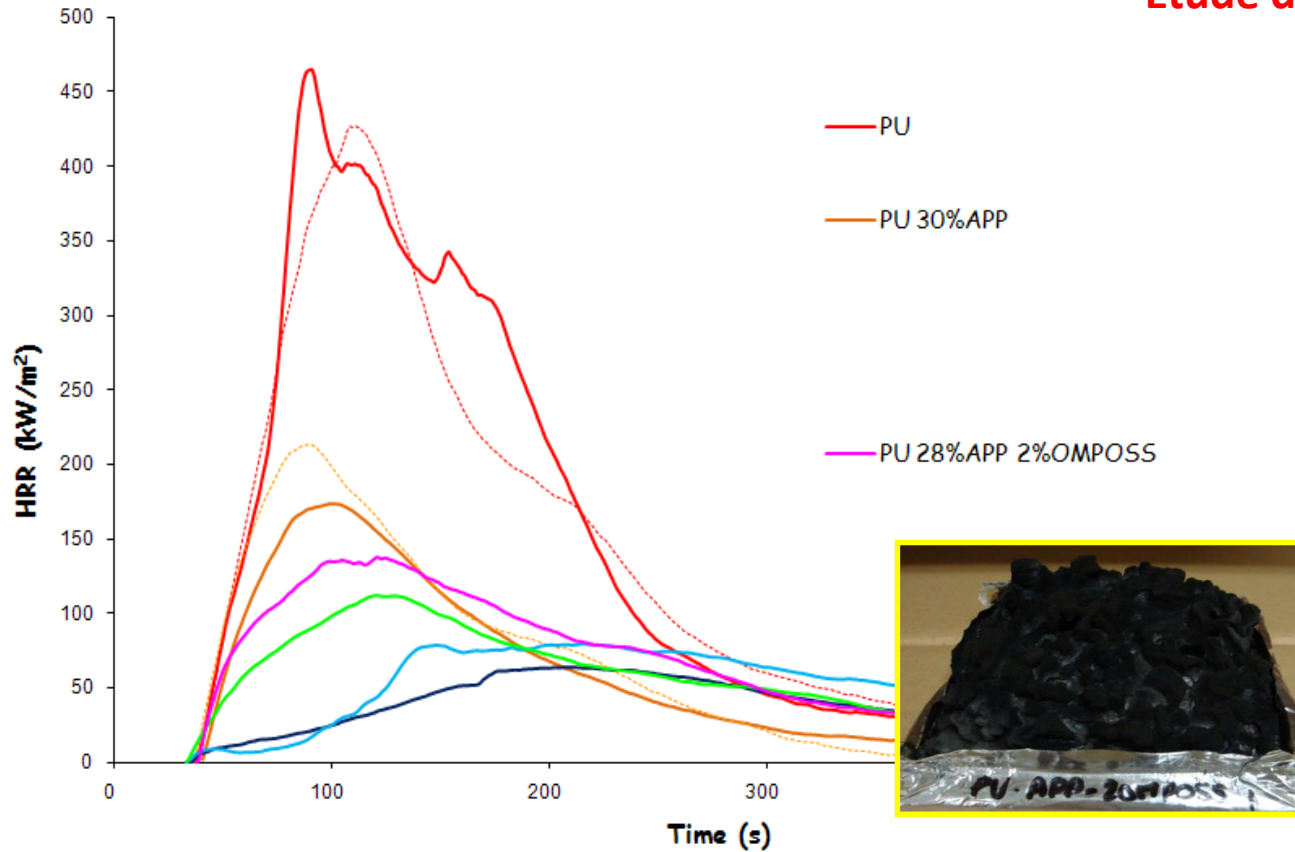


^{31}P solid state NMR - DD MAS : $R_0 = 10$ kHz, 4 mm probe



ATG – Exemple d'étude

Etude du système PU/APP/OMPOSS



PU/APP/OMPOSS



slight increase of FP
compared to PU
30%APP



- No synergy because : no chemical reaction? inappropriate rheology or mechanical resistance of char? OMPOSS degrades before the PU matrix?

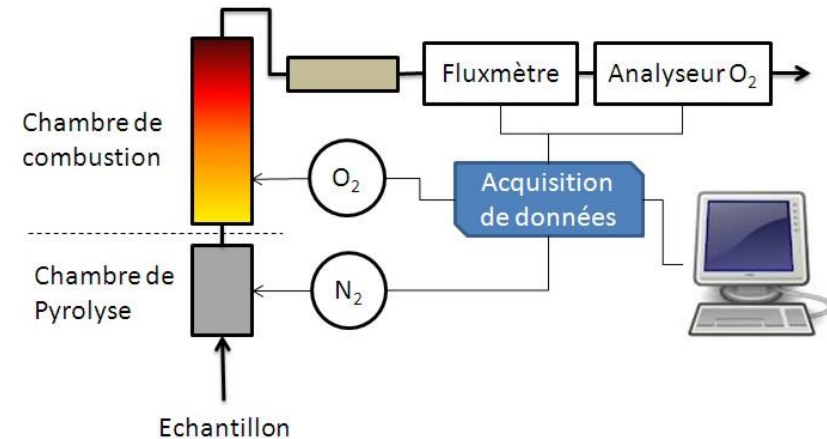
Microcalorimètre de combustion

- Conditions expérimentales

- ≈ 2 mg de matière
- Pyrolyse
 - Atmosphère inerte (N_2)
 - Rampe: de 0,5 à 5 K/s
 - 30 à 750°C
- Oxydation
 - $T=900^\circ C$
 - $O_2/N_2 = 20\%$



Principe d'un MCC



- Grandeurs mesurées

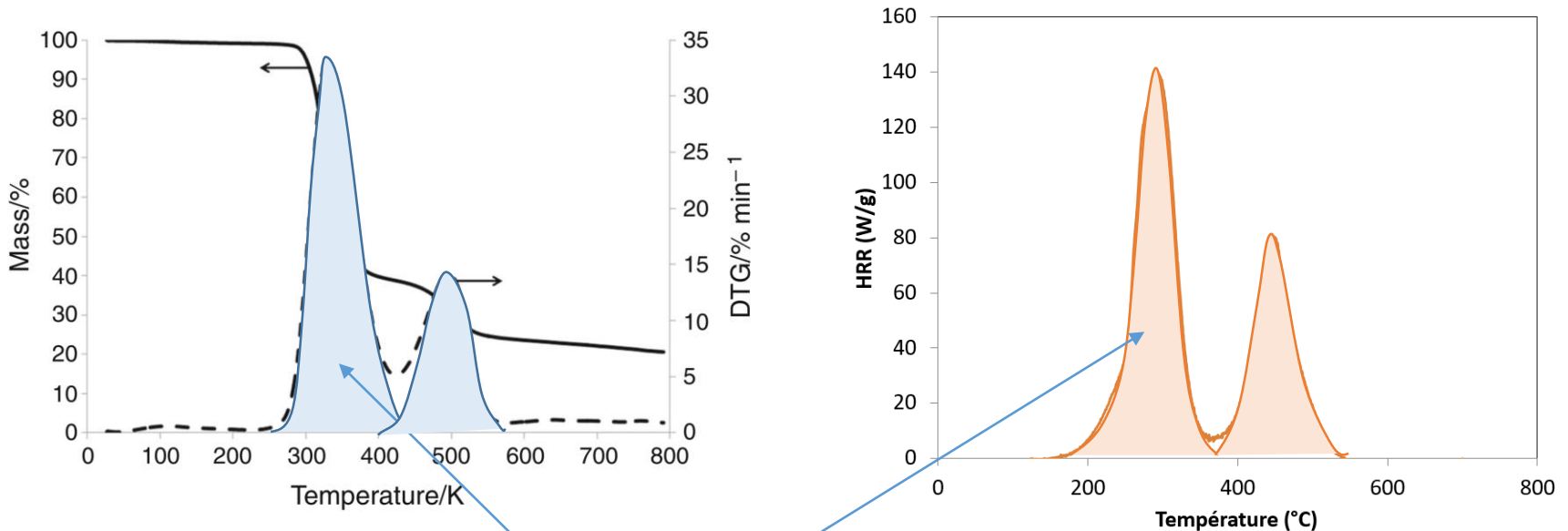
- Débit calorifique (W/g) ou Heat Release Rate (HRR)
- Chaleur totale dégagée (J/g) ou Total Heat Release (THR)
- Capacité de libération de chaleur ou HRC
 - $HRC = pHRR/\beta$ (J/g)
 - Grandeur intrinsèque au matériau
- Stabilité thermique
 - T_D : onset dégradation, T_p : pic de dégradation

Génération segmentée des combustibles
Quid des combustions incomplètes
Temps de séjour dans combustor



Microcalorimètre de combustion

- Comparaison ATG/PCFC : EHC
 - Exemple : gaine de câble PVC (PVC plastifié)

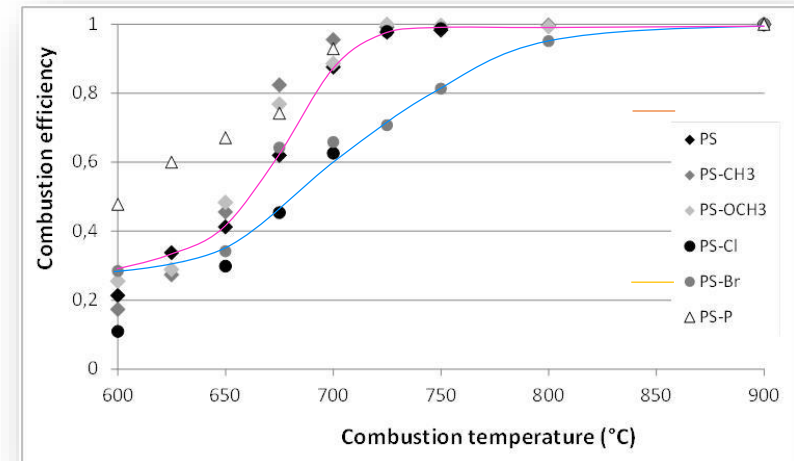
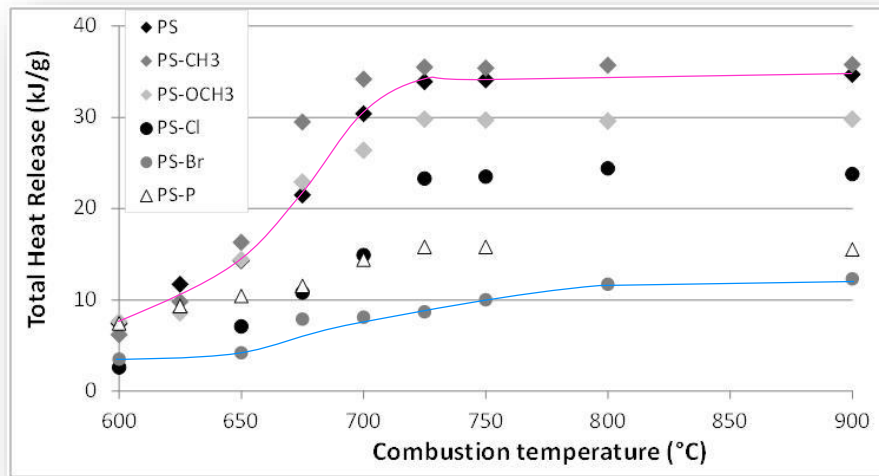
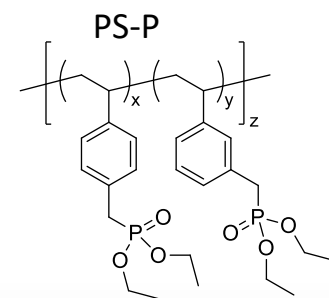
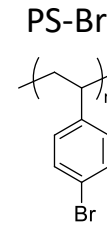
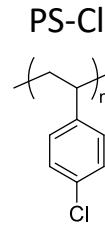
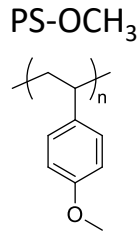
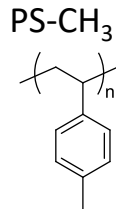
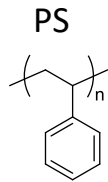


$$EHC_1 = \frac{THR_1}{ML_1}$$

$$EHC_1 < EHC_2$$

Microcalorimètre de combustion

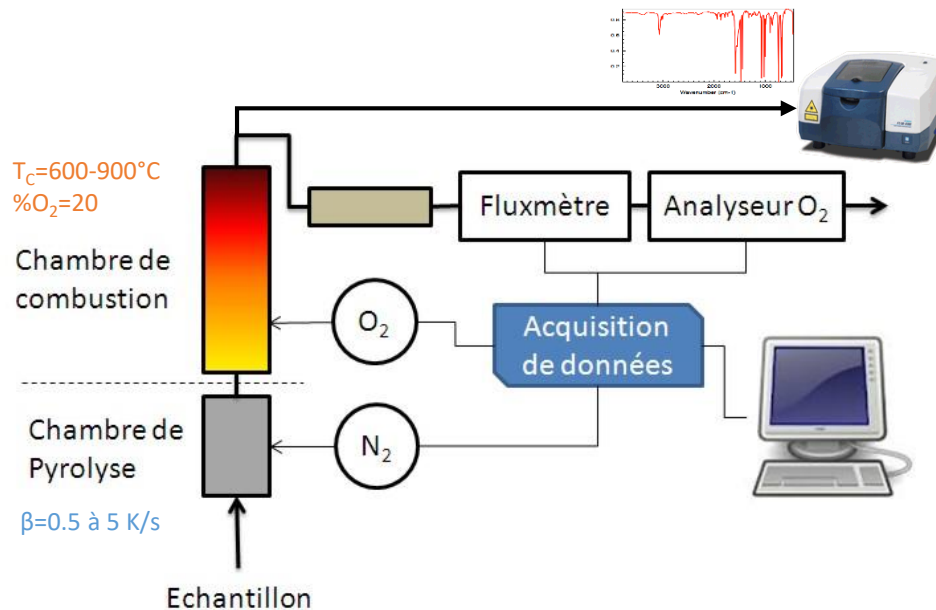
- Action phase gazeuse : variation de la température de combustion



Sonnier et al. Combustion and flame, Combustion and Flame 160 (2013) 2182–2193

Microcalorimètre de combustion

- Couplage PCFC/FTIR
 - Analyse des gaz de combustion à différentes T_c



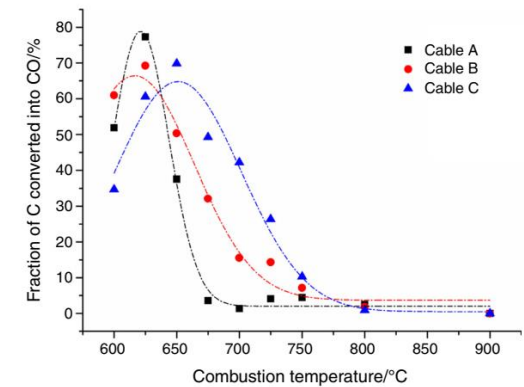
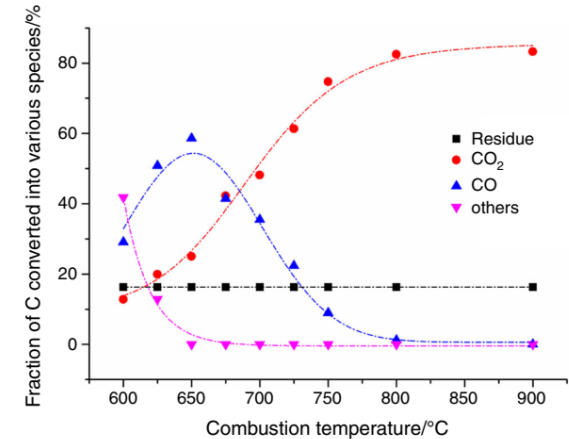
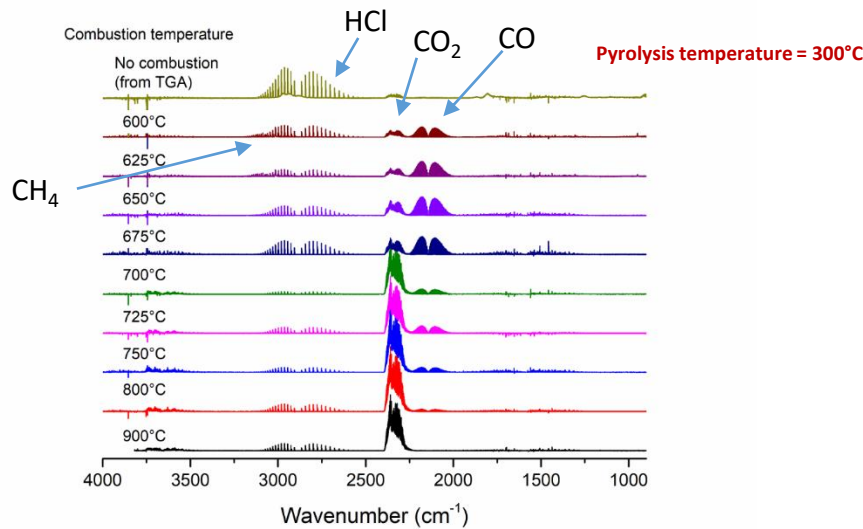
R. Sonnier, G. Dorez, H. Vahabi, C. Longuet, L. Ferry, J.M. Lopez-Cuesta, *Combustion and Flame*, 161, 1398-1407, 2014

Microcalorimètre de combustion

- Couplage PCFC/FTIR
- Analyse des gaz de combustion à différentes Tc

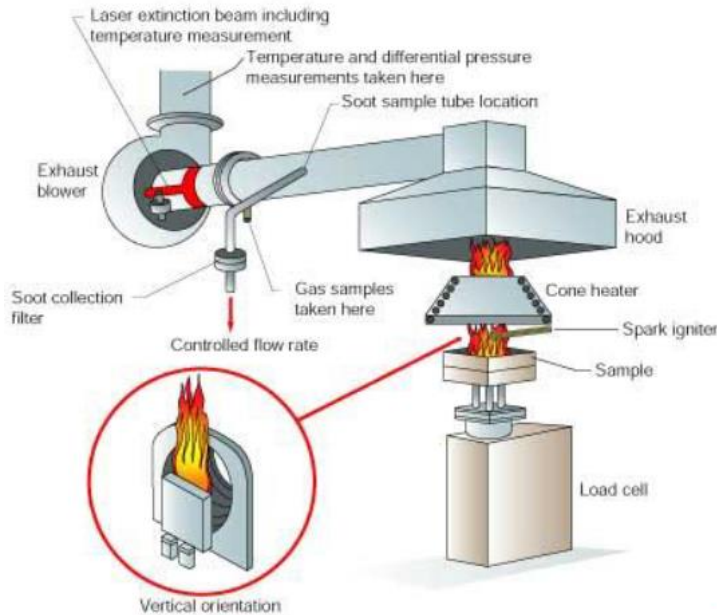


A et B : câbles PE/EVA-ATH
C : câble PVC



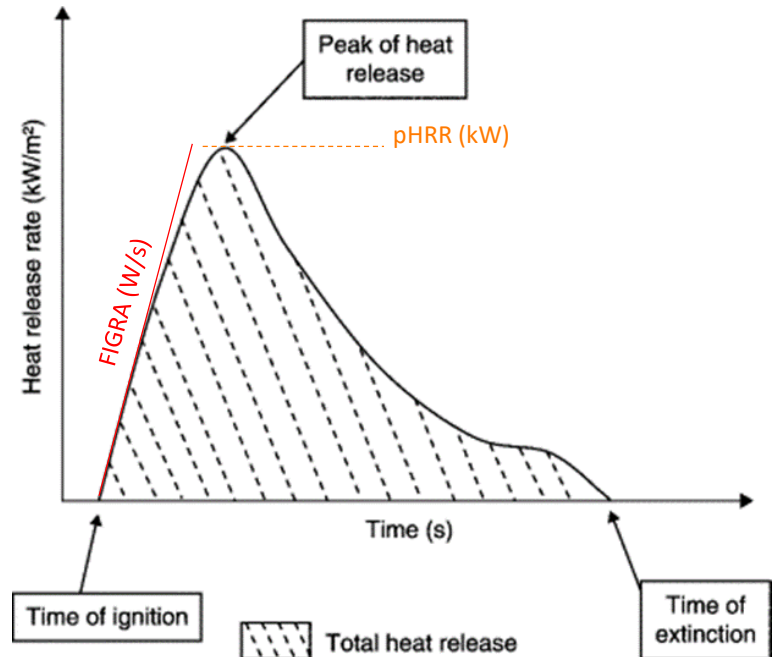
A. Decimus, R. Sonnier, P. Zavaleta, S. Suard, L. Ferry, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 138, 753-763, 2019

Cône Calorimètre



- Quelques dizaines de g
- $(100 \times 100 \times e) \text{ mm}^3$
- Flux de chaleur: $0-100 \text{ kW/m}^2$
- Auto-ignition ou ignition forcée
- Essai bien ventilé

- Possibilité de contrôler l'atmosphère
- Possibilité de faire un piquage de gaz pour analyser les gaz de décomposition. combustion



Grandeurs mesurées

- temps d'ignition TTI
- ML, MLR (mass loss and mass loss rate)

- HRR (Heat release rate)
- THR (total heat release)
- SPR (smoke production rate)
- CO, CO₂, ...

Grandeurs calculées

- FIGRA (W/s): max de HRR/temps
- MAHRE (kW/m²)
- SMOGRA...

Cône Calorimètre

Influence du porte échantillon

Influence de l'épaisseur

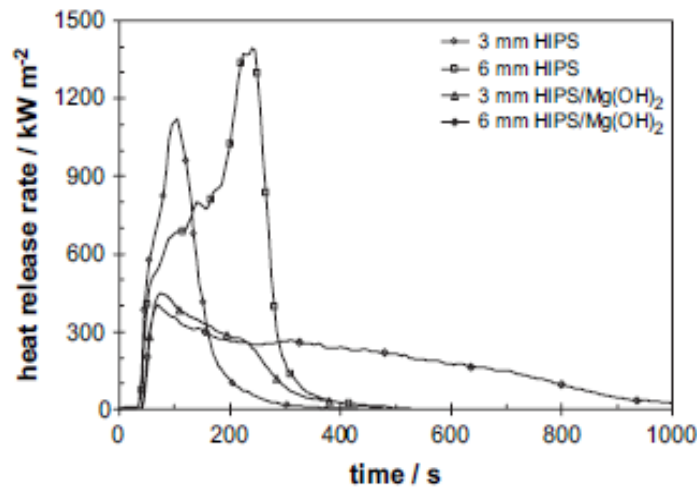


Fig. 3. Heat release rate plotted against time for HIPS and HIPS/15 wt.% Mg(OH)₂ with sample thicknesses of 3 mm and 6 mm. The peak of heat release is strongly dependent on thickness for the thermally intermediate thick non-charring HIPS system, but not for the charring material, which achieves thermally thick behaviour even at the lower thickness.

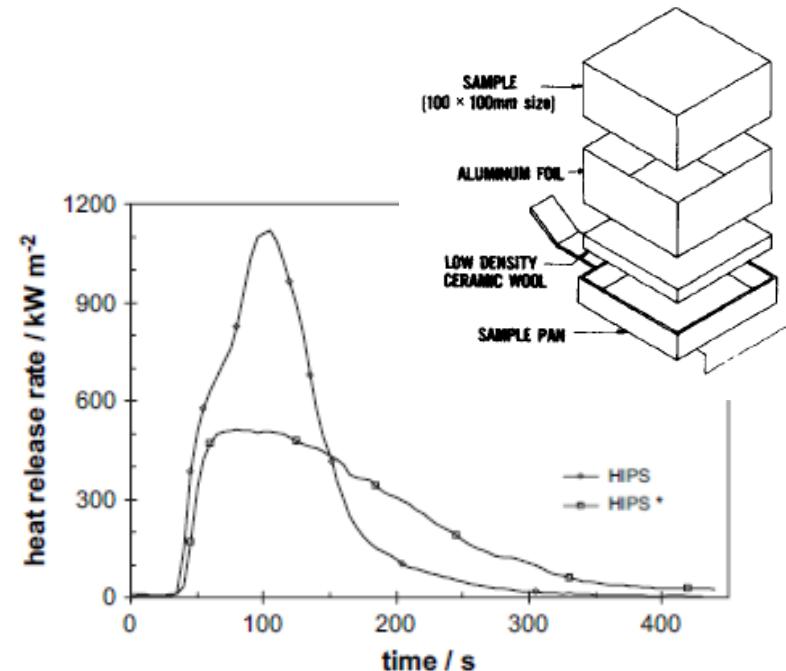
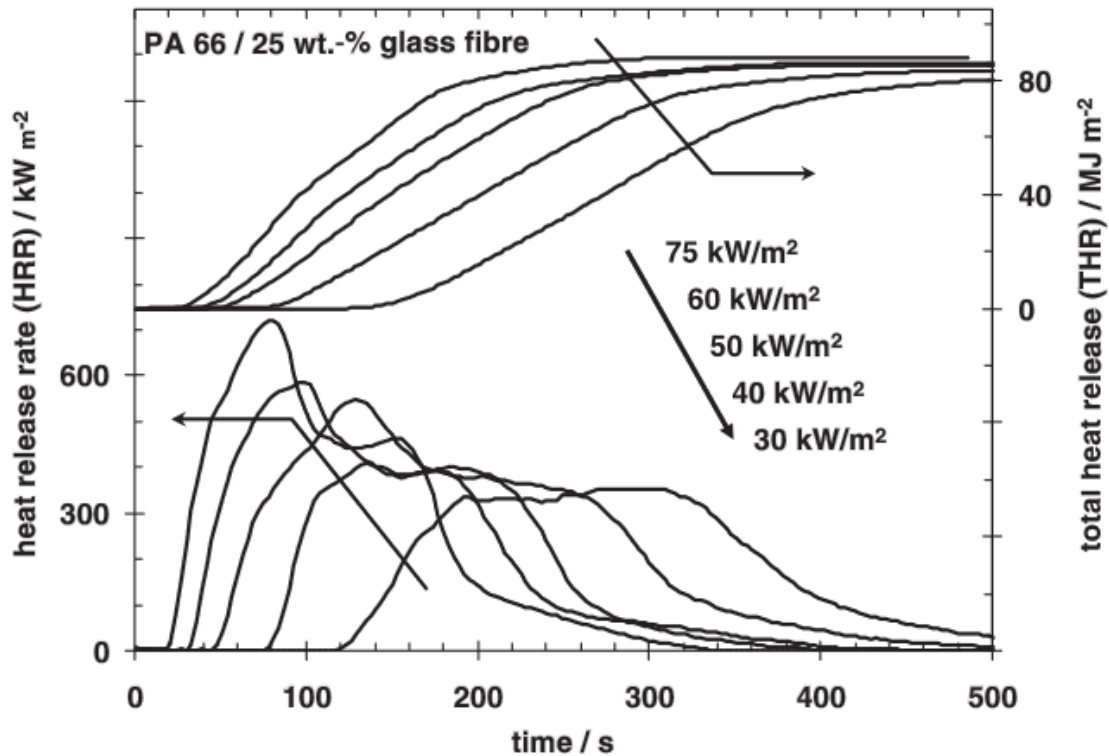


Fig. 4. Heat release rate plotted against time for HIPS, measured using a sample holder setup according to ISO 5660 and a modified sample holder setup (*) to avoid thermal feedback from the back of the sample. External heat flux was 50 kW m⁻².

Cône Calorimètre



Pertinence du scénario Feu?
Des grandeurs mesurées?

Heat release rate (HRR) and total heat release (THR) for glass fibre-reinforced PA 66 using applied heat fluxes between 30 and 75 kW m⁻². Data taken from [18].

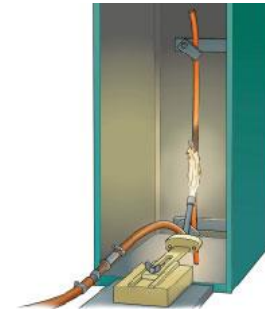
Cône Calorimètre – Exemple d'étude

Critères de classification

Classification supplémentaire

(seulement pour les classes B1_{ca}, B2_{ca}, C_{ca} and D_{ca})

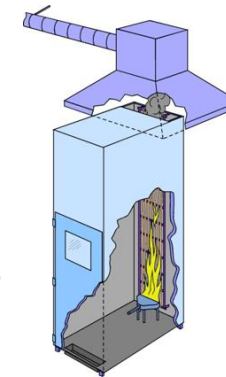
Classes	EN ISO 1716	EN 50399	EN 50399	EN 60332-1-2	EN 50399	EN 61034	EN 50399	EN 60754-2
	Pouvoir calorifique	Dégagement de chaleur et indice de croissance du feu	Non propagation de l'incendie	Non propagation de la flamme	Production de fumées	Transmission de fumées	Production de particules enflammées	Acidité
A _{ca}					S	S	d	a
B1 _{ca}								
B2 _{ca}					s1		d0	a1
C _{ca}					s2	s1a	d1	a2
D _{ca}					s3	s1b	d2	a3
E _{ca}								
F _{ca}								



EN 60332-1-2

Small scale method:

- 1 kW burner
- 0.5 m of cable



EN 50399

Large scale method:

- 20.5 or 30 kW burner
- > 20 m of cable

<http://cpr-cables.com>

Cône Calorimètre – Exemple d'étude

Insulation
Flame retarded
thermoplastic

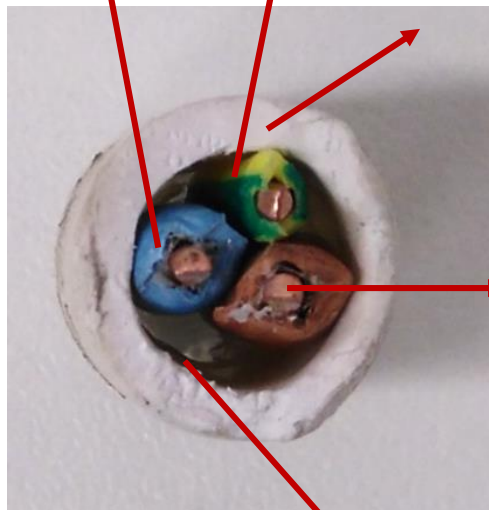
Insulation
Non-FR
thermoplastic

Sheathing/Jacket

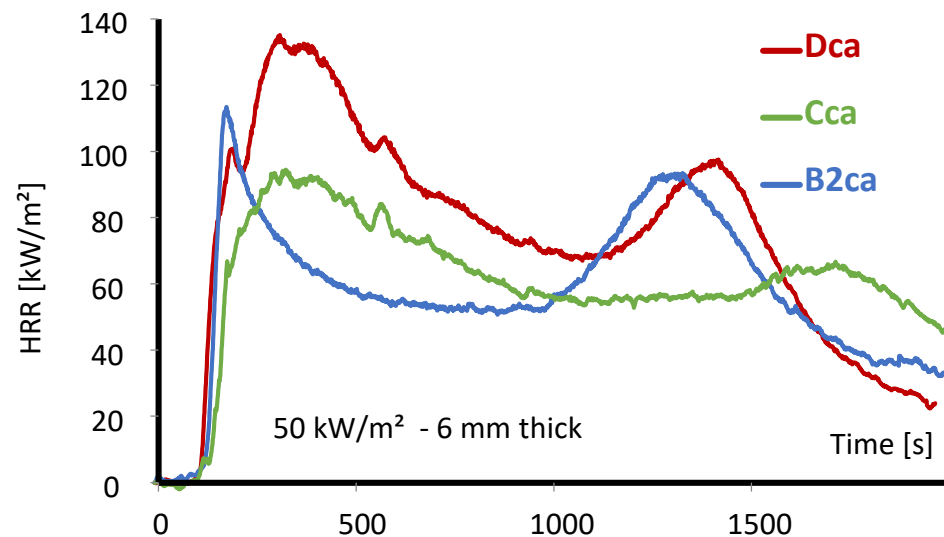
PE / ATH
EVA / ATH
+ synergists

Copper core

Tape



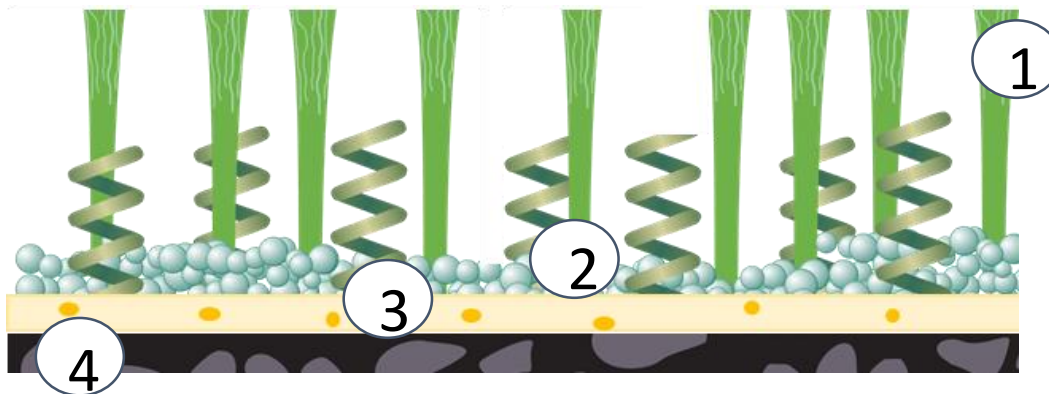
		D_{ca}	C_{ca}	$B2_{ca}$
Cone on raw materials e.h.c [MJ/kg]	Sheathing	24.5	20.0	20.6
	HFFR Insulator	25.3	25.3	25.3
	No-FR Insulator	38.2	38.2	38.2
Cone on sheathing	TTI [s]	83	113	147
	pHRR [kW/m ²]	137	98	119
	THR [MJ/m ²]	131	95	111



LEONI

Cône Calorimètre – Exemple d'étude

Complex and multilayered material



1 : Pile (PP / PE)

2 : Performance layer (infill)

3 : Sand

4 : Backing (PP / PET)



Poster Angeline Paturel

SBR



TPE



EPDM



Cork



Cône Calorimètre – Exemple d'étude

Radiant panel test EN ISO 9239-1

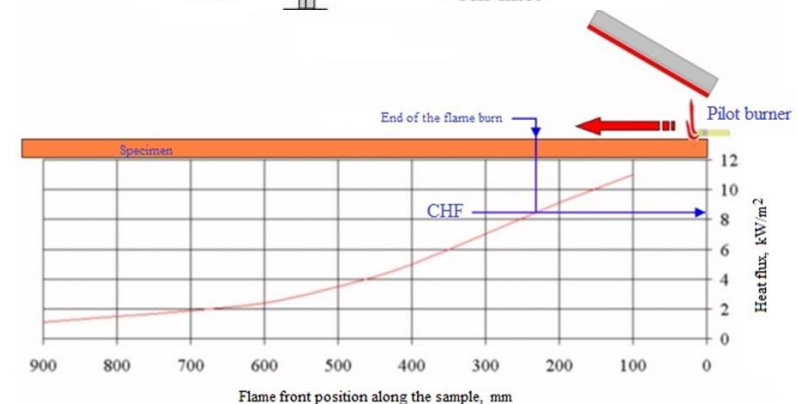
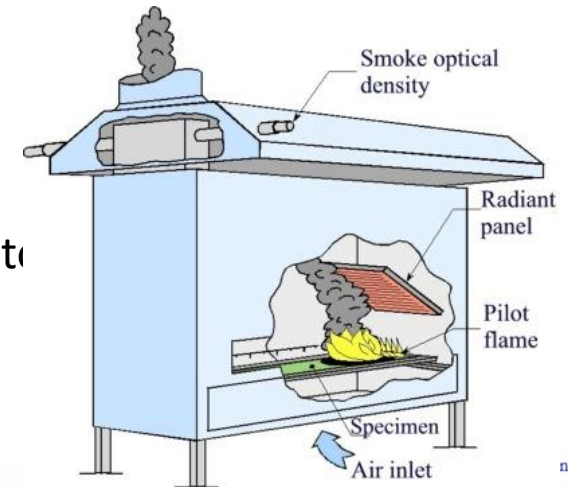
→ Evaluation of the fire behaviour of floorings exposed to

- Flame propagation
- Smoke density
- Max test duration : 30 min
- Specimen size : (1050 x 230) mm²

Energy heat flux distribution

→ Determination of the critical heat flux (CHF):

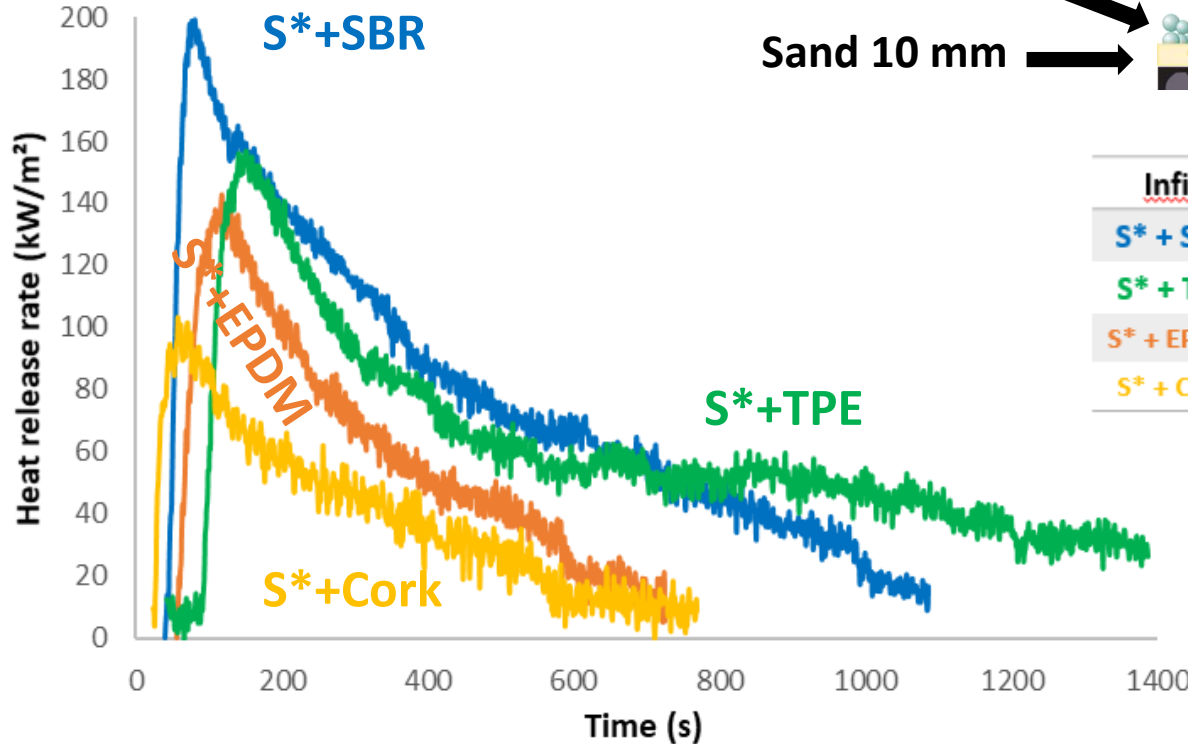
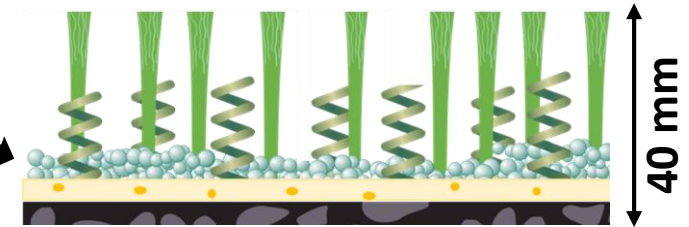
- Point where the flame stop (specimen extinguishment)
- Position of the front flame after 30 min of test (no self-extinguishment)



Cône Calorimètre – Exemple d'étude

Fire behavior of full structure

- Cork 20 mm
- SBR 15 mm
- EPDM 10 mm
- TPE 5 mm
- Sand 10 mm

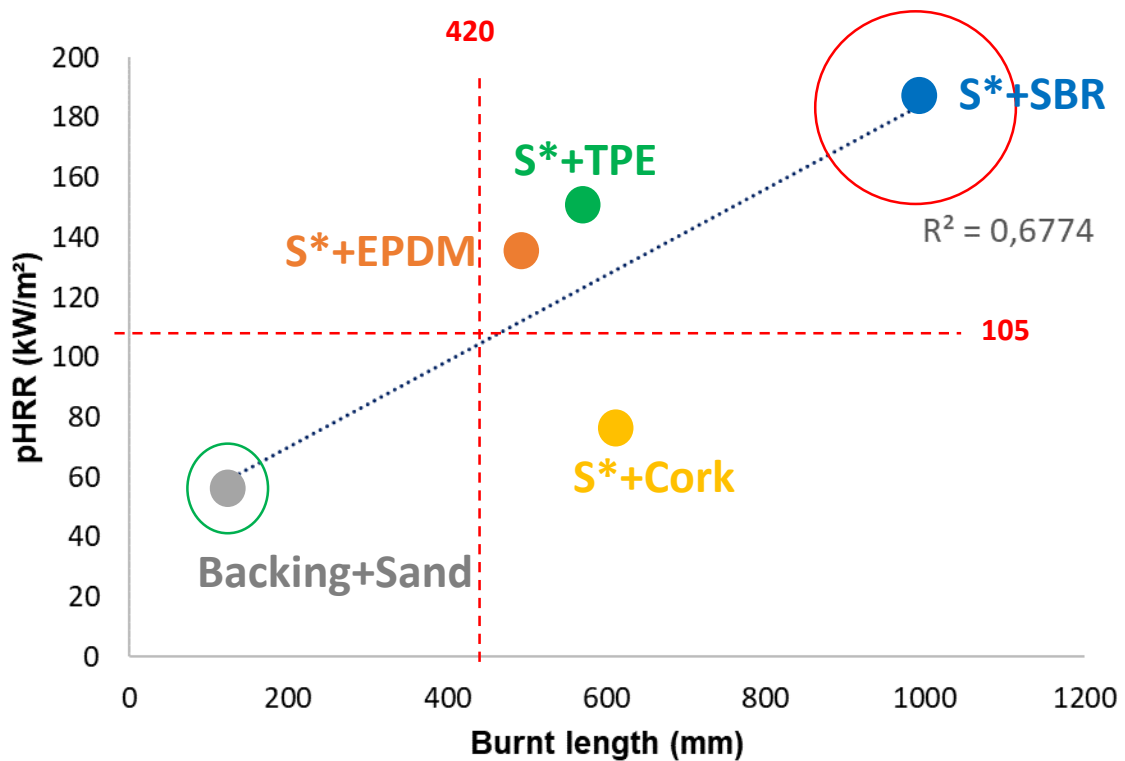


Infill	TTI (s)	pHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)
S* + SBR	40	199	81
S* + TPE	86	157	85
S* + EPDM	56	142	38
S* + Cork	24	103	30

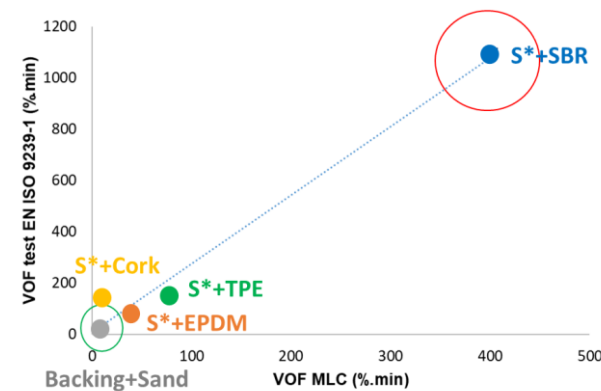
Highest valuer

Cône Calorimètre – Exemple d'étude

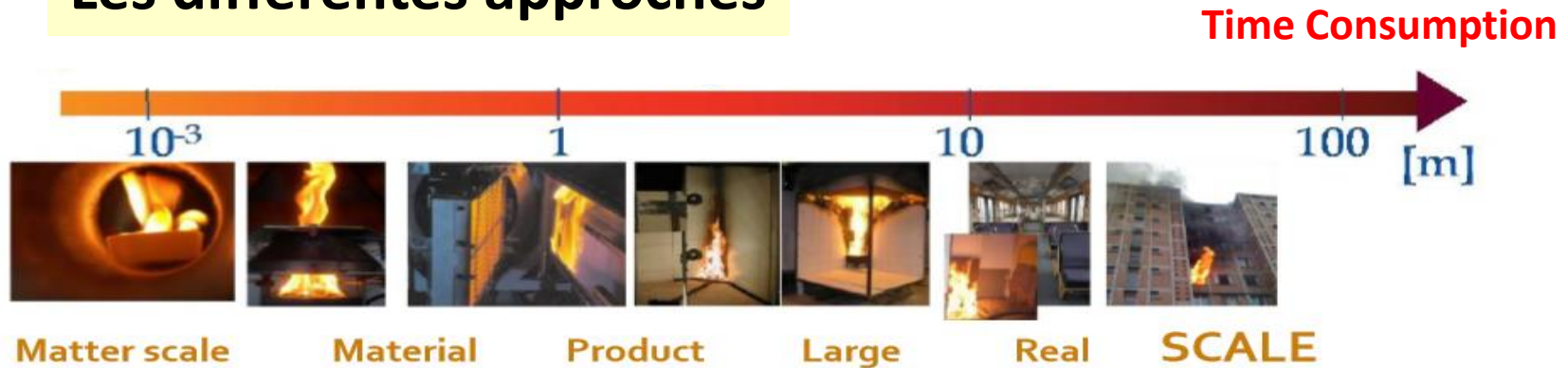
pHRR VS Burnt length



VOF* (EN ISO 9239-1) VS VOF (MLC)



Les différentes approches



- Corrélation entre les paramètres des différents tests
- Développement de bancs d'essais à échelle laboratoire
- Modélisation



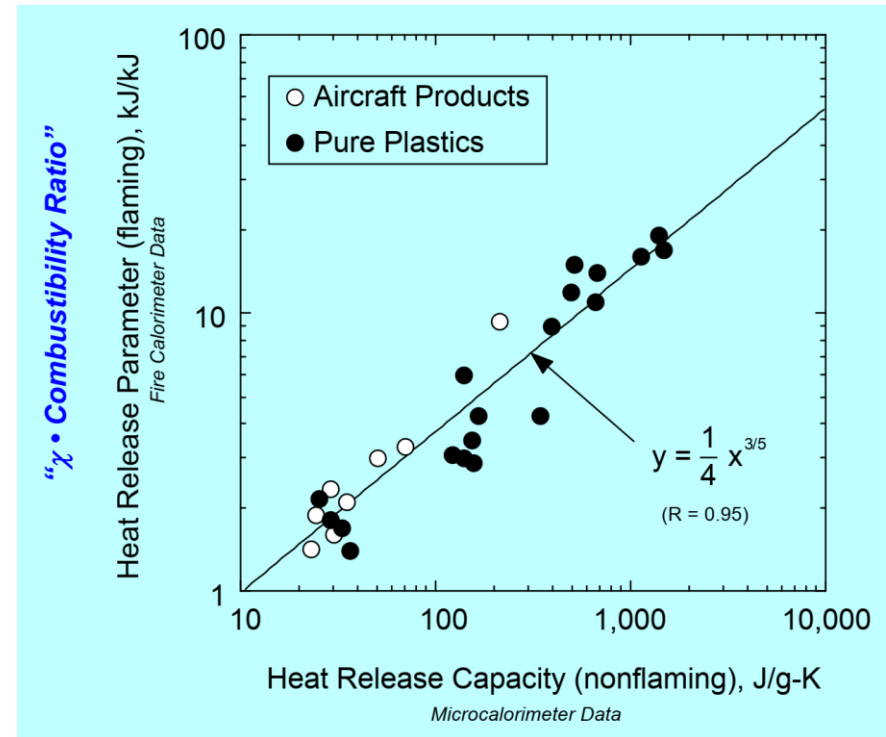
Quelle est l'approche à privilégier?

Corrélations entre les grandeurs mesurées ou calculées

- MCC/Cône
 - Corrélation observée par R. Lyon notamment sur polymères purs



Prend en compte
l'efficacité de
combustion



Corrélations entre les grandeurs mesurées ou calculées

• MCC/Cône

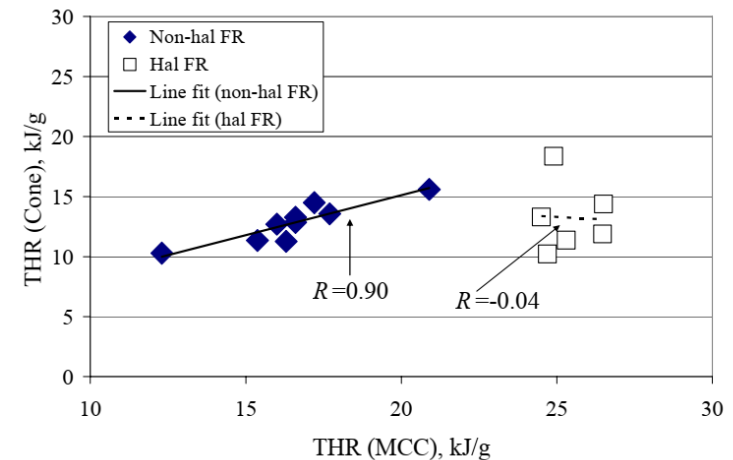
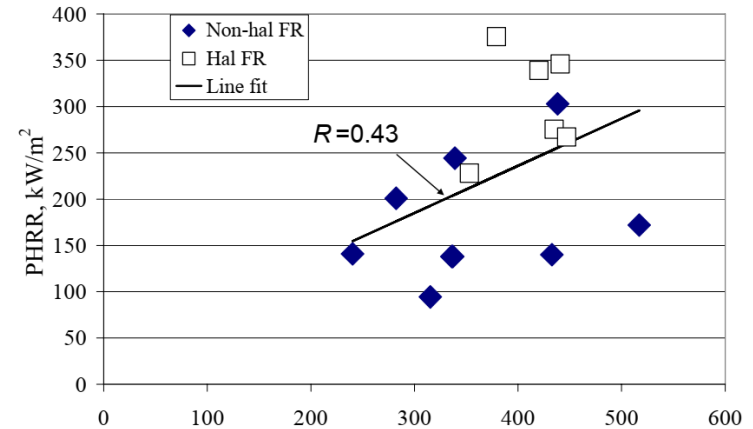
- Pas de corrélation sur pHRR
- Corrélation sur THR dépendante la nature des RFs



Prend en compte
l'efficacité de
combustion

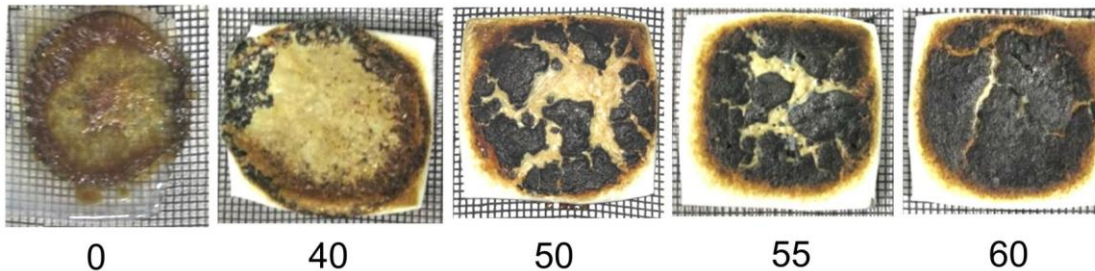
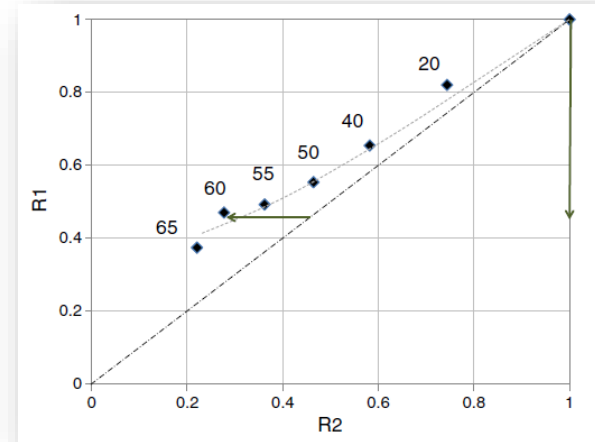


Correlation moins
évidente en cas de
systèmes complexes



Corrélations entre les grandeurs mesurées ou calculées

- MCC/Cône
 - Mise à profit de la non corrélation
 - Mise en évidence de l'effet barrière
 - Seulement visible au cône

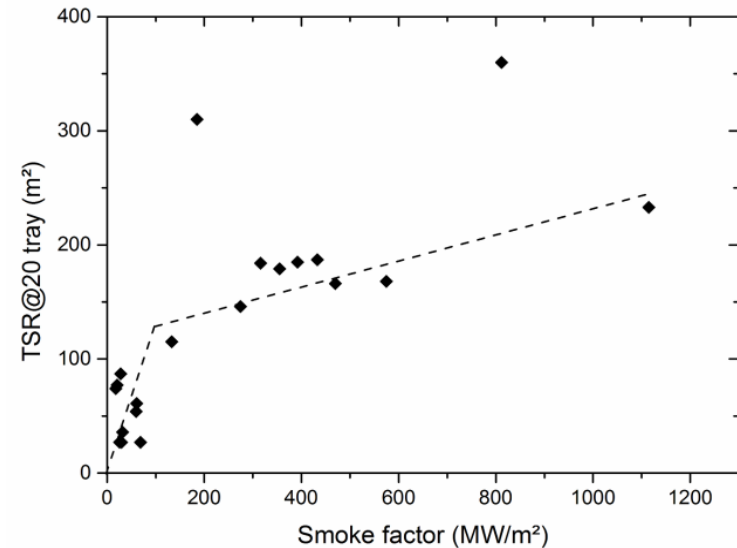
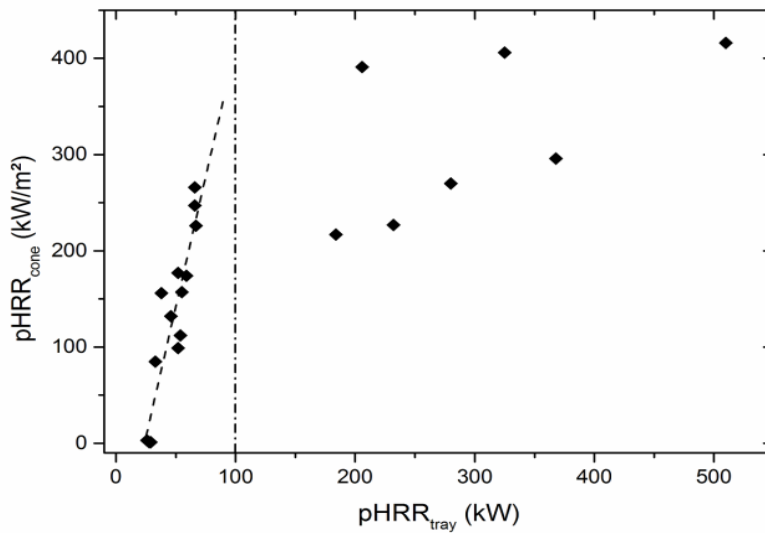
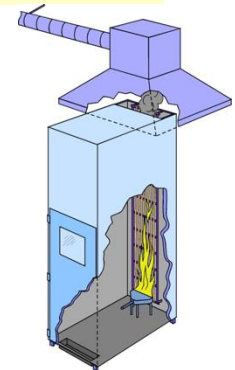


$$R_1 = \frac{pHRR_{P-FR}^{PCFC}}{pHRR_p^{PCFC}}$$

$$R_2 = \frac{pHRR_{P-FR}^{cône}}{pHRR_p^{cône}}$$

Corrélations entre grande échelle et échelle du matériau

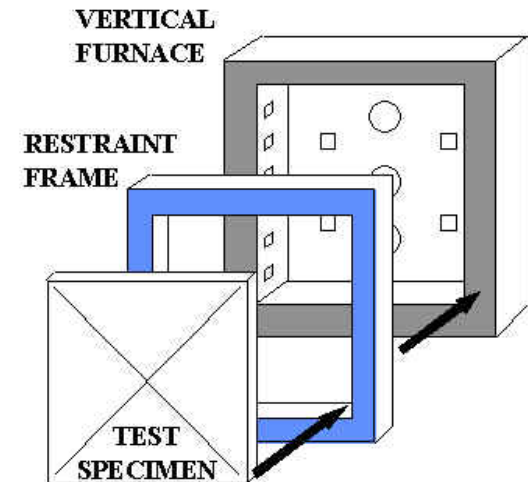
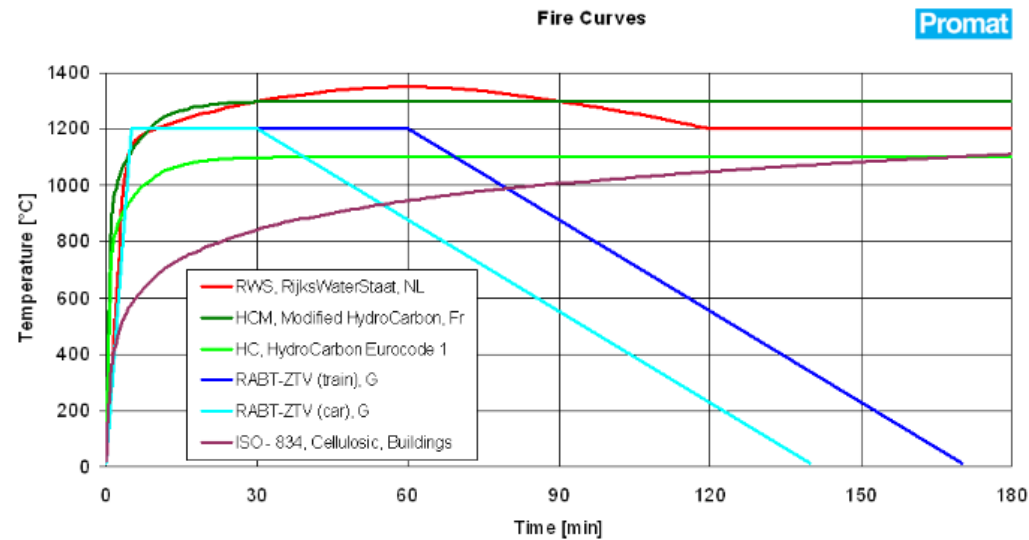
- Exemples des câbles
 - Corrélation Cône/EN50399



Small scale tests

Fire Protection using Intumescent Paints

Intumescence coatings are widely used in the *fire protection* of *steel structures* in building and may find application in *various sectors*



Small scale tests



Quartz windows

Two 20kW burners

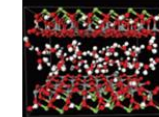
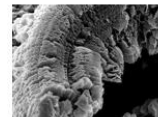


Small furnace test:

Development of furnace at the lab scale able to provide Time/Temperature curves according to the usual standards (e.g. UL 1709, ISO 834 ...)

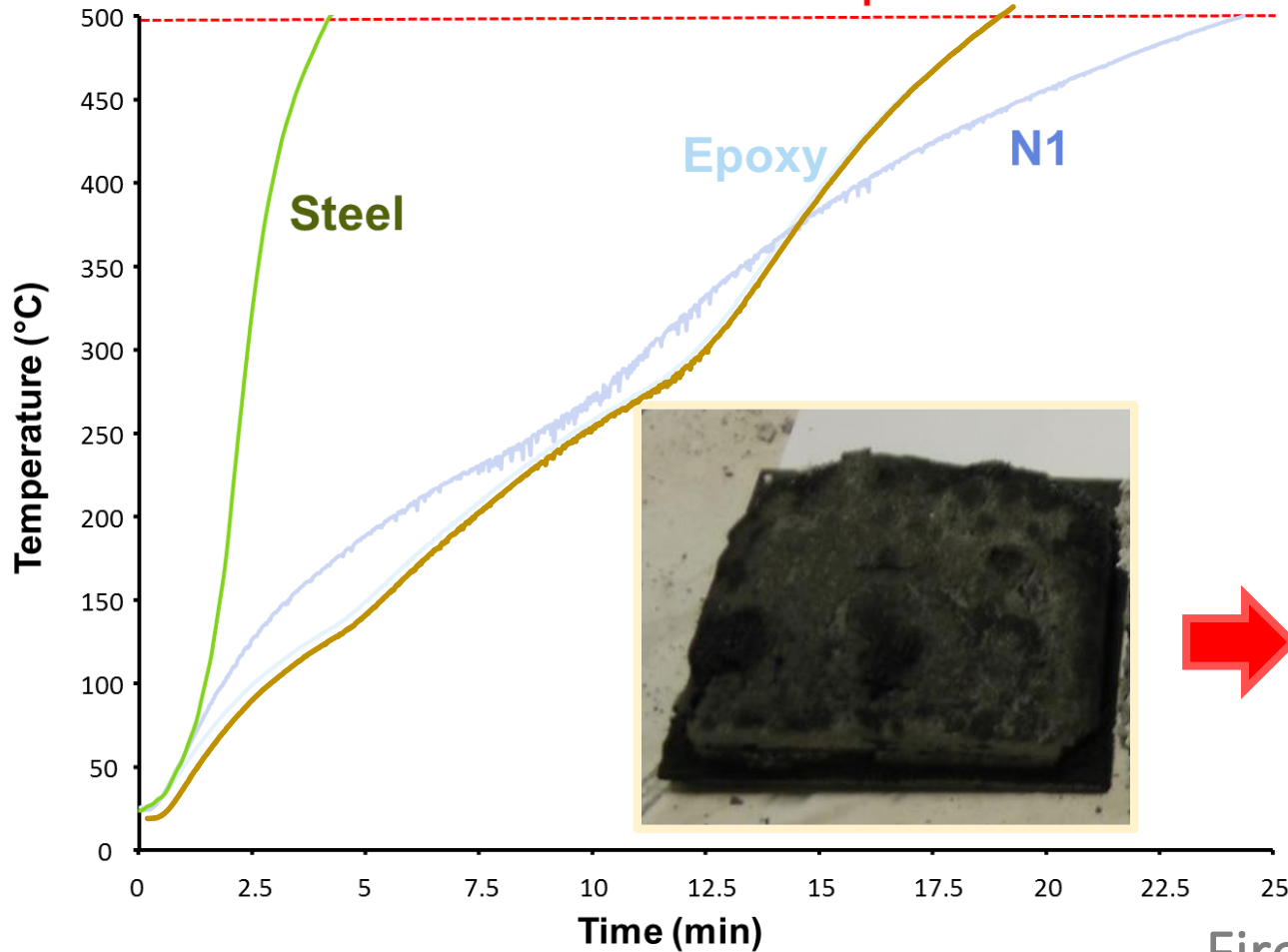
Silicone-based intumescent coatings

Silicone formulation	N1 –intumescent coating
Silicone matrix	56%
Expandable graphite	25%
Calcium carbonate	12%
Clay	7%



Small scale tests

Temperature of failure = 500°C

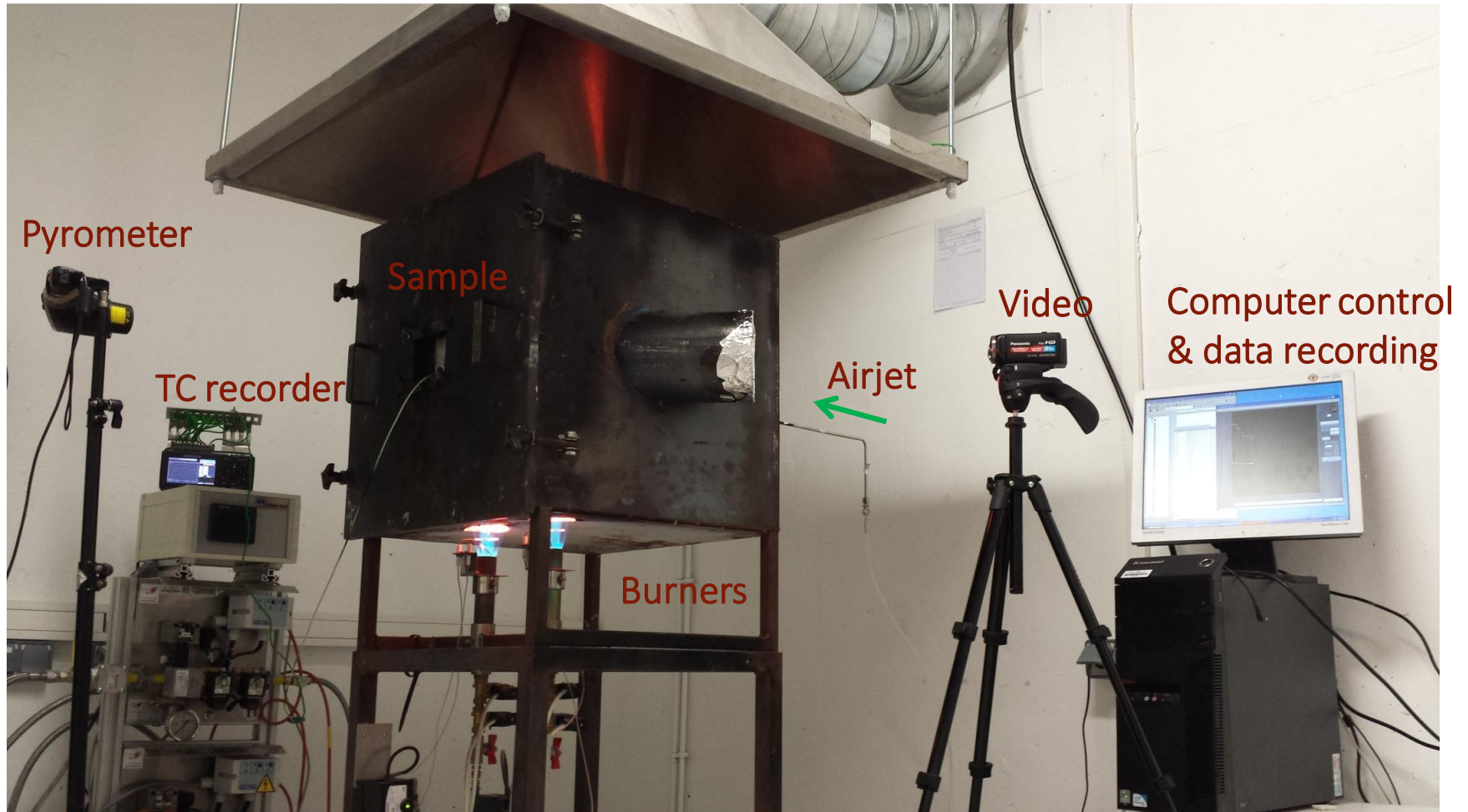


N1 vs. Epoxy: higher performance for N1 (25 min vs. 18 min for N1 vs. Epoxy)



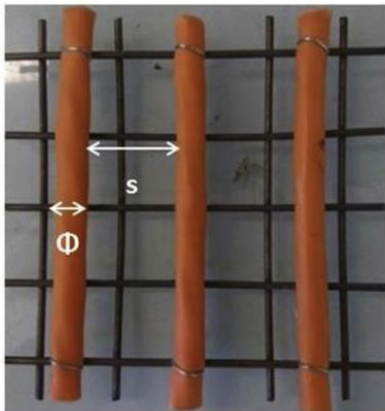
Fire protection: UL 1709

Char strength in situ: set-up (in reality)



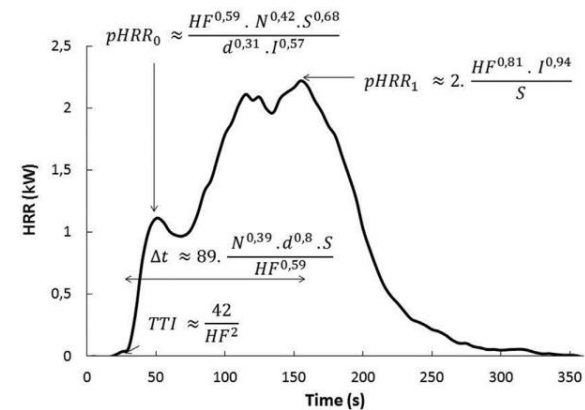
Passage d'échelles – quelles problématiques?

- Effet de structure
 - Exemple des câbles
 - Petite échelle : test sur la gaine
 - Echelle intermédiaire : test sur la gaine ou tronçon de câble
 - Grande échelle : câble



Paramètres étudiés

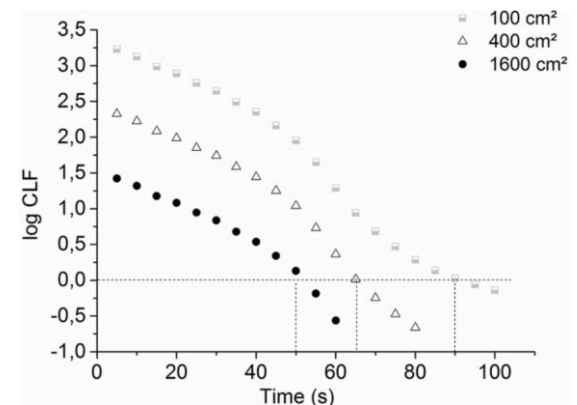
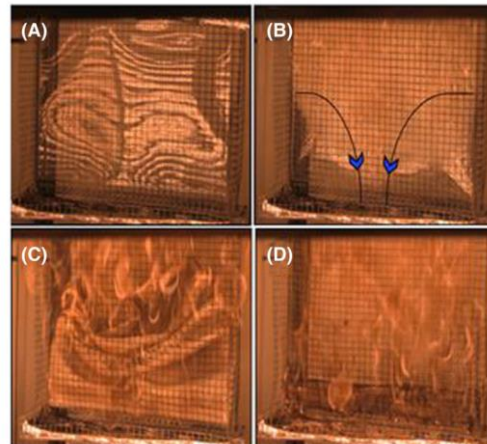
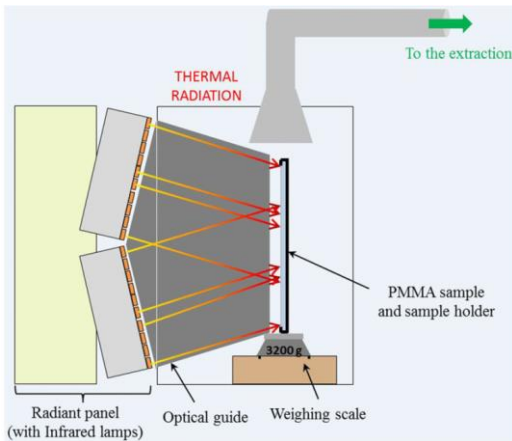
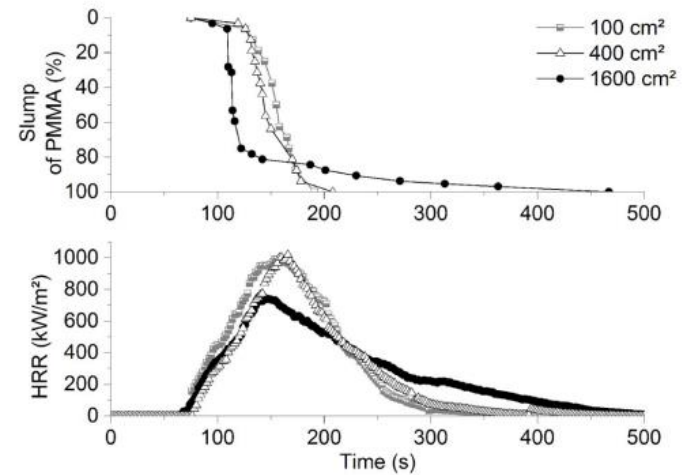
- HF : flux incident
- N : nombre de câbles
- d : densité de câbles
- S : épaisseur de gaine
- I : quantité d'isolant



$$Y_{num}(a, \alpha, \beta, \gamma, \delta, \epsilon) = a HF^{*\alpha} \cdot N^{*\beta} \cdot d^{*\gamma} \cdot S^{*\delta} \cdot I^{*\epsilon} (a, \alpha, \beta, \gamma, \delta, \epsilon) \epsilon R^6$$

Passage d'échelles – quelles problématiques?

- Effet de structure
 - Exemple de plaques
 - Phénomène d'effondrement



C. Vincent, S. Corn, C. Longuet, L. Aprin, G. Rambaud, L. Ferry, Fire Safety Journal, 108, 102850-102859, 2019

Passage d'échelles – quelles problématiques?

- Effet d'assemblage
 - Exemple de plaques

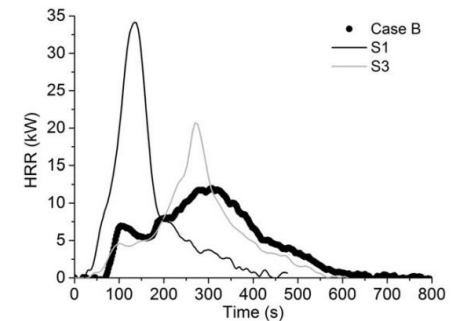
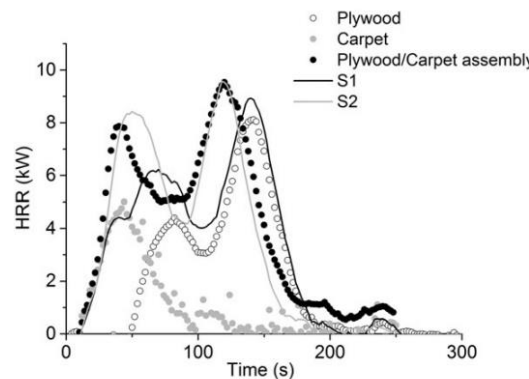
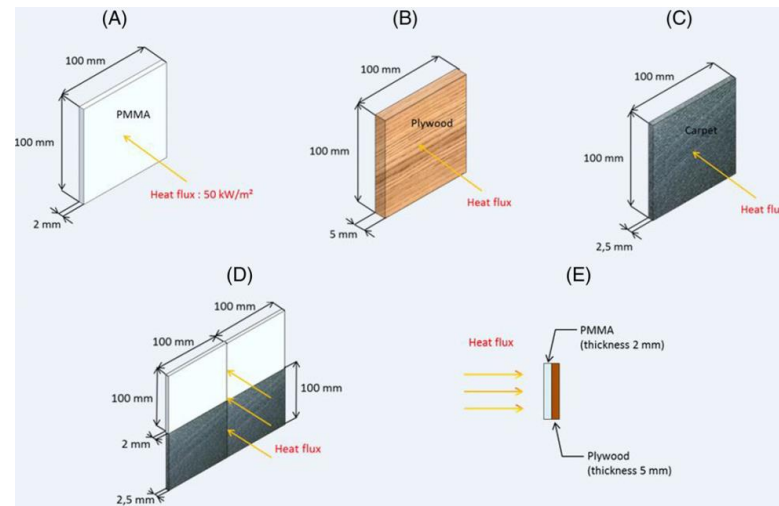
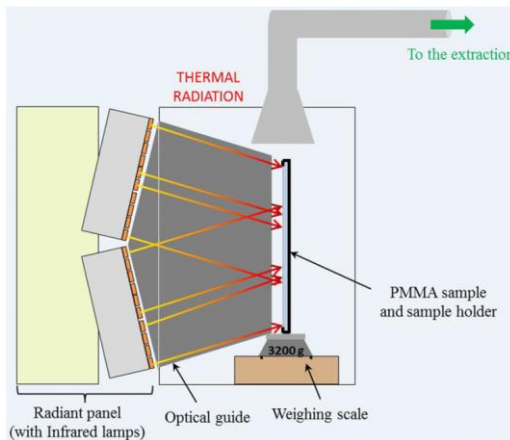
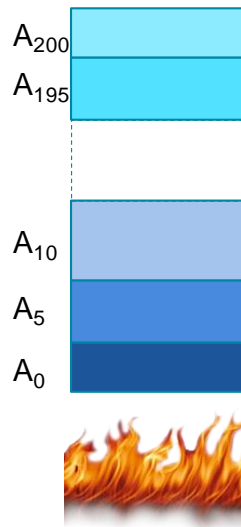


FIGURE 11 Comparison between heat release rates function of time for thermal degradation of PMMA, plywood (thickness 5 mm), and case B

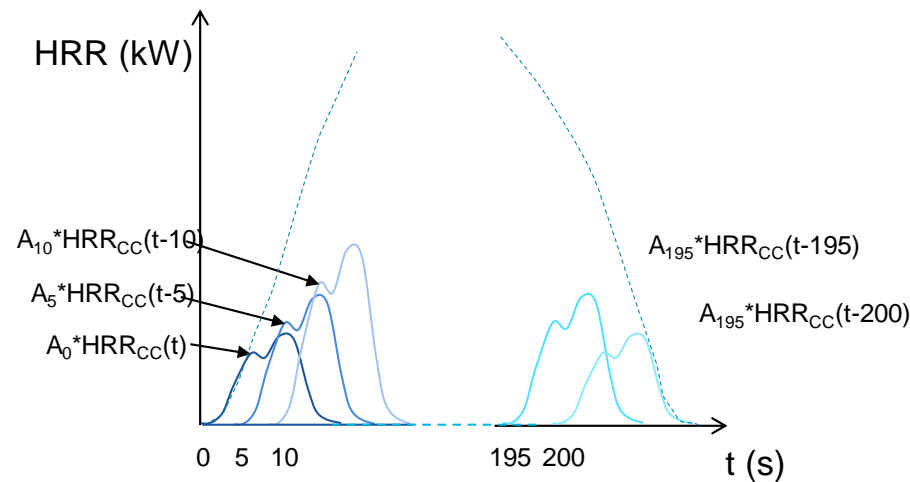
C. Vincent, C. Longuet, L. Aprin, L. Ferry, G. Rambaud, *Fire and Materials*, 42, 627-637, 2018

Passage d'échelles – Modélisation

- Corrélation cône/SBI – outil Conetools
 - Le HRR à l'essai SBI (HRR_{SBI}) est supposé résulter de la somme de contribution élémentaire de portion de structure.
 - Chaque portion de structure à un débit calorifique identique à celui mesuré au cône calorimètre (HRR_{CC}) à une irradiance de 40 kW/m^2 sur un élément de même nature mais
 - décalé dans le temps (d'un temps τ), ceci afin de traduire le phénomène de propagation
 - pondéré par un facteur A_τ qui correspond à l'aire de la portion de structure qui commence à brûler après un temps τ .



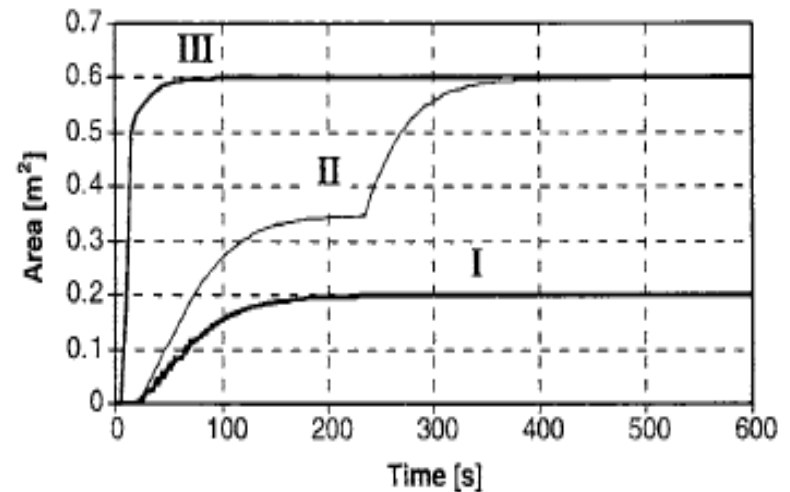
$$HRR_{SBI}(t) = \sum_{\tau=0}^{\tau=200} A_\tau HRR_{CC}(t-\tau)$$



Passage d'échelles – Modélisation

- Loi de surface brûlée
 - t_0 correspond au temps d'ignition, il est déterminé comme le temps au bout duquel le HRR dépasse 25 kW/m^2 .
 - A_{max} correspond à la surface maximale impliquée dans la combustion.
- 3 catégories de matériaux distinguées
 - I : la surface suit une loi exponentielle et atteint une valeur maximale de $0,2 \text{ m}^2$. Ce comportement est caractéristique des matériaux ayant une faible combustibilité
 - II : la surface évolue en 2 temps avec un premier plateau à $0,35 \text{ m}^2$ et un second plateau à $0,6 \text{ m}^2$
 - III : la surface suit une loi exponentielle et atteint une valeur maximale de $0,6 \text{ m}^2$. Ce comportement est caractéristique des matériaux ayant une forte aptitude à la propagation de flamme

$$A_{\text{HRR,eff}}(t) = A_{\text{max,HRR}} \left[1 - \left(1 + \frac{t - t_0}{2} \right) \exp \left(- \frac{t - t_0}{2} \right) \right]$$



Passage d'échelles – Modélisation

- Comment savoir à quelle catégorie appartient le matériau testé ?
 - Différents paramètres sont mesurés au cône
 - x_1 = Densité
 - x_2 = THR₃₀₀
 - x_3 = ln (HRR_{max})
 - x_4 = ln (SPR_{max})
 - x_5 = FIGRA_{CC}
 - Une analyse statistique multivariable a permis de déterminer un ensemble de fonctions linéaires de Fisher caractéristiques des comportements (I, II ou III)

$$F_I = x_1 0.02706 - x_2 2.401 + x_3 48.444 - x_4 16.285 - x_5 10.861 - 92.211$$

$$F_{II} = -x_1 0.001897 - x_2 1.636 + x_3 38.132 - x_4 5.681 - x_5 6.159 - 63.524$$

$$F_{III} = -x_1 0.00310 - x_2 1.869 + x_3 43.957 - x_4 1.670 - x_5 5.616 - 87.240$$

→ Le matériau suit le comportement (I, II ou III) pour lequel la fonction de Fisher donne le meilleur résultat

Passage d'échelles – Modélisation

- Résultats Obtenus par A. Steen Hansen

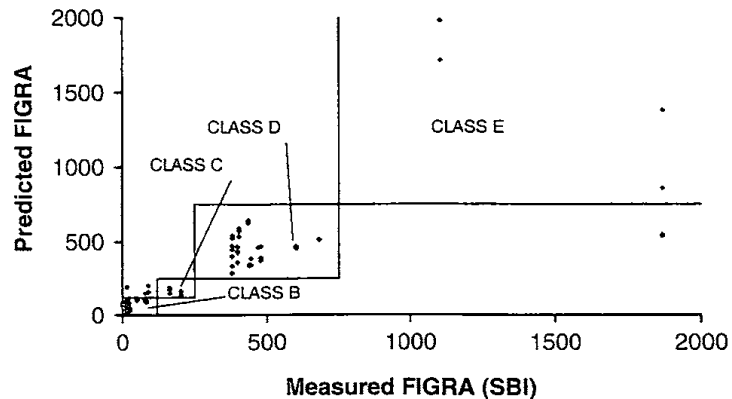


Figure 6. $FIGRA_{0,2MJ}$ values predicted from cone calorimeter tests versus $FIGRA_{0,2MJ}$ values calculated from SBI test results for 100 single cases. The heavy lines show the $FIGRA$ criteria limits for classes B, C, D and E.

A. Steen Hansen, Fire Mater. 2002; 26: 87–97

Passage d'échelles – Modélisation

• Comportement au feu de chemin de câbles



Petite échelle (Alès)

- Echantillon de câbles
- Propriétés thermiques du matériau
- Loi d'inflammation

$$k; \rho; c_p; T_{infl}; \dot{q}''_{crit}$$



$$t_{ig}$$

R. Meinier, R. Sonnier, L. Ferry, P. Zavaleta, S. Suard,
Journal of Hazardous Materials, 342, 306-316, 2018



Echelle intermédiaire (IRSN)

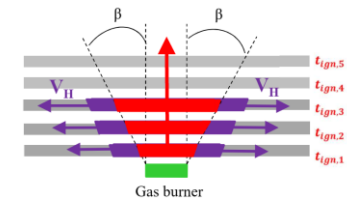
- Un chemin de câbles
- Loi d'inflammation et de propagation



$$t_{ig}; V_H$$

Modélisation

- Implémentation dans FLASH-CAT



Grande échelle (IRSN)

- Plusieurs chemins
- Données macroscopiques sur le feu



$$\dot{Q}(t)$$

Conclusion

- Importance de l'approche multi-échelle pour
 - Analyser et modéliser les mécanismes élémentaires impliqués dans un scénario incendie
 - Gagner du temps dans la conception des matériaux
- Problèmes associés au changement d'échelle
 - Approche empirique
 - Reproduire des conditions aux limites et des phénomènes semblables aux différentes échelles
 - Déterminer les lois d'échelle
 - Approche par modélisation
 - Complexité des modèles
 - Difficulté à fournir des données d'entrée fiables