



## Influence du design et des conditions de ventilation sur le comportement au feu des matériaux et sur la précision de la mesure au cône calorimètre à atmosphère contrôlée.

*Damien MARQUIS & Eric GUILLAUME*

**MESURES  
& RÉFÉRENCES**

Cles de la COMPÉTITIVITÉ  
et d'un MONDE PLUS SÛR

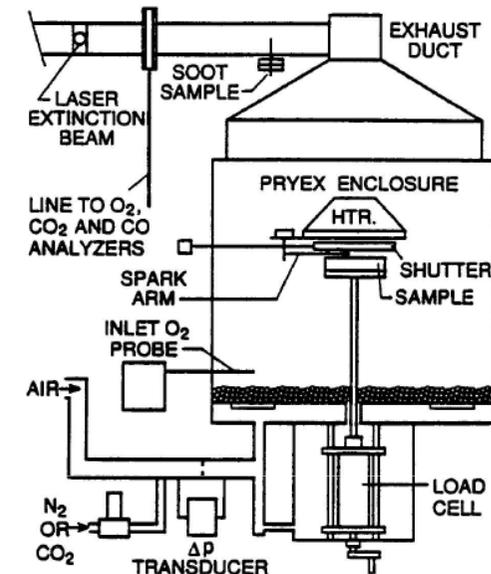
Laboratoire national de métrologie et d'essais

## Cône calorimètre à atmosphère contrôlée (CCAC).

- ▶ Développé par Mulholland *et al.* (1991) <sup>[1]</sup> au NIST (EU).

Objectifs : Etudier l'influence de la concentration d'oxygène et de l'éclairement énergétique sur la réaction au feu de matériaux polymères ou de liquides.

- ▶ Environnement sur-oxygéné ;
- ▶ Environnement bien ventilé ;
- ▶ Environnement vicié ou anoxique.



Appareil développé au NIST.  
Mulholland *et al.* (1991) <sup>[1]</sup>

## Référence

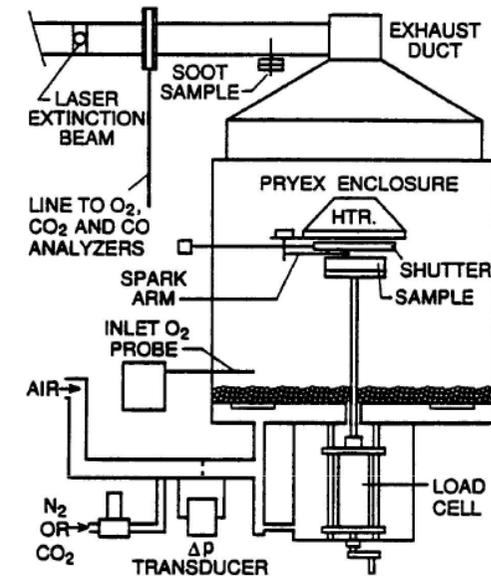
[1] Mulholland, G., Twilley, W., Babrauskas V., Janssens, M., Yusa S., 1991. The effect of oxygen concentration on CO and smoke produced by flames, Proceeding of the Third international symposium of Fire safety science, Edimburg UK, pp.585-594



## Remarques:

- ▶ Aucune harmonisation internationale ou norme sur le banc d'essai et le protocole
- ▶ La conception du banc et le protocole d'essai évoluent d'un laboratoire à l'autre

Différences pouvant affecter l'exactitude de la mesure <sup>[a]</sup> (justesse <sup>[b]</sup> et fidélité <sup>[c]</sup>).  
Comparaison entre les résultats de la littérature difficile.



Appareil développé au NIST.  
Mulholland et al. (1991) <sup>[1]</sup>

## Définitions issues de la norme ISO 5725-1 (1994)

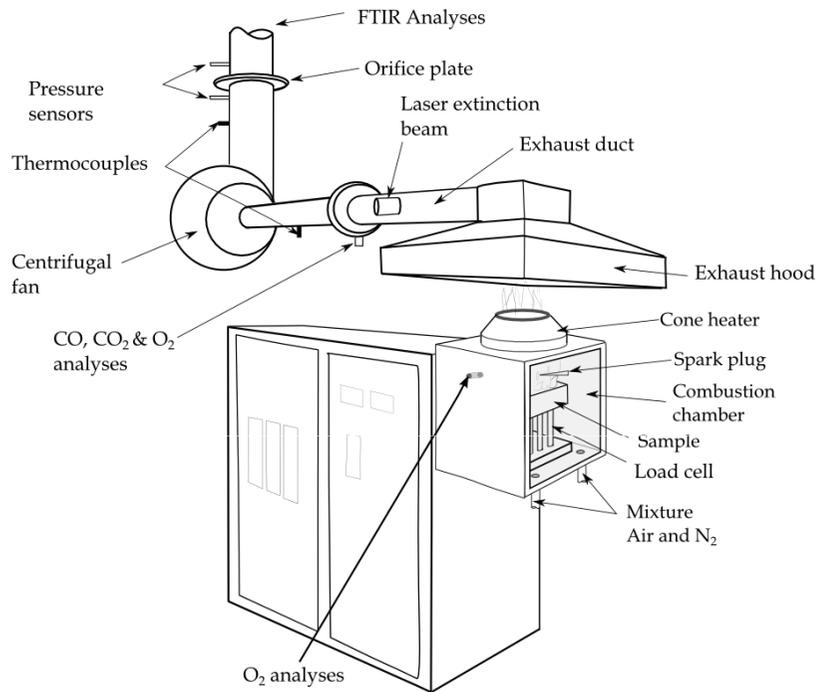
[a] EXACTITUDE : Etreteesse de l'accord entre le résultat d'essai et la valeur de référence acceptée

[b] JUSTESSE : Etreteesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée

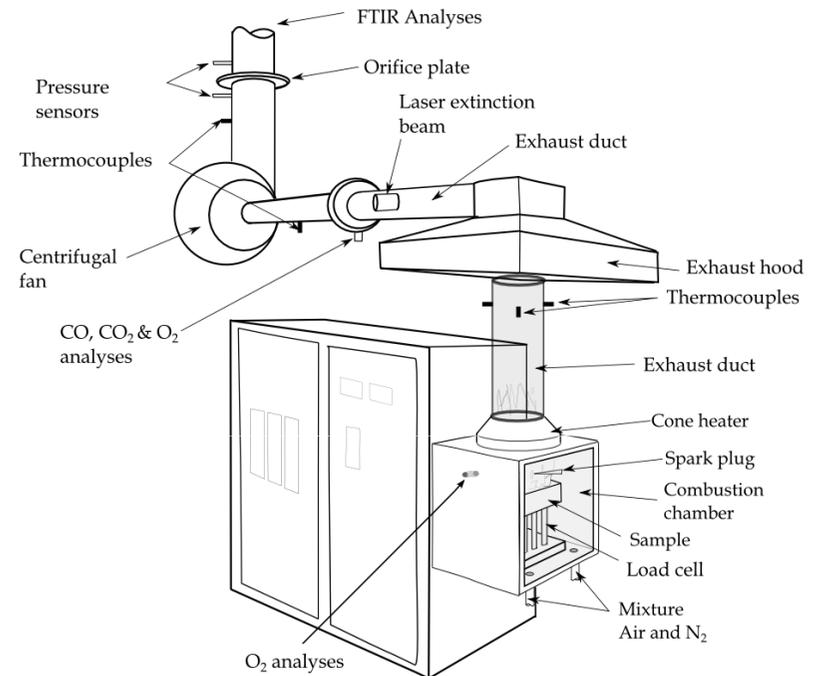
[c] FIDELITE : Etreteesse d'accord entre des résultats d'essais indépendants obtenus sous des conditions stipulées



## Conception du banc sans connexion directe



Equipement sans cheminée



Equipement avec cheminée

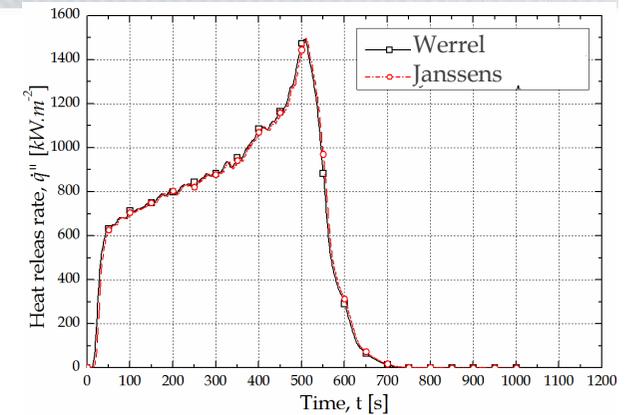


# Calcul du taux de dégagement de chaleur

## Approche de Janssens<sup>[2]</sup> (utilisée dans la norme ISO 5660-1) : Conception avec connexion directe

- ▶ Equation basée sur l'analyse des gaz ( $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ) et sur la consommation d'oxygène.

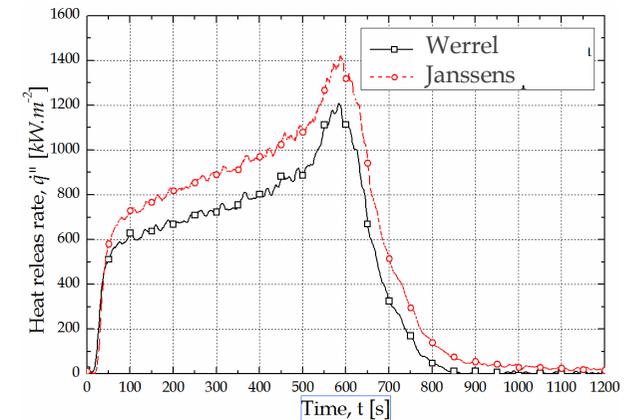
Ne convient pas pour une conception sans connexion directe



$X_{\text{O}_2} : 21 \text{ vol\%}$

## Approche de Werrel<sup>[3,4]</sup> : Conception sans connexion directe

- ▶ En raison de la configuration, les gaz de combustion sont dilués avec l'air du laboratoire.
- ▶ Cette dilution modifie la ligne de base lors de la mesure de  $\text{O}_2$  ainsi que les facteurs d'expansion des gaz.



$X_{\text{O}_2} : 15 \text{ vol\%}$

## Références

- [2] Janssens, M., 1991. Measuring rate of heat release by oxygen consumption. *Fire Technology* 27, pp. 234-249
- [3] Werrel, M., 2011. Systematisch charakterisierung der materialspezifischen verbrennungsdynamik im cone Kalorimeter in Abhängigkeit einer sauerstoffreduzierten verbrennungsatmosphäre. *Msc Thesis - University of Wuppertal* (Germany)
- [4] Werrel, et al. (2013) The calculation of the heat release rate by oxygen consumption in a controlled-atmosphere cone calorimeter. *Fire and Materials*. <http://dx.doi.org/10.1002/fam.2175> (Online)



## Périmètre de l'étude :

- ▶ Influence du design dans des conditions bien ventilées (éclairage énergétique)
- ▶ Influence du design dans des conditions sous ventilées (concentration en dioxygène)
- ▶ Influence de concentration d'oxygène sur le changement du régime de combustion
- ▶ Influence de la ventilation sur la viciation de l'atmosphère
- ▶ Influence de la hauteur de la cheminée

~ 200 essais réalisés

## Matériau :

- ▶ Poly(méthyl)méthacrylate (PMMA) noir synthétisé par polymérisation radicalaire

- **Fournisseur :** VACOUR
- **Masse volumique :**  $(1214.3 \pm 61) \text{ kg.m}^{-3}$
- **Dimensions:**  $(100 \pm 2) \text{ mm}$  de large et  $(14 \pm 1) \text{ mm}$  d'épaisseur
- **Masse:**  $(170 \pm 10) \text{ g}$

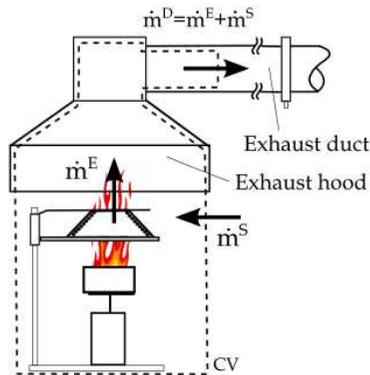


## Influence de la conception du banc en atmosphère bien ventilée

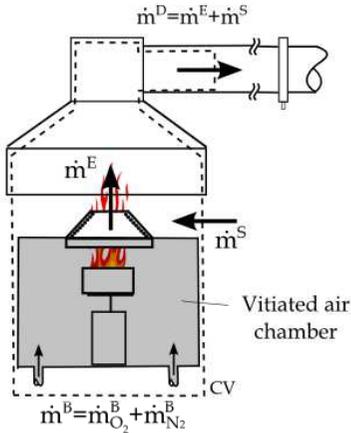


# Conceptions testées

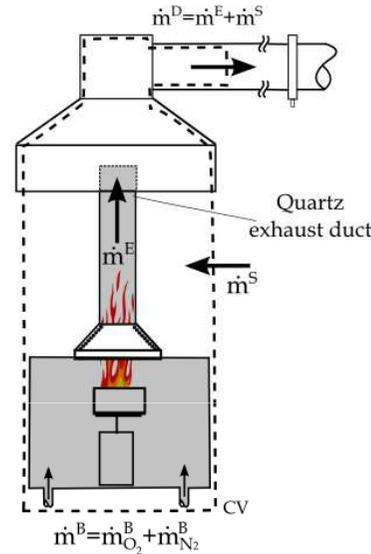
Cône calorimètre standard



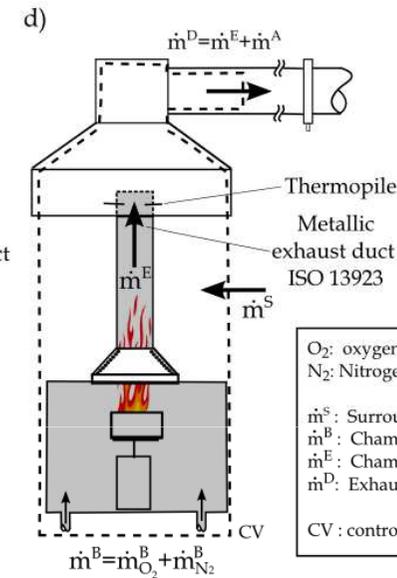
Cône calorimètre à atmosphère contrôlée



Cône calorimètre à atmosphère contrôlée avec une cheminée en quartz



Cône calorimètre à atmosphère contrôlée avec une cheminée métallique (ISO 13923)



$O_2$ : oxygen  
 $N_2$ : Nitrogen  
 $\dot{m}^S$ : Surrounding mass flow rate  
 $\dot{m}^B$ : Chamber mass flow rate  
 $\dot{m}^E$ : Chamber exhaust mass flow rate  
 $\dot{m}^D$ : Exhaust dust mass flow rate  
 CV : control volume

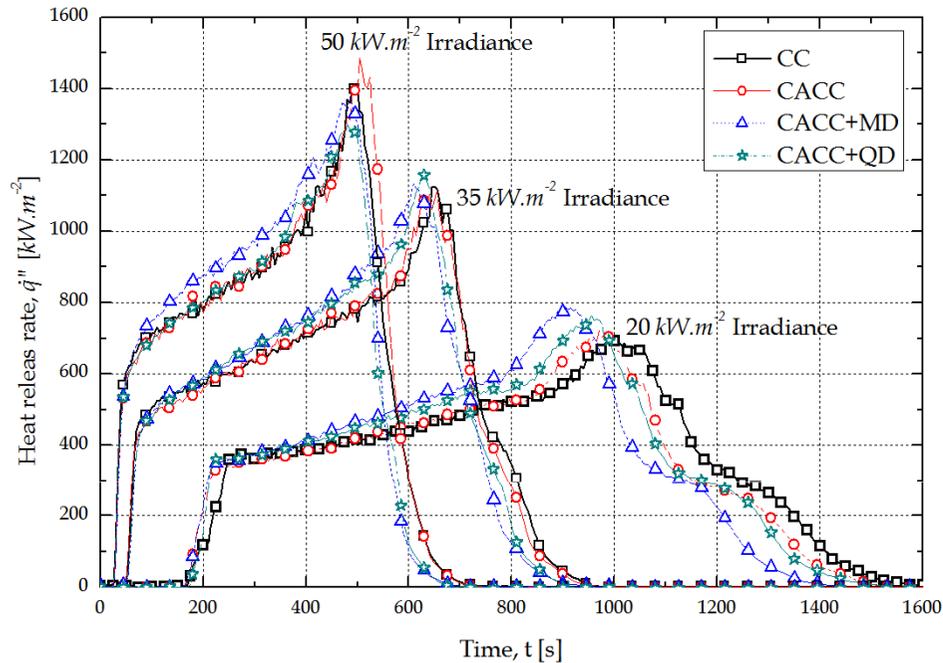
**Eclairement énergétique : 20, 35 & 50 kW.m<sup>-2</sup>**

**Concentration en dioxygène : Atmosphère ambiante (21 vol%)**

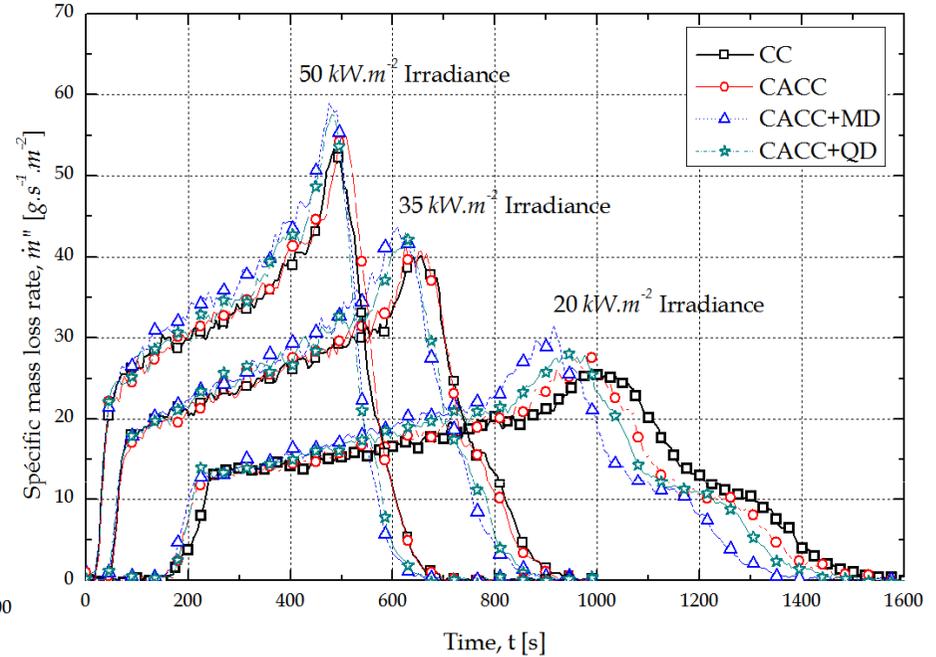
**Débit volumique d'air injecté : 160 L.min<sup>-1</sup>**



## Taux de dégagement de chaleur



## Vitesse de perte de masse



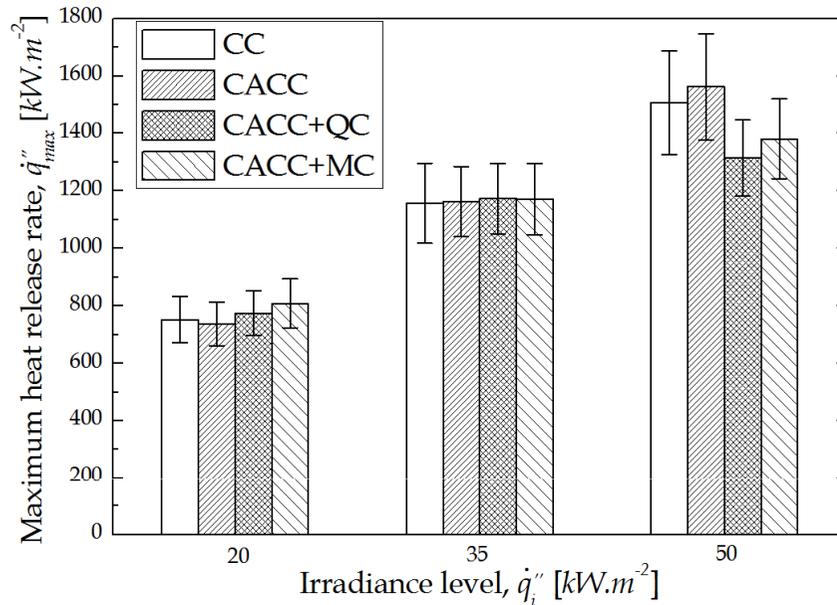
- ▶ Résultats très proches
- ▶ Différences plus importantes pour les faibles éclairagements énergétiques.

## Abréviations

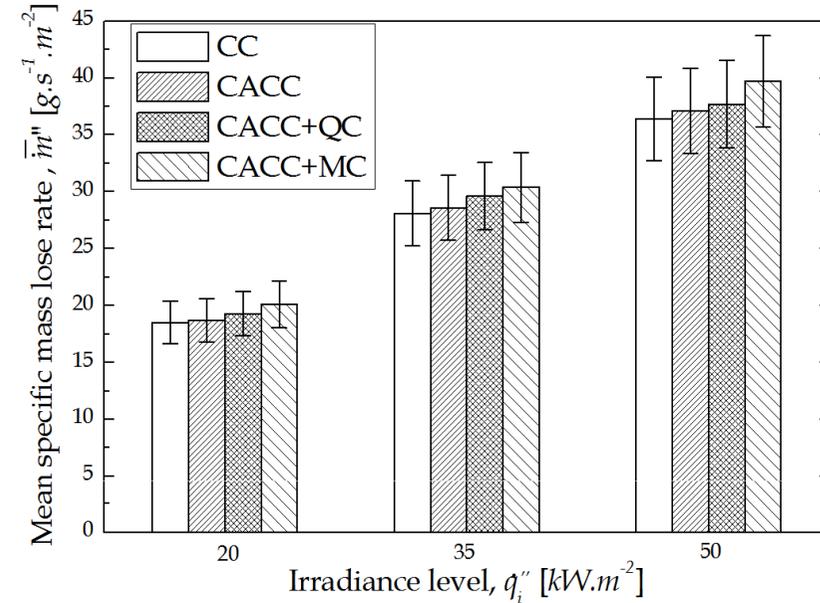
CC : Cone calorimeter  
CACC: Controlled atmosphere cone calorimeter  
CACC+QD : Controlled atmosphere cone calorimeter with quartz chimney  
CACC+MD : Controlled atmosphere cone calorimeter with metallic chimney



## Taux de dégagement de chaleur



## Vitesse de perte de masse



- Ecart observé négligeable en considération des incertitudes expérimentales.
- Aucune influence de la conception sur l'exactitude des mesures en atmosphère bien ventilée

### Abréviations

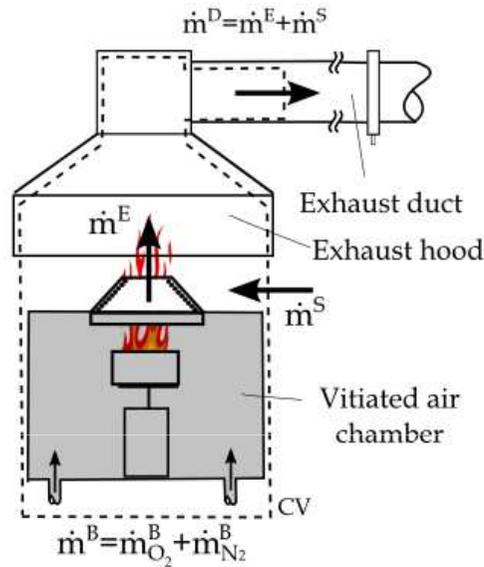
CC : Cone calorimeter  
 CACC: Controlled atmosphere cone calorimeter  
 CACC+QC : Controlled atmosphere cone calorimeter with quartz chimney  
 CACC+MD : Controlled atmosphere cone calorimeter with metallic chimney



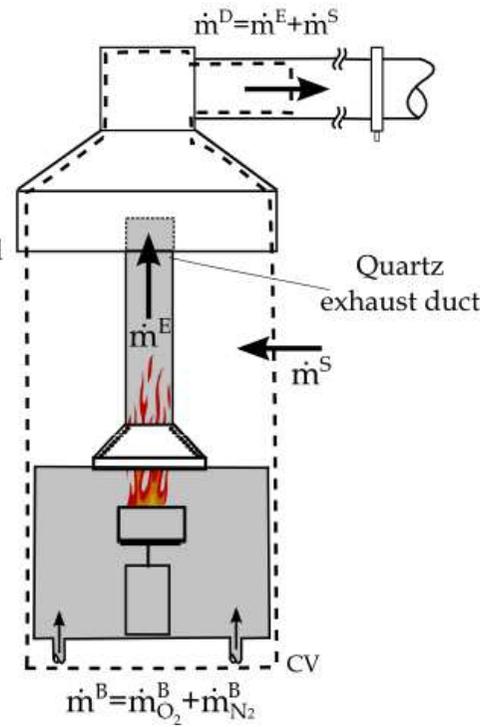
## Influence de la conception du banc en atmosphère sous ventilée



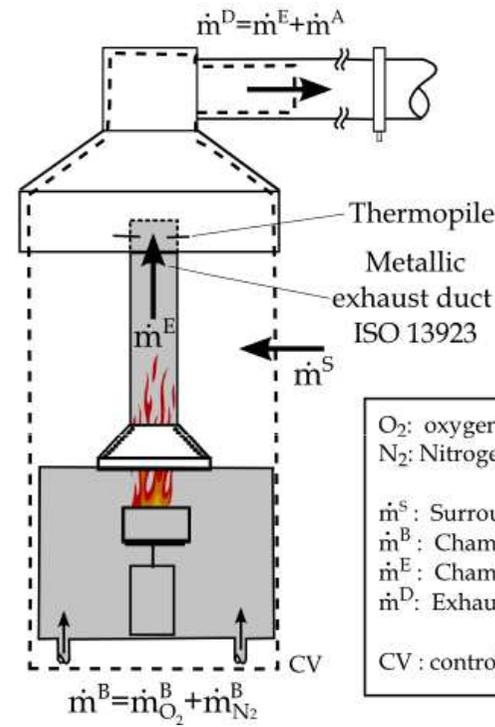
Cône calorimètre à atmosphère contrôlée



Cône calorimètre à atmosphère contrôlée avec une cheminée en quartz



Cône calorimètre à atmosphère contrôlée avec une cheminée métallique



O<sub>2</sub>: oxygen  
N<sub>2</sub>: Nitrogen

$\dot{m}^S$ : Surrounding mass flow rate  
 $\dot{m}^B$ : Chamber mass flow rate  
 $\dot{m}^E$ : Chamber exhaust mass flow rate  
 $\dot{m}^D$ : Exhaust dust mass flow rate

CV : control volume

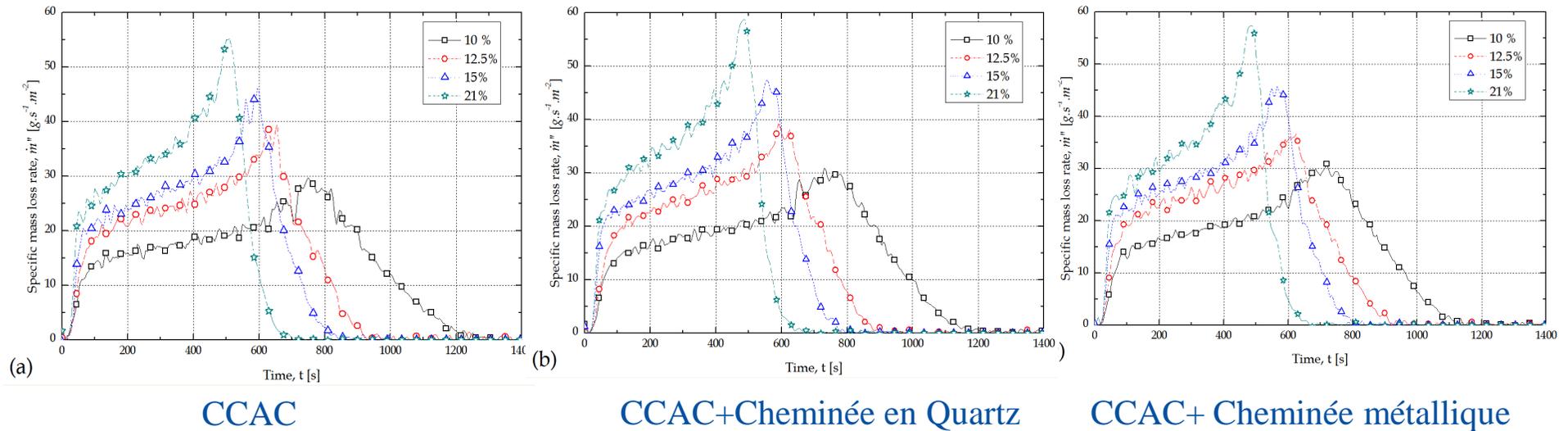
**Concentration en dioxygène : 10, 15, 12.5 & 21 vol%**

**Eclairement énergétique : 50 kW.m<sup>-2</sup>**

**Débit volumique d'air injecté : 160 L.min<sup>-1</sup>**



## Vitesse de perte de masse

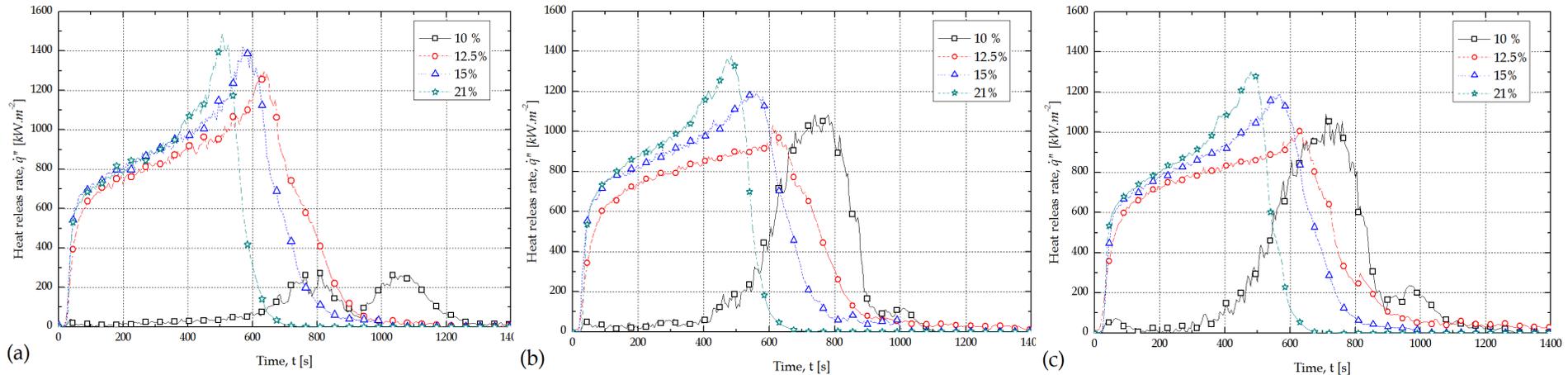


- ▶ MLR dépendant de la concentration en dioxygène
- ▶ Cinétiques et maxima - à  $X_{O_2}$  donnée - identiques entre les conceptions

Aucune différence sur le comportement en phase condensée



## Taux de dégagement de chaleur



CCAC

CCAC+Cheminée en Quartz

CCAC+Cheminée métallique

►  $X_{\text{O}_2} > 12.5 \text{ vol}\%$ : Phénomène de post oxydation des produits gazeux plus important pour le CACC (sans cheminée) :

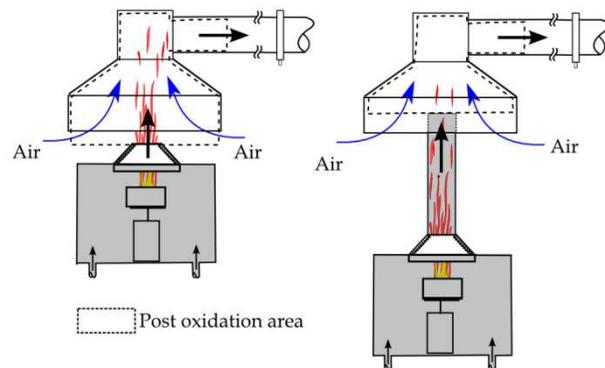
➡ favorise la dilution et augmente la surface d'échange

► A 10  $\text{vol}\%$  en  $\text{O}_2$ : Evolution radicale du comportement

Différences significatives sur le comportement en phase gazeuse



$X_{O_2}$  [21vol% -12.5 vol%]



**Combustion avec flamme de diffusion à la surface de l'échantillon**

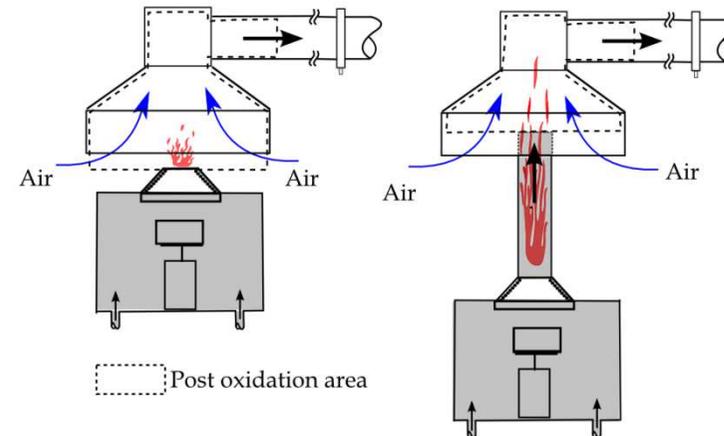
**CCAC:**

- ▶ Réaction des gaz combustibles avec l'oxygène de l'air du laboratoire en sortie de la chambre de combustion

**CCAC+cheminée :**

- ▶ Augmentation du volume de l'enceinte et les temps de parcours
- ▶ Homogénéisation du mélange gazeux
- ▶ Réduction des phénomènes de post oxydation (dilution et surface d'échange)

$X_{O_2} = 10 \text{ vol\%}$



**Combustion avec flamme de pré-mélange**  
**Mélange proche de la LFL**

**CCAC:**

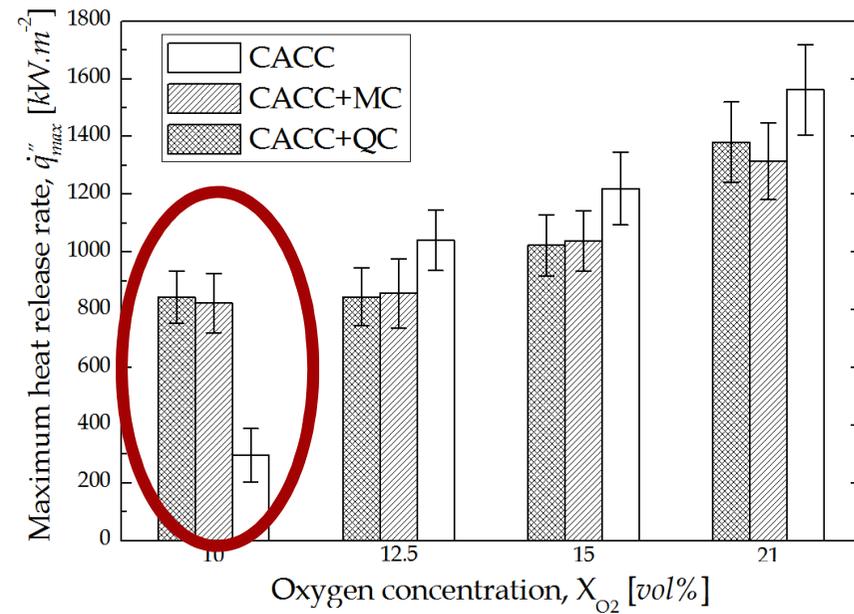
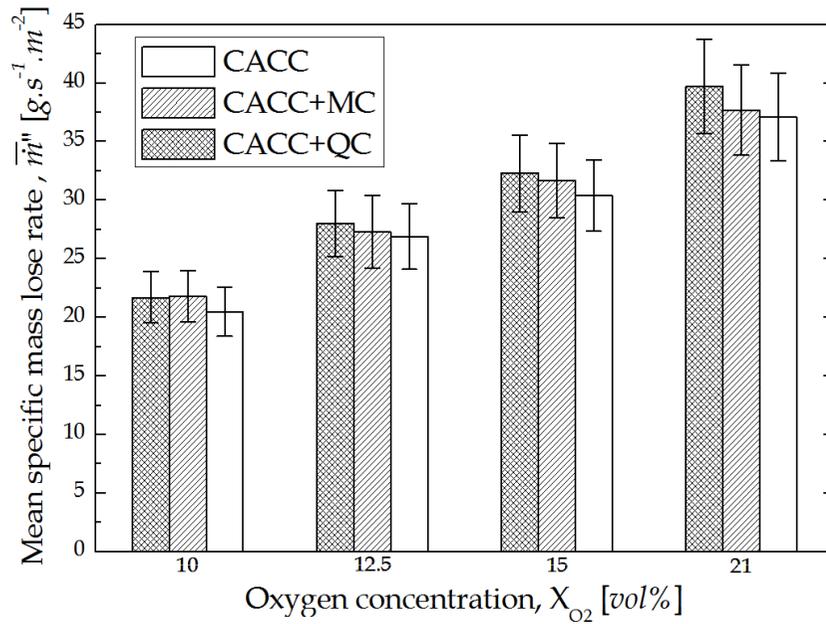
- ▶ Transition dans le régime de combustion avec apparition de point flash
- ▶ Flamme « soufflée » par l'air du laboratoire.

**CCAC+cheminée:**

- ▶ Flamme de pré-mélange dans la cheminée.
- ▶ Flamme trop éloignée pour affecter thermiquement l'échantillon et donc sa décomposition.



# Résultats sous atmosphère sous ventilée

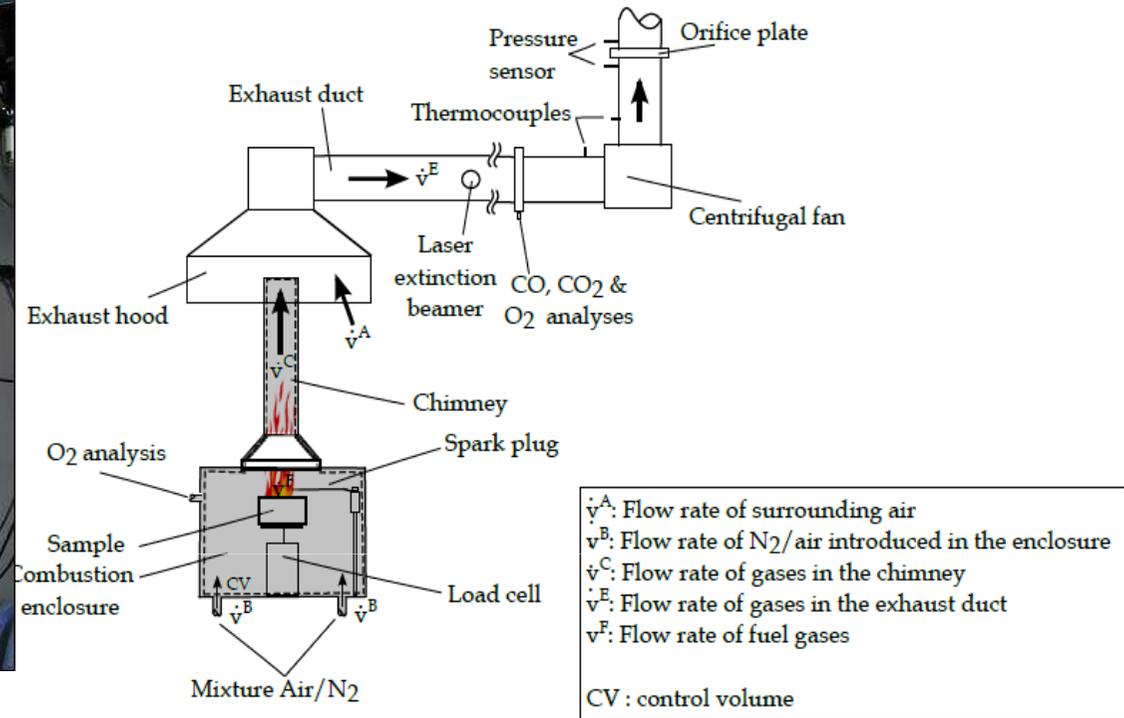


L'analyse statistique réalisée selon l'ISO 5725-2 montre que des différences sont observées entre les conceptions



# Influence de la ventilation sur la viciation de l'atmosphère





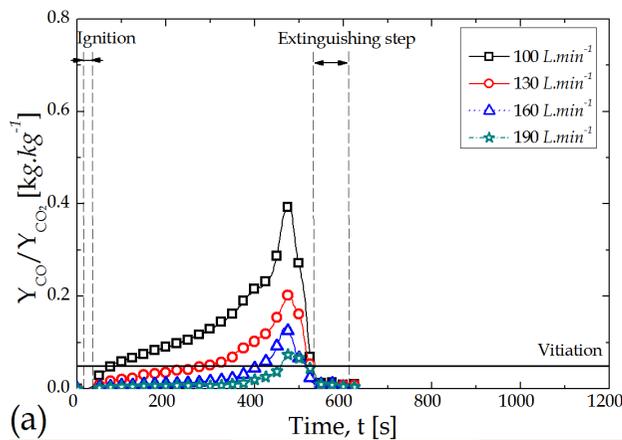
**Débit volumique d'air injecté : 100, 130, 160 & 190  $L.min^{-1}$**

**Concentration en dioxygène : 10, 15, & 21 vol%**

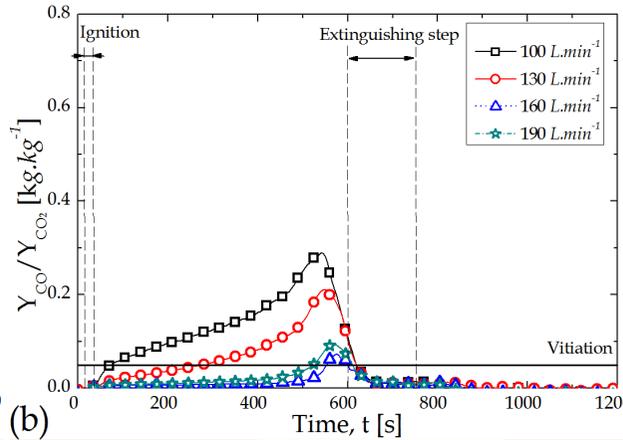
**Eclairement énergétique : 50  $kW.m^{-2}$**



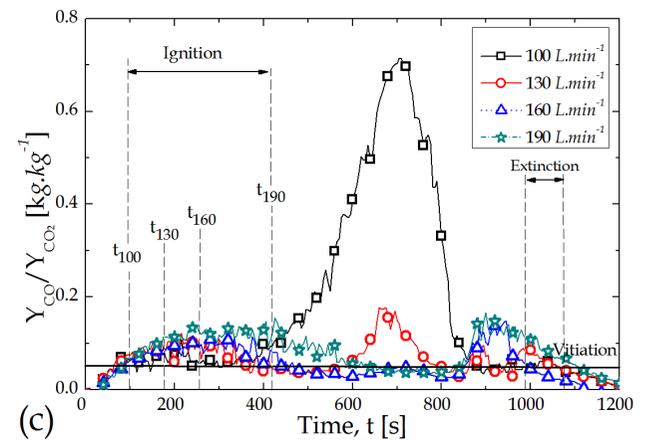
## CO/CO<sub>2</sub>



$X_{O_2} : 21\% O_2$



$X_{O_2} : 15\% O_2$



$X_{O_2} : 10\% O_2$

### $X_{O_2} > 15 \text{ vol}\%$

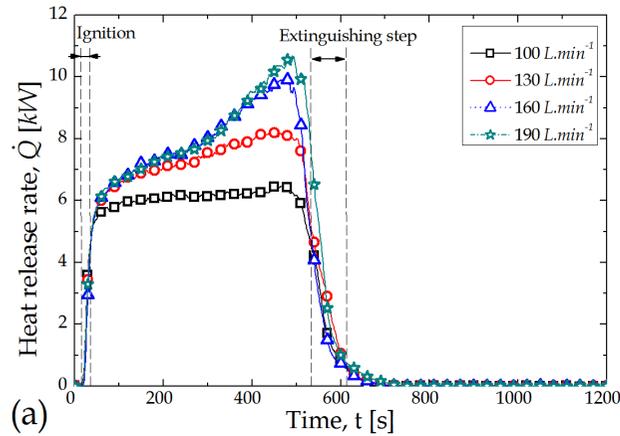
- ▶ Débit d'air  $< 160 \text{ L.min}^{-1}$  : quantité d' $O_2$  trop faible, viciation de l'atmosphère (entraîne un biais sur la mesure)
- ▶ Débit d'air  $> 160 \text{ L.min}^{-1}$  : convergence des résultats

### $X_{O_2} = 10 \text{ vol}\%$

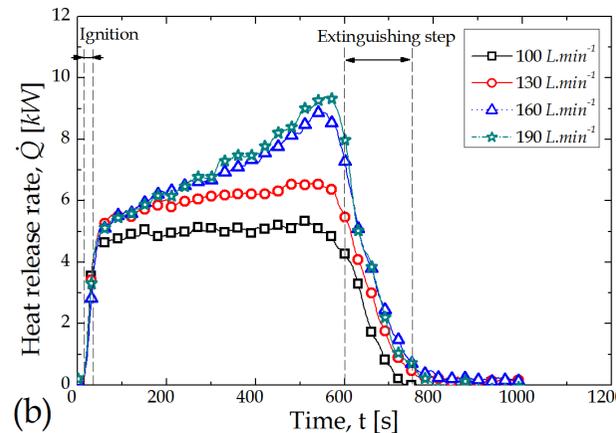
- ▶ Proche de la valeur critique d'oxygène pour le PMMA



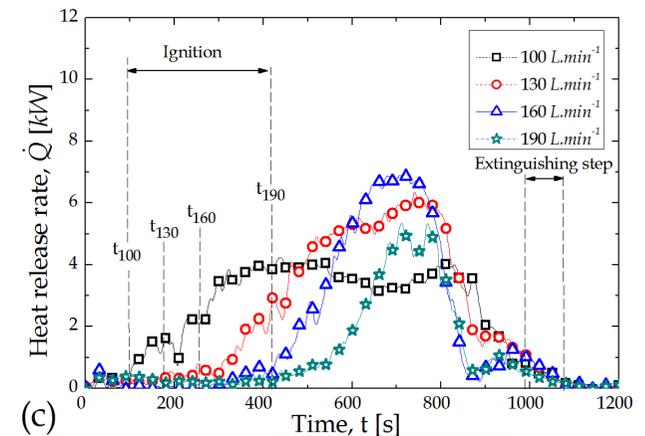
## Taux de dégagement de chaleur



$X_{O_2} : 21\% O_2$



$X_{O_2} : 15\% O_2$



$X_{O_2} : 10\% O_2$

### $X_{O_2} > 15 \text{ vol}\%$

- ▶ Débit d'air  $< 160 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  : quantité d' $O_2$  trop faible, impact significatif sur le HRR
- ▶ Débit d'air  $> 160 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  : convergence des résultats

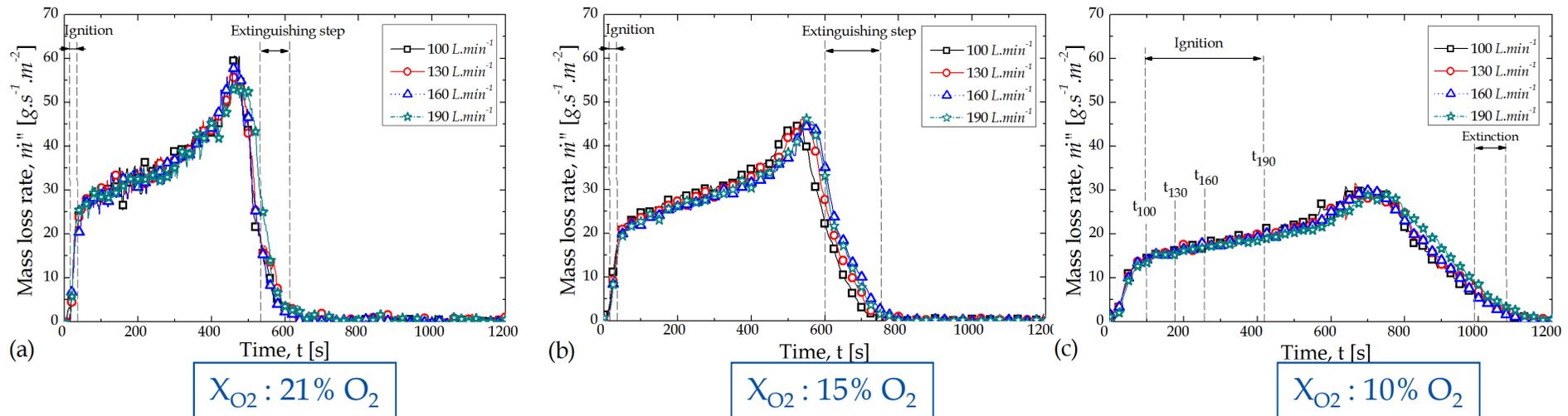
Débit critique de 160 L/min

### $X_{O_2} = 10 \text{ vol}\%$

- ▶ Inflammation du mélange retardée
- ▶ Jusqu'à  $160 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  : Augmentation du  $\text{HRR}_{\text{max}}$
- ▶ Débit d'air  $> 160 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  : Diminution du  $\text{HRR}_{\text{max}}$  (tendance à « souffler » la flamme)



## Vitesse de perte de masse



- ▶ Aucun influence du débit d'air sur la phase solide
- ▶ Modification possible du comportement en modifiant l'entrée d'air ou l'orientation de l'échantillon
- ▶ Absence d'influence du débit d'air sur le rayonnement de la flamme à la surface de l'échantillon pour  $X_{O_2}$  donnée : variation du HRR mais pas de la MLR



# Conclusions et perspectives (1)

- ▶ Le CACC n'est pas normalisé et la conception change d'un laboratoire à l'autre.
- ▶ Ces modifications peuvent affecter la réaction au feu du produit testé ainsi que l'exactitude de la mesure

## En atmosphère bien ventilée :

- ▶ Pas d'écart sur l'exactitude de la mesure entre les dispositifs (en considérant les incertitudes expérimentales)

## En atmosphère sous ventilée :

- ▶ la conception du banc a une influence significative sur la réaction au feu du produit et sur son exactitude (en particulier à 10% pour ce matériau)

**La conception sans cheminée semble inappropriée pour étudier les phénomènes en phase gazeuse à faible concentration en dioxygène.**

## Références

- D Marquis, E. Guillaume & A. Camillo, *Effects of oxygen availability on the combustion behaviour of materials in a controlled atmosphere cone calorimeter*, 11th international Symposium on Fire safety science, Février, 2014, Canterbury (Nouvelle Zélande)
- D Marquis & E. Guillaume, *Accuracy (trueness and precision) of cone calorimeter test with and without a vitiated air enclosure*. Journal of Procedia Engineering - 9th Asia-Oceania Symposium on Fire Science and Technology 2013, 62;103-119



## Débit d'air entrant :

- ▶ Influence significative sur le comportement en phase gazeuse (mais pas en phase solide)
- ▶ Débit critique de  $160 \text{ L.min}^{-1}$  : pour limiter les phénomènes de viciation de l'atmosphère (entraîne un biais sur la mesure)

## Perspectives :

- ▶ Etude de la post oxydation
- ▶ Effet de la cheminée

---

## Références

- D Marquis, E. Guillaume & A. Camillo, *Effects of oxygen availability on the combustion behaviour of materials in a controlled atmosphere cone calorimeter*, 11th international Symposium on Fire safety science, Février, 2014, Canterbury (Nouvelle Zélande)
- D Marquis & E. Guillaume, *Accuracy (trueness and precision) of cone calorimeter test with and without a vitiated air enclosure*. Journal of Procedia Engineering - 9th Asia-Oceania Symposium on Fire Science and Technology 2013, 62;103-119



Merci de votre attention

