



HAL
open science

Dégradation des matériaux composites sous l'effet d'une flamme : application à la réaction aux feux des composites utilisés pour les transports et l'énergie

Eliot Schuhler

► To cite this version:

Eliot Schuhler. Dégradation des matériaux composites sous l'effet d'une flamme : application à la réaction aux feux des composites utilisés pour les transports et l'énergie. Polymères. Normandie Université, 2019. Français. NNT : 2019NORMIR27 . tel-02926022

HAL Id: tel-02926022

<https://theses.hal.science/tel-02926022v1>

Submitted on 31 Aug 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Normandie Université

THESE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité Energétique

Préparée au sein de l'INSA Rouen-Normandie

**Dégradation des matériaux composites sous l'effet d'une flamme,
application à la réaction aux feux des composites utilisés pour les
transports et l'énergie.**

**Présentée et soutenue par
Eliot SCHUHLER**

**Thèse soutenue publiquement le 12 décembre 2019
devant le jury composé de :**

M. Damien HALM	Professeur, ISAE-ENSMA Poitiers	Président du jury
M. Arnaud TROUVE	Professeur, University of Maryland	Rapporteur
M. Serge BOURBIGOT	Professeur, ENSC Lille	Rapporteur
M. Gillian LEPLAT	Ingénieur de recherche, ONERA Toulouse	Examineur
M. Stéphane PUGLIESE	Ingénieur de recherche, AIRBUS Toulouse	Examineur
M. Davi SILVA DE VASCONCELLOS	Ingénieur de recherche, SAFRAN Nacelles	Examineur
M. Benoit VIEILLE	Professeur, INSA Rouen	Membre invité
M. Alexis COPPALLE	Professeur, INSA Rouen	Directeur de thèse
M. Jérôme YON	Maître de Conférences HDR, INSA Rouen	Co-directeur de thèse

Thèse dirigée par Alexis COPPALLE et Jérôme YON, laboratoire CORIA (UMR 6614)



Résumé

Résumé

L'utilisation des matériaux composites à matrice polymère dans l'industrie aéronautique offre de nombreux avantages en termes de gain de masse et de résistance à la fatigue ou à la corrosion. Cependant l'utilisation de nouveaux matériaux tels que les composites à matrice thermodurcissable nécessite des efforts conséquents de développement, de test et de vérification. En particulier dans le domaine de la résistance aux incendies. Ce travail porte sur la caractérisation expérimentale de la résistance au feu pour différents types de matériaux composites au moyen d'un brûleur. La première partie de l'étude traite en particulier de la caractérisation du flux thermique lors de l'agression par la flamme. Dans un second temps, la réponse à cette agression thermique est mesurée pour différents matériaux composites. Pour les deux volets de cette étude, les résultats expérimentaux sont confrontés aux résultats issus de simulations numériques avec OpenFoam.

Abstract

Carbon fibers reinforced polymers offer many advantages in terms of weight, fatigue resistance or corrosion in the aerospace industry. However, the use of new materials such as thermosetting matrix composites requires a significant effort of development, testing and validation. In particular in the field of fire resistance. This work focuses on the experimental characterization of fire resistance for different types of composite materials using a flame burner. The first part of the study deals with the characterization of the heat flux during the flame impingement. In a second step, the response to this thermal stress is measured for different composite materials. For both parts of this study, the experimental results are compared to the results obtained from numerical simulations with OpenFoam.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mes encadrants de thèse pour la confiance qu'ils m'ont accordé, pour l'ensemble des conseils avisés et pour leur sympathie au cours de ces trois années de thèse. Je remercie Alexis COPPALLE, directeur de thèse, pour la liberté qu'il a su m'accorder durant les travaux de thèse et également pour sa grande disponibilité. Je remercie également Jérôme YON, co-directeur de thèse, pour ses remarques, toujours rigoureuses et pertinentes, qui m'ont permis d'envisager mon travail sous un autre angle. Je tiens également à exprimer mon respect et ma sympathie à Benoit VIEILLE qui m'a initialement guidé vers ce sujet de thèse et qui m'a initié à la science des matériaux composites.

J'adresse également mes remerciements à l'ensemble des membres du jury : Damien HALM qui m'a fait l'honneur de présider le jury de thèse ; Serge BOURBIGOT et Arnaud TROUVE qui ont accepté la lourde tâche de rapporter le manuscrit ; Stéphane PUGLIESE, Gillian LEPLAT et Davi SILVA DE VASCONCELLOS qui m'ont fait part de leur questions et remarques pertinentes.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à tous les membres du laboratoire sans qui la réalisation des travaux de recherche ne serait pas possible. En particulier, merci à Valérie et Christophe piliers du laboratoire. Merci à Cédric, Alexandre et Alexis pour leur aide précieuse avec l'informatique. Pour leurs compétences en mécanique et chaudronnerie comme pour leur bonne humeur, merci également à Bruno, Benjamin, Phillipe, Thierry et Romain de l'atelier. Je remercie également les membres du pôle métrologie Alexis, Gilles, Carole, Franck, Florian, Alexandre et Said pour leurs précieux conseils. Merci également à Bertrand Lecordier pour son aide et pour ses conseils lors de la réalisation de mesures par PIV.

Je remercie enfin toutes les personnes avec qui j'ai partagé ces années de thèse. En premier lieu, un grand merci à Andrès, Angel et Pahola pour tous les bons moments partagés dans ce bureau décoré d'un sapin de Noël du 1 janvier au 31 décembre. Je remercie pour leurs travaux de stage M. CHAZELLE, M. PERRIER et M. COQUIN. Merci également aux membres du bureau A2DOC, notre présidente Petra, Edouard, Victor, Nelson et Aniruth.

En fin je tiens à remercier tous les plus grands « experts » en combustion, Victor expert en moteur diesel, Gab expert kérosène et Aurélien expert barbecue.

Table des matières

Résumé.....	ii
Abstract.....	ii
Table des matières.....	iv
Chapitre 1 : Contexte et objectifs de l'étude.....	1
1.1 Risque incendie dans l'aéronautique civile : contexte et enjeux	1
1.2 Cadre de l'étude et objectifs de ce travail	3
Chapitre 2 : Etat de l'art.....	5
2.1 Introduction aux matériaux composites	6
2.1.1 Les structures composites.....	6
2.1.2 Dégradation d'un composite soumis au feu.....	11
2.2 Etat de l'art des moyens d'essai pour la résistance et la réaction au feu	22
2.2.1 Caractérisation chimique et physique à l'échelle matière.....	23
2.2.2 Caractérisation chimique et physique à l'échelle matériau	28
2.2.3 Essais à l'échelle assemblage	30
2.2.4 Essais taille réelle.....	31
2.3 Modélisation numérique de la pyrolyse et de la dégradation.....	32
2.3.1 Modélisation de la cinétique chimique	33
2.3.2 Propriétés thermiques des mélanges.....	36
2.3.3 Considération de la porosité dans le transfert thermique	37
2.3.4 Modélisation de la pression et du transport des gaz de pyrolyse	38
2.3.5 Dimension du modèle et couplage fluide/solide.....	39
2.4 Etat de l'art sur le transfert thermique des jets et flammes de jet impactant.....	40
2.4.1 Travaux analytiques.....	40
2.4.2 Travaux expérimentaux et formules semi-empiriques	43
2.4.3 Simulation numérique	44
2.5 Conclusions sur l'étude bibliographique	46
Chapitre 3 : Présentation du montage et des moyens de mesure	47
3.1 Présentation du banc d'essais feu.....	48
3.1.1 Brûleur gaz.....	48
3.1.2 Porte échantillon	49

Table des matières

3.2	Moyens de mesures pour la phase gaz.....	51
3.2.1	Mesure de densité de flux thermique.....	51
3.2.2	Température	53
3.2.3	Mesure des du jet vitesses par PIV	55
3.3	Moyens de mesures pour la phase condensée.....	61
3.3.1	Perte de masse	61
3.3.2	Température	62
3.3.3	Microscopie et analyse d'image	62
Chapitre 4 : Caractérisation du flux pariétal.....		65
4.1	Mesures expérimentales pour la caractérisation des flux radiatif et convectif.....	67
4.1.1	Mesures de flux thermique au point d'arrêt.....	67
4.1.2	Mesures de température sur la paroi en acier.....	67
4.1.3	Caractérisation du jet en sortie de brûleur et estimation des composantes radiative et convective du flux thermique.....	68
4.1.4	Mesures de vitesses et de températures en proche paroi	73
4.2	Simulations OpenFoam.....	82
4.2.1	Description du modèle numérique.....	82
4.2.2	Résultats numériques	86
4.3	Bilan du chapitre 4.....	95
Chapitre 5 : Dégradation au feu des matériaux composites.....		96
5.1	Effets des conditions de bord sur la dégradation des petits échantillons	97
5.2	Comparaison de la résistance au feu des résines époxy et PPS	101
5.2.1	Matériaux étudiés	101
5.2.2	Mesure de perte de masse.....	104
5.2.3	Mesure de température en face arrière.....	106
5.2.4	Observations après agression thermique.....	109
5.3	Influence de l'épaisseur et du flux thermique sur la dégradation de composites carbone/PPS.....	116
5.3.1	Influence de l'épaisseur.....	116
5.3.2	Influence du flux thermique	121
5.4	Influence de l'orientation des fibres et du flux thermique sur la dégradation de composites carbone/époxy.....	125
5.4.1	Influence de l'orientation des plis.....	125
5.4.2	Influence du flux thermique	127
5.5	Simulations numériques	130

Table des matières

5.5.1	Modélisation de la dégradation thermique des matériaux composites	130
5.5.2	Modèle géométrique et maillage	133
5.5.3	Application.....	133
5.6	Bilan du chapitre 5.....	139
Conclusions et perspectives.....		141
Bibliographie		144

Chapitre 1 : Contexte et objectifs de l'étude

Les matériaux composites sont aujourd'hui largement utilisés dans les domaines du transport et de l'énergie. Cependant, il existe un certain nombre de facteurs limitant l'utilisation de ces matériaux pour des applications spécifiques. En particulier, l'évènement feu est souvent critique pour le stockage de combustibles. La résistance au feu des matériaux composite a des répercussions directes pour son utilisation comme réservoir d'hydrogène ou dans les structures d'avions contenant du kérosène.

1.1 Risque incendie dans l'aéronautique civile : contexte et enjeux

La sécurité à bord des avions commerciaux est la préoccupation principale. Pour les passagers, les signes les plus visibles sont les instructions faites avant le décollage concernant ceinture de sécurité, masque à oxygène et gilets de sauvetage. En réalité, la sécurité des passagers et du personnel est présente partout et tout le temps, de la conception de l'avion à la formation de l'équipage.

Ce travail traite du risque particulier d'incendie. L'incendie est la dixième cause d'accident d'avion et la cinquième cause de mortalité. L'apparition d'un feu dans un avion en vol est donc une des causes majeures d'accident et les sources d'incendie peuvent être nombreuses. On peut citer à titre d'exemple les défaillances de batterie et de circuit électrique rencontrées par le Boeing 787 Dreamliner qui ont été relativement médiatisées en 2013. Ces dysfonctionnements peuvent être à l'origine de feux dits cachés puisqu'ils se développent dans des zones non visibles rendant la détection puis l'extinction par les systèmes de sécurité incendie difficile et parfois tardive. On distingue un second type d'incendie nommé feu de cabine pour lesquels détection et extinction sont plus aisées puisqu'ils sont accessibles. Enfin la troisième catégorie, les « feux moteur » qui se déclarent aux abords du moteur et sont le plus souvent causés par une défaillance technique (fuite de carburant lors d'un vol Singapore Airlines le 27 Juin 2016).



Figure 1-1 : Singapore Airlines, Boeing 777-300ER, Juin 2016.

En dehors de ces feux se déclarant en vol, l'incendie peut être la conséquence d'un atterrissage d'urgence (incendie du Superjet 100 le 5 mai 2019) ou d'un objet extérieur percutant l'avion.

Pour prévenir de tels incendies et limiter leur propagation, les organismes de régulation exigent la preuve d'un certain niveau de tenue ou de résistance au feu au moyen d'essais en laboratoire. Ainsi la European Union Safety Agency (EASA) en Europe et la Federal Aviation Administration (FAA) aux Etats Unis exigent que les matériaux de nacelles soient capables de confiner un feu

potentiel. On utilise alors les termes de « fire resistant » pour qualifier un matériau résistant 5min à une agression par flamme et « fire-proof » pour un matériau résistant 15 min ou plus. De la même manière, il est exigé que les matériaux de la cabine ne dégagent pas une trop forte chaleur ni ne produisent de fumée toxique ou opaque en cas d'inflammation. Les moyens d'essais définis par les organismes de régulation permettent donc de valider la performance d'un assemblage en cas d'incendie. Cependant ces essais sont très coûteux, compliqués et ne fournissent des informations que pour un scénario d'incendie déterminé. Les résultats ne sont donc pas utilisables afin de prédire le comportement dans une autre configuration.

Afin de suivre les évolutions technologiques et sociétales telles que la croissance du trafic aérien, l'apparition de nouvelles générations de matériaux composites ou la présence croissante des simulations numérique, les normes et les méthodologies doivent être adaptées en permanence. Ainsi la génération actuelle d'avions, incarnée par les Boeing 787 (livraison en 2009) et Airbus A350 (livraison en 2014), comporte une structure composée à plus de 50% de matériaux composites. Dans la nacelle, les ailes ou le fuselage, le remplacement des éléments métalliques par des matériaux composites impose de modifier la manière d'évaluer le risque d'incendie. D'une part, les polymères à renfort en fibres peuvent représenter une charge combustible supplémentaire. D'autre part, le comportement mécanique des matériaux composites soumis à un incendie est plus complexe que celui des métaux.

La mise à jour des normes gouvernementales par les organismes de régulation ainsi que les bonnes pratiques des constructeurs nécessitent une coopération active avec le domaine de la recherche[1]–[3]. Dans ce cadre, le projet européen AircraftFire [4] lancé en 2011 regroupe différents acteurs industriels, universitaires et organismes de régulation. Ce projet a pour objectif de caractériser une sélection de matériaux composites structuraux et de matériaux cabine. Le résultat de ce projet consiste, entre autres, en une base de données expérimentale référençant les caractéristiques clés pour la sécurité incendie telles que les émissions de fumées et/ou gaz toxiques, l'inflammabilité ainsi que les propriétés thermo-physiques de ces matériaux.

1.2 Cadre de l'étude et objectifs de ce travail

Dans la continuité du projet européen AircraftFire, le projet SURFACE mené par la Direction Générale de l'Aviation Civile (DGAC) et le Conseil pour la Recherche Aéronautique Civile (CORAC) regroupe les acteurs industriels et universitaires majeurs autour du sujet. Ce travail de thèse s'inscrit dans la suite des projets AircraftFire et SURFACE et a pour objectif la caractérisation des phénomènes physiques gouvernant les transferts de chaleur et de masse dans une configuration de flamme impactant une pièce en matériau composite et la caractérisation de la dégradation au sein du matériau impacté.

L'enjeu de ce travail consiste à fournir des résultats expérimentaux à la fois qualitatifs et quantitatifs concernant la dégradation au feu d'un matériau composite. Ce type de mesures est nécessaire au développement de nouveaux modèles numériques plus robustes et capables de prédire le comportement mécanique des matériaux soumis au feu. Ces résultats permettent également de mieux maîtriser le comportement des matériaux existants et d'utiliser ces connaissances au profit de nouveaux matériaux plus performants. Les matériaux composites à matrice thermoplastique, telle que le PEEK, le PEKK ou le PPS, méritent une attention particulière du fait qu'ils ont été relativement peu étudiés jusqu'à présent en comparaison avec les matériaux à matrice thermodurcissables tels que l'époxy ou les résines phénoliques.

Le moyen d'agression au feu sera un brûleur fonctionnant au propane déjà utilisé lors de ces projets. Ce brûleur expérimental permet de générer, à l'échelle laboratoire, un flux thermique comparable à celui des brûleurs utilisés pour les tests de résistance au feu normés ISO 2685 ou AC 20-135 chg1.

La première partie de ce manuscrit sera dédiée à l'étude de la bibliographie récente. En effet il est nécessaire de maîtriser l'état de l'art de cette discipline et d'identifier les paramètres influents pour mettre au point les diagnostics expérimentaux. Un état de l'art sera établi concernant la dégradation thermique des matériaux composites polymères et le calcul des flux pariétaux pour un jet chaud ou une flamme de jet impactant.

Le brûleur, les différents montages et diagnostics expérimentaux seront ensuite détaillés. Deux technologies pour la mesure de la densité de flux sont décrites dans les normes ISO 2685 et AC 20-135 chg1, une description de celles-ci sera proposée. Des diagnostics complémentaires permettant la caractérisation en vitesses et en températures de l'écoulement seront également présentés. L'utilisation de la vélocimétrie par image de particule (PIV) permet l'acquisition de champs de vitesse dans un plan de l'écoulement, les mesures de température seront effectuées par thermocouple. Le montage et les moyens de mesure de masse et de température pour un échantillon composite soumis à une flamme seront également expliqués dans cette section. La mesure de masse lors de l'agression thermique sera effectuée au moyen d'un peson de précision, la mesure de température sera faite par une caméra thermique dans le domaine de l'infra-rouge. Enfin la méthodologie permettant l'observation au microscope de coupe après dégradation sera expliquée.

Le chapitre suivant traitera des valeurs de flux à la paroi. Les mesures expérimentales de flux, de température et de vitesse seront discutées. Ces résultats expérimentaux seront confrontés aux calculs utilisant les formules analytiques issues de la littérature. Enfin, des simulations numériques seront effectuées avec OpenFOAM.

Chapitre 1 : Contexte et objectifs de l'étude

Dans le chapitre 5, seront détaillés les résultats obtenus lors de la dégradation des échantillons composites, l'influence des paramètres de flux thermique, du type de renfort ou de l'épaisseur des échantillons testés.

Chapitre 2 : Etat de l'art

1. Introduction aux matériaux composites	6
2. Etat de l'art des moyens d'essai pour la résistance au feu.....	22
3. Modélisation numérique de la pyrolyse et de la dégradation.....	32
4. Etat de l'art sur le transfert thermique des jets et flammes de jet impactant	40
5. Bilan de l'étude bibliographique.....	46

Ce chapitre présente un état de l'art des connaissances scientifiques actuelles concernant la dégradation au feu des matériaux composites à matrice organique. Avant de traiter les aspects les plus récents de ce sujet, il convient de définir ce que sont les matériaux composites à matrice polymère et les renforts en fibres de carbone.

La seconde partie de ce chapitre fait état des moyens d'essais expérimentaux dédiés à la recherche sur la dégradation thermique de ces matériaux. Ces bancs d'essais permettent une analyse phénoménologique des dégradations physiques et chimiques à toutes les échelles, de la plus petite, utilisant des échantillons de quelques millimètres jusqu'à l'échelle d'un avion complet de plusieurs mètres. Ces essais font intervenir des densités de flux également très variées allant de quelques kW.m^{-2} jusqu'à plusieurs centaines de kW.m^{-2} , correspondant respectivement à un départ de feu domestique ou à une flamme de jet impactant.

La modélisation numérique de ces phénomènes physiques et chimiques sera détaillée dans une troisième partie. Enfin, le dernier paragraphe de ce chapitre portera sur l'état de l'art lié au transfert thermique des jets de flammes impactantes. Les approches numériques et expérimentales y seront discutées.

2.1 Introduction aux matériaux composites

Un matériau est dit composite s'il est formé de plusieurs composants distincts dont l'association confère à l'ensemble des performances qu'aucun des composants ne possède séparément. Les matériaux composites sont façonnés de manière à ajuster leurs propriétés aux exigences d'une application spécifique. Dans le cas de la construction aéronautique, l'utilisation de matériaux composites permet la réduction de la masse des appareils tout en apportant de meilleures propriétés de résistance mécanique et thermique.

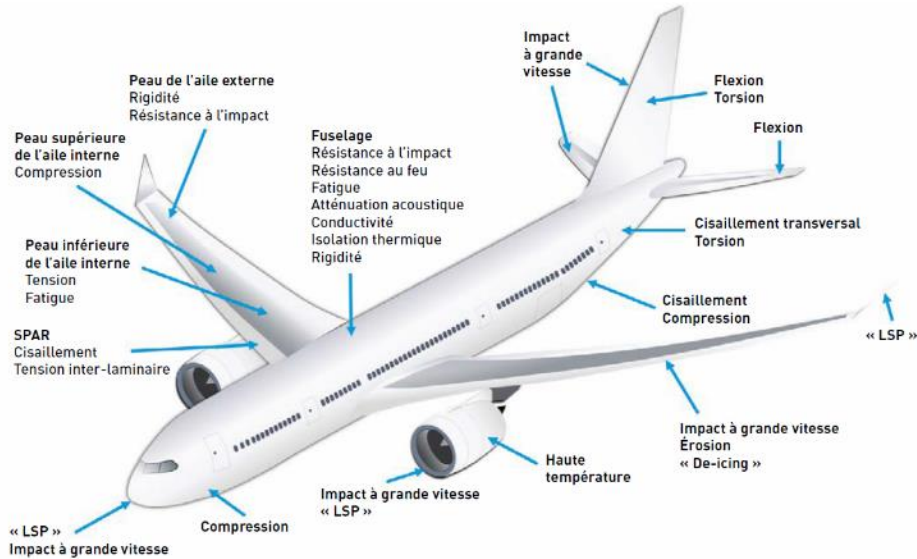


Figure 2-1 : Contraintes de fonctionnement pour différentes pièces de structure aéronautique (adapté de [5]).

Les matériaux constituant chaque pièce de l'avion sont définis en fonction d'impératifs tels que la plage de température d'utilisation, la résistance mécanique mais aussi la résistance aux impacts, à la foudre ou au feu. La technologie des composites permet d'adapter la conception aux besoins avec beaucoup de souplesse.

2.1.1 Les structures composites

Les matériaux composites utilisés pour la fabrication des pièces de structures aéronautiques sont composés d'une matrice en polymère, de renfort de fibres et éventuellement d'une âme creuse ou pleine. Les pièces comportant une âme sont appelées sandwich tandis que les pièces n'en comportant pas sont monolithiques. Des charges et additifs peuvent être incorporés au matériau afin d'améliorer une ou plusieurs propriétés telles que la résistance aux UV, à l'humidité ou au feu [5], [6].

a) *Matrices*

La matrice en résine polymère a pour fonction première d'assurer la cohésion des fibres et le transfert des sollicitations mécaniques entre les renforts. Elle permet également de protéger le renfort de fibres contre l'environnement extérieur (abrasion, oxydation). Les résines se distinguent par le type de structure : thermodurcissable ou thermoplastique. Dans les deux cas la matrice organique est composée de polymères. Le polymère est une macromolécule elle-même composée de molécules de base, appelées monomères, liées ensemble par des liaisons covalentes [7]. A l'échelle moléculaire, la différence majeure entre les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques réside dans l'organisation des polymères et dans la nature des liaisons moléculaires.

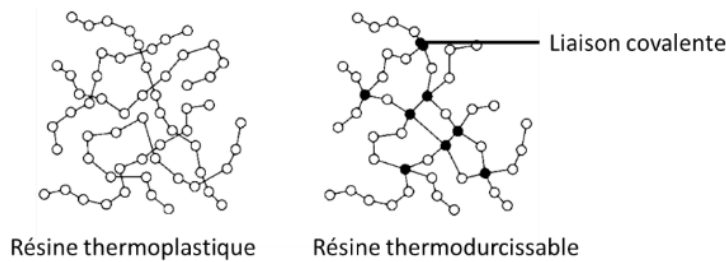


Figure 2-2 : Les différents types de chaînes macro-moléculaires [8].

Les matrices thermodurcissables (TD) sont obtenues par un processus de polymérisation irréversible au-dessus d'une certaine température. Ces matrices se présentent sous forme de polymères réticulés, les liaisons entre macromolécules sont des liaisons chimiques fortes qui confèrent au matériau une certaine rigidité (voir Figure 2-2).

Pour la fabrication des structures primaires de l'avion, la résine époxy à renforts de carbone est largement utilisée pour sa facilité de mise en œuvre à température ambiante. La résine époxy présente également des propriétés mécaniques intéressantes jusqu'à une température de l'ordre de 120 °C.

Les pièces thermoplastiques (TP) sont mises en forme par chauffage puis solidifiées par refroidissement. Cette transition du liquide vers le solide s'opère sur une plage de température variable selon la nature du matériau et est irréversible. Les résines thermoplastiques ont une structure amorphe ou semi-cristalline. Une structure est dite semi-cristalline lorsqu'elle présente des zones dans lesquelles les macromolécules sont organisées en réseaux cristallins sous l'effet des forces électrostatiques. Ces zones représentent généralement 10 à 50% du volume total des résines thermodurcissables. Par opposition, le terme amorphe désigne un arrangement spatial des chaînes polymériques aléatoire. Etant donnée la faible mobilité de leurs chaînes polymériques, les matériaux thermodurcissables sont toujours amorphes.

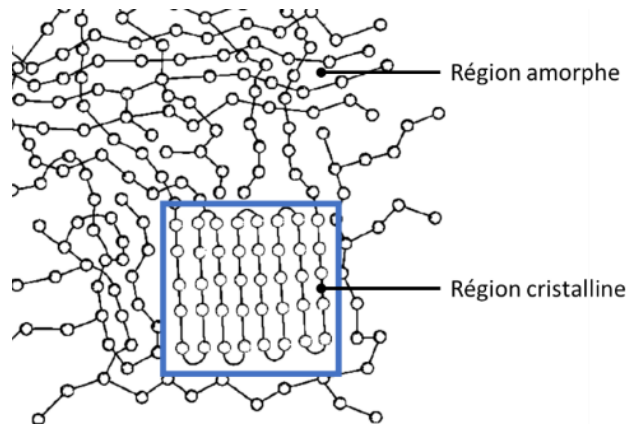


Figure 2-3 : Schéma de structures amorphes et semi-cristallines.

Lors de l'échauffement d'un matériau polymère, on distingue donc deux plages de températures distinctes pour la dégradation thermique. La transition d'un polymère amorphe vers un polymère semi-cristallin se fait à la température de transition vitreuse notée T_g . Au-delà de la température de transition vitreuse, certaines résines polymères présentent également une température de fusion T_f qui correspond à la fusion des zones cristallines.

La combustion du polymère intervient au-delà de la température notée T_{onset} . La pyrolyse des polymères est caractérisée par la décomposition, c'est à dire la rupture des chaînes moléculaires et le dégagement de volatiles. Sous l'effet conjugué de la température et de l'oxygène, la décomposition est appelée oxydation thermique. Le tableau suivant présente le taux de cristallinité et les températures caractéristiques de différents plastiques.

Tableau 2-1 : Températures caractéristiques et cristallinité de résines usuelles [9],[10].

	Polymère	Taux de cristallinité (%)	T_g (°C)	T_f (°C)	T_{onset} (°C)
	PVC	5-10	60-100	-	290-460
	PMMA	Faible	85-135	-	360-390
TP	PPS	20-30	85-95	285-290	515-550
	PEEK	25-45	143-145	335	600
	PS	0-50	90-105	-	443
	PA-6	50	50-80	215-225	435
	Epoxy 8552	Faible	155-200	-	400
TD	Phénolique	0-80	310	330-350	450
	PET	0-30	61-67	245	310

Ce type de matériaux présente certains inconvénients concernant la tenue en température ou l'adhésion au renfort (mouillabilité). Cependant, depuis les années 1990, l'apparition de résines thermoplastiques hautes performances [11] tend à généraliser leur utilisation dans le secteur de l'aéronautique. En particulier, les résines PEEK et PPS présentent des températures maximales d'utilisation allant jusqu'à 240°C [12], [13]. Le carbone/PPS est étudié d'un point de vue mécanique depuis une dizaine d'année, son comportement mécanique est connu sur une grande

plage de température allant de la température ambiante à des températures dépassant 200°C [14], [15].

b) *Renforts*

Pour la confection des renforts de fibres, les matériaux les plus couramment utilisés sont le carbone, le verre et l'aramide [7]. Les renforts se présentent sous forme de fibres de quelques micromètres de diamètre formant un toron. Le nombre de fibres contenu dans un toron est noté 1K, 3K ou 6 K pour des composites composés respectivement de 1000, 3000 ou 6000 fibres.

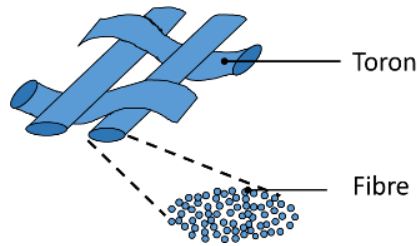


Figure 2-4 : Schéma de plusieurs fibres formant des torons.

Pour chaque type de fibre, il existe plusieurs types d'architectures : les mats, les nappes unidirectionnelles et les tissés 2D ou 3D (Figure 2-5). Le type de fibre ainsi que l'architecture dépendent des contraintes mécaniques, thermiques et environnementales que va subir le matériau durant son cycle de vie mais aussi de contraintes de fabrication. Dans la construction aéronautique, les fibres de carbone tissées sont utilisées par exemple pour les pièces de nacelles aux formes complexes, les composites stratifiés unidirectionnels sont les plus utilisés pour les pièces de structures fortement contraintes [6], [16].

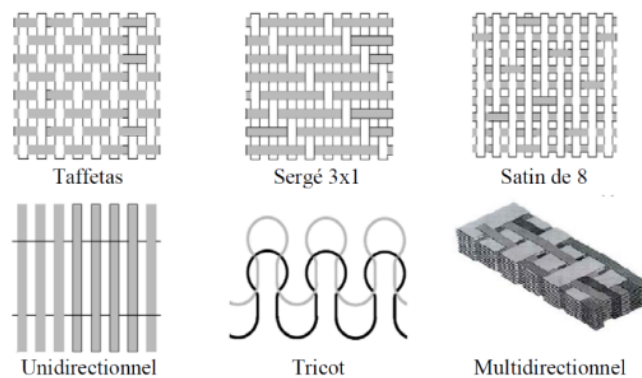


Figure 2-5 : Architectures de fibres pour les composites stratifiés.

Ce travail se concentre sur l'étude de matériaux à renfort en fibres de carbone. Les fibres de carbone sont les plus utilisées dans les pièces de structure primaire car elles confèrent une résistance spécifique supérieure aux fibres de verre [5], [6].

c) Structures stratifiées

Les stratifiés monolithiques sont composés d'un empilement de plis successifs (Figure 2-6). Les plis étant eux-mêmes constitués de renforts en fibres noyés dans une matrice polymère. L'épaisseur d'un pli est de l'ordre de 0,15 mm pour un carbone époxy de type aéronautique et 0,25 mm pour un stratifié carbone/PPS.

Les pièces structurelles sont réalisées par une succession de plis dont l'orientation est optimisée en fonction du chargement mécanique de la pièce. Un composite stratifié dont les fibres sont orientées dans la même direction est dit unidirectionnel (UD), à l'inverse un matériau fait de plis orientés différemment est quasi-isotrope (ISO). Dans la suite de travail, différentes architectures unidirectionnelles et quasi-isotropes seront étudiées pour des renforts tissés ou en nappe.

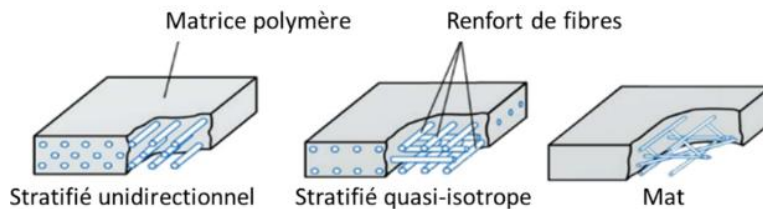


Figure 2-6 : Structure d'un composite stratifié monolithique.

d) Dommages des structures composites stratifiées

La conception des structures composites par empilement de plis permet, dans une certaine mesure, d'adapter le matériau aux sollicitations. Généralement, les fibres sont majoritairement orientées selon la direction de l'effort principal, avec plus de renforts dans les zones de contrainte plus forte. Lors de la rupture d'un stratifié, les dommages peuvent apparaître au sein d'un pli dans la matrice créant des fissures interlaminaires longitudinales ou transverses qui sont représentées Figure 2-7. Des fissures peuvent également apparaître dans les fibres. Dans certains cas, les premiers dommages n'interviennent pas dans les plis mais à l'interface, par décohésion entre deux plis, c'est ce que l'on nomme délaminage ou délamination.

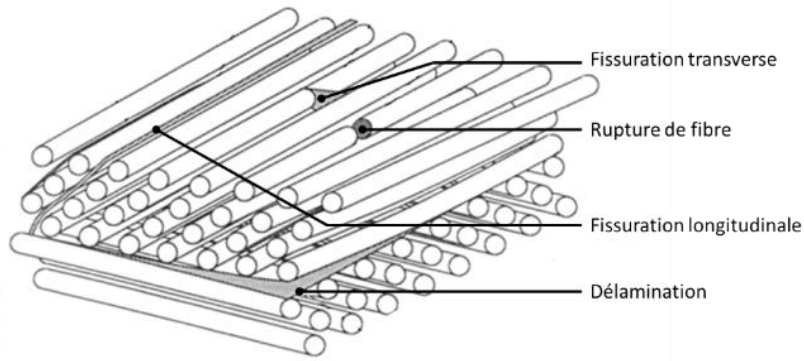


Figure 2-7 : Différents types de dommages d'une structure composite [7].

2.1.2 Dégradation d'un composite soumis au feu

Le processus de dégradation d'un matériau solide sous l'effet de la chaleur est complexe. Sa description nécessite la compréhension de différents phénomènes physiques et chimiques couplés comme l'illustre la Figure 2-8.

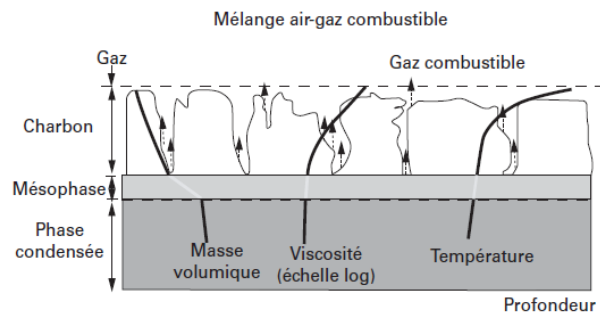


Figure 2-8 : Processus physiques et chimiques de décomposition d'un solide [17].

Dans le cas particulier des polymères à renfort en fibres de carbone, la phase condensée initiale est constituée de résine et de fibres, la zone dite dégradée (charbon) est constituée de fibres et de char. A l'interface entre ces zones se trouve le front de pyrolyse (mésophase). Une quatrième phase est constituée des gaz de décomposition. Un grand nombre de travaux s'intéresse au comportement au feu des composites à matrice polymère [18]–[25]. La prédiction de ce comportement nécessite une description détaillée des dégradations physiques, chimiques et mécaniques induites par la température. Pour en faciliter la compréhension, ces phénomènes sont présentés dans trois sections distinctes. Cependant, l'analyse de ces phénomènes représente un enjeu d'autant plus important que ceux-ci n'interviennent pas de façon isolée. La compréhension des interactions entre ces processus est essentielle pour prédire le comportement structurel d'un composite soumis au feu.

a) *Transferts thermiques*

Lorsqu'un matériau est impacté par une flamme, l'échauffement de sa surface se fait par transfert convectif et par rayonnement. Le transfert convectif est dépendant de la géométrie et de la vitesse de l'écoulement impactant la surface. Le rayonnement est majoritairement dû à l'émission des particules de suie et des gaz de combustion à très haute température. Les transferts thermiques radiatifs sont dépendants des caractéristiques optiques de la surface : absorptivité α et émissivité ϵ . Les transferts thermiques par convection et par rayonnement sont traités en détail dans le chapitre 4.

Dans les premières secondes de l'agression thermique, le transfert sur la surface exposée se fait donc par rayonnement et par convection, ce transfert est d'autant plus important que la température de paroi est faible devant la température de la flamme. L'échauffement rapide de la surface et la création d'un gradient thermique dans la phase condensée amènent une élévation progressive de la température à l'intérieur du solide par conduction. Le coefficient de conduction thermique est fortement dépendant de la nature du matériau (fibre, matrice, char). Le Tableau 2-2 présente des valeurs de conductivité thermique pour les matériaux les plus communs à température ambiante. On remarque que le coefficient de transfert thermique des fibres est plus élevé que celui de la plupart des polymères industriels. De plus, le comportement des fibres de carbone est fortement anisotrope avec une conductivité longitudinale k_{long} (dans le sens des fibres) 60 fois plus grande que la conductivité transverse k_{trans} (dans la direction perpendiculaire aux fibres) [26]. Ces différences expliquent en partie que la dégradation du matériau composite va altérer fortement les propriétés thermiques de celui-ci au fur et à mesure que la résine disparaît pour laisser, à la place, du 'char' et des fibres. Fanucci [27] montre que le char résiduel a une conductivité thermique dans le sens transverse de l'ordre de $0.17 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à température ambiante contre 8 à $12 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour un stratifié carbone/époxy vierge.

Tableau 2-2 : Conductivité thermique des fibre et résines. [20]

		$k_{\text{long}} \text{ (W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{)}$	$k_{\text{trans}} \text{ (W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{)}$
Fibres	verre E	1.13	1.13
	carbone (PAN)	20	0.32
	aramide (Kevlar 49)	0.52	0.16
	polyéthylène	20	0.35-0.5
Résines	polyester		0.19
	vinyle ester		0.19
	phénolique		0.25-0.38
	époxy		0.23
	polypropylène		0.18
	PEEK		0.25
	PPS		0.19-0.29

Ces échanges par transferts radiatifs et convectifs apparaissent également en face arrière du matériau dissipant ainsi une partie de l'énergie thermique apportée par le feu.

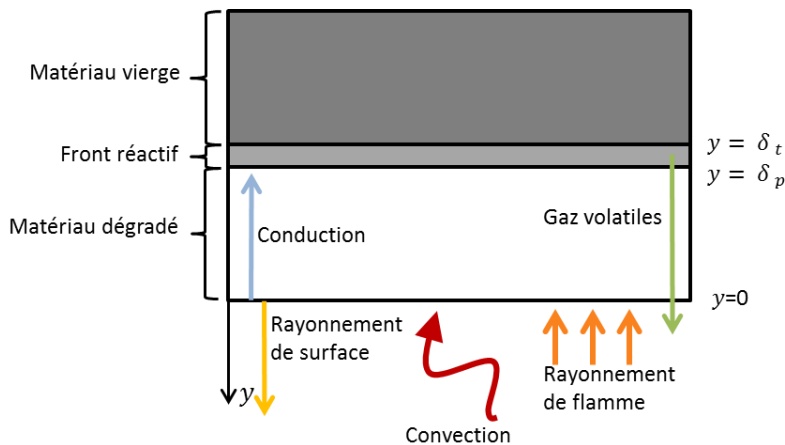


Figure 2-9 : Transferts thermiques dans un composite soumis au feu.

Avec l'élévation de la température, le matériau se décompose chimiquement puis il se dégrade structurellement. Sur la Figure 2-9, on schématise cette zone par un front réactif. Le bilan thermique au sein du matériau est très dépendant de la physique et de la chimie puisque les transformations qui s'opèrent lors de l'échauffement d'une matrice polymère sont rarement athermiques. On peut citer quelques réactions endothermiques telles que la transition vitreuse, la fusion de la matrice polymère puis la pyrolyse. D'autres réactions concurrentes sont exothermiques, c'est le cas de l'oxydation et de la combustion des gaz de pyrolyse [9].

De plus, la décomposition chimique produit des gaz volatils qui peuvent s'accumuler au sein de la matrice décomposée, entraînant une surpression. Sous l'effet de celle-ci, les gaz de pyrolyse peuvent s'échapper du matériau (et induire des pertes thermiques). La pression au sein du

matériau dépend du taux de production de gaz et de la perméabilité du matériau étudié. Des travaux [28]–[31] montrent par le calcul que ces pressions peuvent atteindre une dizaine de MPa. Les mesures effectuées par Florio et Henderson [30] mettent en évidence une pression de l'ordre de 1MPa.

Dans certaines conditions de pression et de température, la zone dégradée du matériau est très poreuse permettant ainsi des transferts de chaleur par convection et par rayonnement au sein même de la zone poreuse [32].

b) *Mécanismes physiques et chimiques*

Les propriétés thermiques (densité, conductivité thermique et capacité thermique) et radiatives (émissivité et absorptivité) de chaque matériau varient avec la température. Il est donc primordial d'estimer les variations de ces propriétés induites par un changement de température. Dans les faits, la mesure de ces propriétés est relativement aisée proche de la température ambiante mais beaucoup plus complexe au-delà de la température de décomposition chimique. Le plus souvent, ces propriétés sont mesurées à température ambiante ou sur une plage de température limitée après une agression thermique donnée. Les Figure 2-10 et Figure 2-11 montrent les résultats de mesures de capacité thermique et de conductivité faites sur un carbone/époxy non dégradé (original) et complètement dégradé (residue) entre 25°C et 600°C.

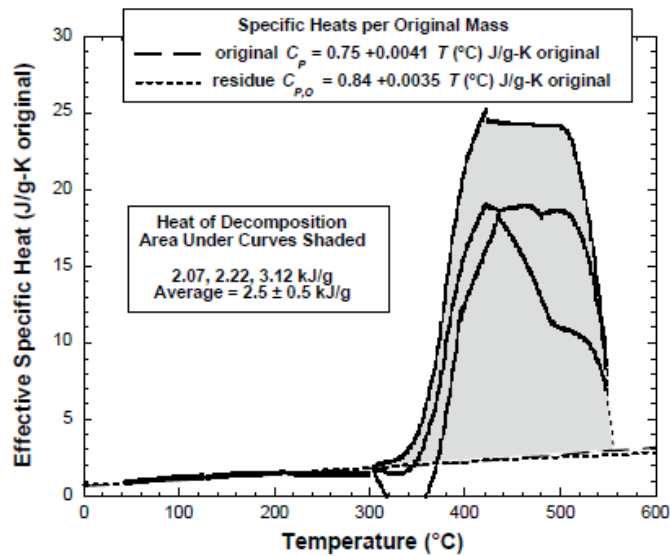


Figure 2-10 : Capacité thermique apparente d'un composite carbone/époxy en fonction de la température[2].

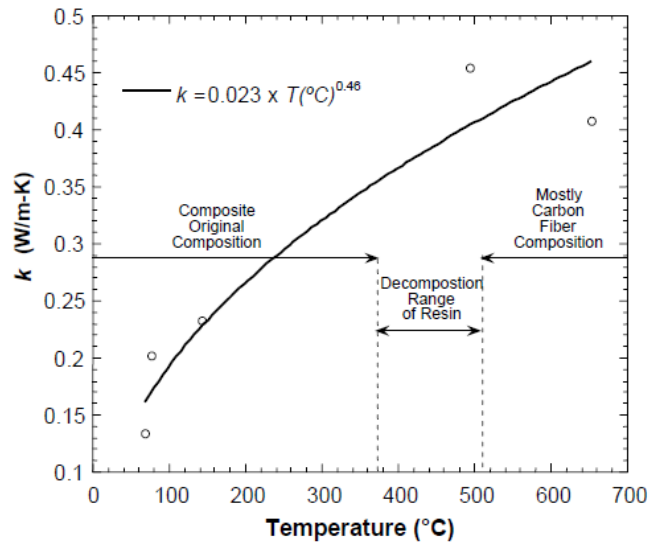
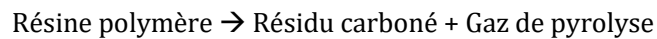


Figure 2-11 : Conductivité thermique apparente en fonction de la température. [2]

Il est également possible d'utiliser des méthodes inverses. Celles-ci permettent de déterminer les propriétés thermiques par des calculs d'optimisation en comparant des mesures issues de montages expérimentaux avec les résultats de simulations numériques [24], [33], [34].

La transition vitreuse et la fusion de la matrice polymère ont déjà été évoquées précédemment. Au-delà d'une température seuil T_{onset} (200 à 500°C), la matrice va se décomposer. Les processus de décompositions réactionnelles peuvent être complexes. Ils impliquent une multitude de sous réactions et de sous-produits présents à l'état solide, liquide ou gazeux. Ces mécanismes physico-chimiques sont relativement difficiles à identifier et à isoler [9] [20]. Bien souvent, ces réactions sont décrites de manière succincte par une réaction globale du type :



Les résidus carbonés issus de la dégradation d'un polymère sont appelés «char». En présence d'une atmosphère oxydante et à des températures élevées (600 à 900°C), ces résidus carbonés ainsi que les fibres peuvent subir des réactions d'oxydation qui sont décrites par l'équation suivante :

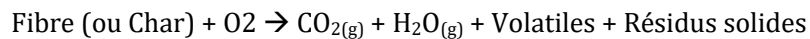


Tableau 2-3 : Températures caractéristiques de la dégradation des composites à fibre de carbone.

Matériau	T _g (°C)	T _f (°C)	T _{onset} (°C)	T _{oxy} (°C)
Fibre de carbone	-	4000 [35]	-	600 [18]
Résine PPS	90 [36]	280 [36]	380-500 [18] [37] [38]	550 [18]
Résine époxy	155-120 [10]	-	350-400 [18]	450 [18]

Le Tableau 2-3 reporte quelques températures caractéristiques concernant les matériaux qui seront étudiés dans la suite de ce travail. Pour les polymères usuels, ces températures de transition vitreuse, de fusion et de décomposition sont souvent bien renseignées dans la littérature scientifique [9], [39].

Selon la nature du polymère, la quantité de matière carbonnée résiduelle peut être plus ou moins importante et plus ou moins poreuse. Ce taux de carbonisation (char yield) est souvent utilisé pour caractériser la résistance au feu des matériaux polymères, il représente la masse résiduelle à l'issue d'un chauffage graduel au moyen d'un appareil d'ATG ou de DSC.

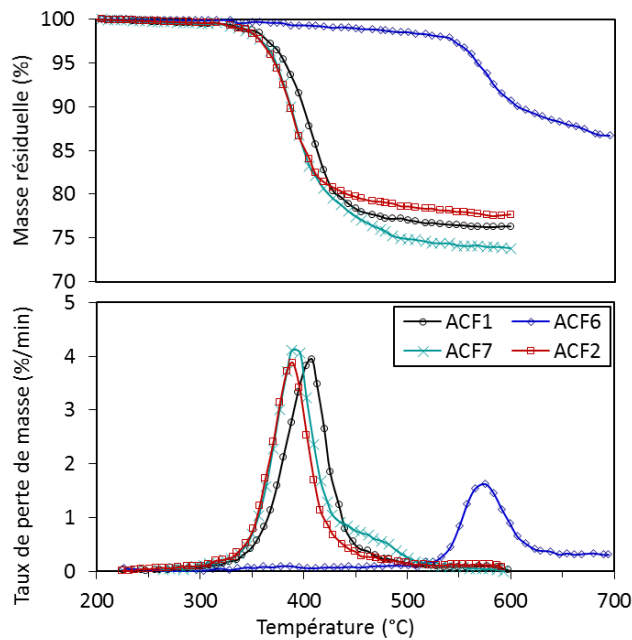


Figure 2-12 : Perte de masse et de taux de perte de masse pour différents composites à matrice PEEK (ACF6) et époxy (ACF1, ACF2 et ACF7). [40]

La Figure 2-12 représente la masse résiduelle pour différents matériaux, on voit ici que le taux de carbonisation est autour de 75 % pour les différents échantillons de carbone/époxy et de 87 %

environ pour le C/PEEK. Ce taux de carbonisation peut cependant être variable pour un même polymère en fonction de la vitesse de chauffage et de l'atmosphère oxydante ou non. La dynamique des courbes d'ATG fournit des informations précieuses telles que les températures caractéristiques et les vitesses des réactions. Les mesures montrent également l'effet des fibres de renfort sur les propriétés de la matrice polymère telles que les températures caractéristiques ou le taux de carbonisation [18].

Enfin, les gaz de pyrolyse sont en majorité composés d'hydrocarbures et de dérivés hydrogénés qui sont inflammables. Lorsque ces gaz sont expulsés de la phase condensée et qu'ils entrent en contact avec une atmosphère oxydante à haute température, leur inflammation représente une source de chaleur externe qui alimente la boucle de combustion du solide [41]. Dans certains cas particuliers, ces gaz contiennent des agents inhibiteurs de la combustion permettant de réduire ou de casser cette boucle de combustion du solide [42], [43].

c) Changements structuraux

Les dommages structuraux causés par le flux thermique représentent également un sujet de recherche important concernant la résistance au feu. En effet, les réactions physiques et chimiques évoquées précédemment affectent la structure du matériau, induisent un abattement des propriétés mécaniques et modifient le comportement thermique. Les dommages structuraux qui vont affecter le matériau incluent la formation de fissures et de pores, la délamination, la perte de cohésion fibre-matrice et la décomposition de la matrice induisant une formation de char. Depuis les années 1990, un nombre important de travaux est consacré à l'étude de ces dommages et à leur compréhension [25], [28], [29], [32].

Dans un premier temps, l'échauffement du matériau et la formation d'un gradient thermique important vont induire des contraintes thermomécaniques d'autant plus fortes que le coefficient de dilatation du composite est élevé. Ce gradient thermique peut être à l'origine de fissurations transverses observables Figure 2-13 (numéros 1 et 2 à gauche), dont la formation est détaillée dans le travail de Dimitrienko [29]. La différence des coefficients de dilatation entre la fibre et la matrice ainsi que l'architecture du stratifié (orientation des plis, tissage ou non du renfort) sont deux paramètres influençant les contraintes thermomécaniques de cisaillement dans le stratifié. Ce type de contrainte engendre préférentiellement des fissures inter-laminaires visibles dans la Figure 2-13 (à droite). Enfin, lorsque le stratifié est exposé pendant une longue durée à un flux intense (plusieurs minutes à 50 kW.m^{-2} ou plus) le matériau présente de larges cavités inter-laminaires, de l'ordre du millimètre, dues à l'expansion des gaz de pyrolyse (voir Figure 2-14).

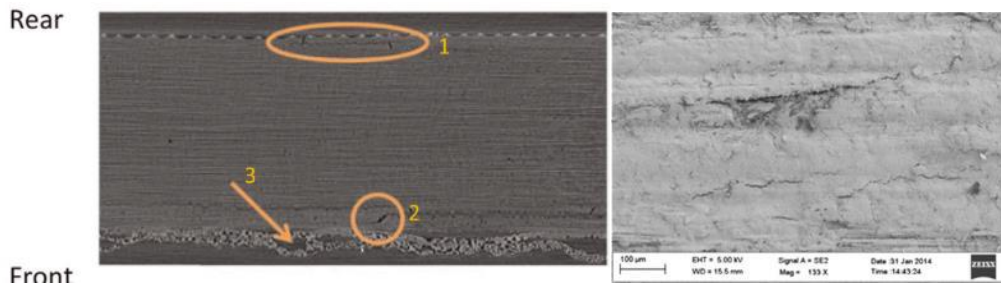


Figure 2-13 : Fissurations de stratifiés carbone/époxy soumis à un flux thermique [44] (116 kW.m^{-2} , 40 s) et [18] (20 kW.m^{-2} , 120 s).



Figure 2-14 : Dilatation dans un stratifié carbone/époxy soumis à un flux de 60 kW.m^{-2} [33].

Ce type de dommage est largement favorisé par le ramollissement de la matrice et la perte de cohésion inter- et intra-laminaire. Le calcul des contraintes thermiques et la prédiction de ce type de rupture est possible jusqu'à une certaine température [45]. Au-delà de la température de décomposition de la matrice, il est nécessaire de prendre en compte les effets de la pyrolyse tels que la formation de char, le dégagement de gaz et l'augmentation de pression interne qui en résulte [30], [46], [47]. En effet la formation de ce type de délamination induit une résistance thermique.

Comme expliqué précédemment, la décomposition du matériau composite en char forme une zone fortement poreuse. Goodrich et Lattimer ont observé la formation de pores de l'ordre de 20 à 200 micromètres dans le cas d'un échauffement uniforme [48].

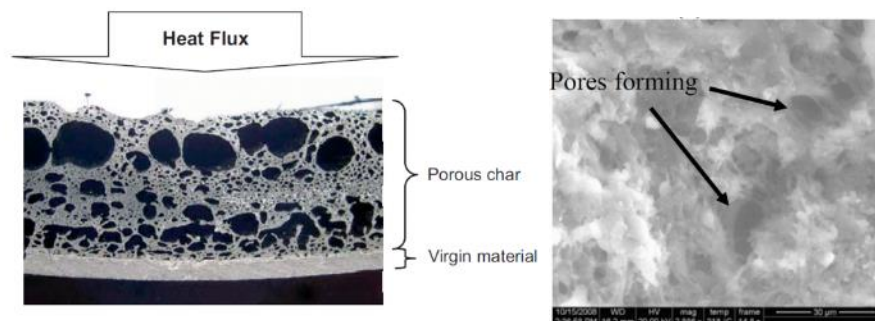


Figure 2-15 : Formation de pores dans un composite verre/vinylester [48].

D'une manière comparable aux fissures, ces pores sont susceptibles de croître de manière significative sous l'effet de la pression interne et de former une barrière thermique [27]. La croissance de cette couche résiduelle en face avant du composite (voir flèche sur la Figure 2-13 et Figure 2-15) présente également une perméabilité moindre comparativement à un réseau de fibres sans char. Ceci limite l'apport en oxygène et protège les fibres contre l'oxydation d'une part. Du fait de la limitation de l'échappement des gaz combustibles, cela réduit le dégagement de chaleur consécutif d'autre part. Les matériaux formant une quantité importante de char présentent logiquement de meilleures performances en terme de résistance au feu, c'est-à-dire des émissions réduites de fumée et de gaz toxiques, un temps d'inflammation plus long et une propagation de la flamme ralentie [20].

La mesure quantitative des déformations thermomécaniques évoquées dans ce paragraphe est un enjeu d'importance pour l'établissement de modèles thermiques et mécaniques et la prédiction du comportement des stratifiés soumis au feu.

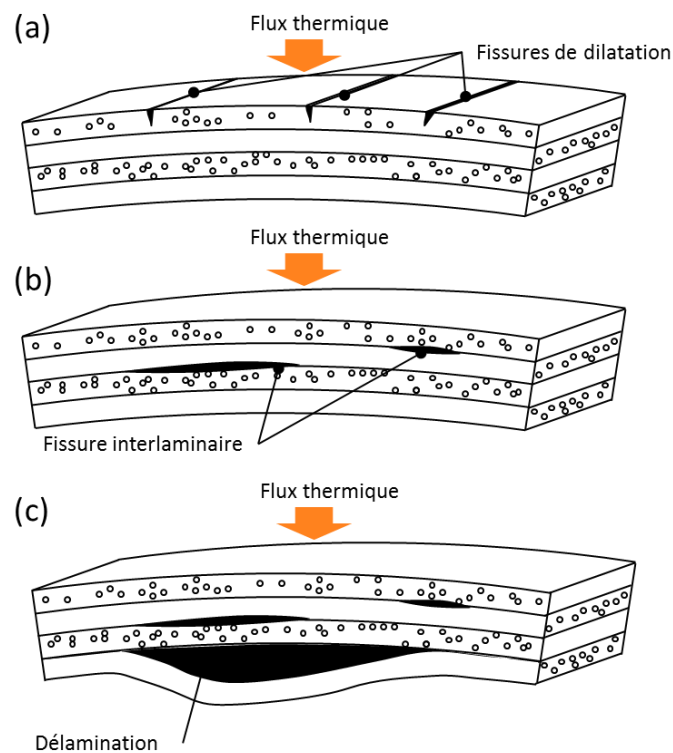


Figure 2-16 : Schéma des mécanismes de formation des fissures et des macro-pores (adapté de[29]).

Dimitrienko [29] propose un schéma de formation des dommages en fonction de leur séquence d'apparition avec, dans un premier temps, l'apparitions des fissures de dilatation thermique sur la face agressée (Figure 2-16 (a)) suivie, dans un second temps, par la délamination du composite stratifié (Figure 2-16 (b)) puis, enfin, la perte de stabilité des délaminations (Figure 2-16 (c)).

Les dégradations chimiques et les dommages décrits ci-dessus induisent un abatement significatif des propriétés mécaniques. La détermination des propriétés mécaniques consécutives à une agression thermique est l'objet de nombreuses recherches [15], [49]–[51].

d) *Mécanismes retardateurs de flamme*

Dans le but d'améliorer la réaction au feu des composites, des retardateurs de flamme sont souvent ajoutés. Ils peuvent être noyés dans la matrice, placés à l'interface entre les fibres et la matrice ou bien en surface du matériau. Cet aspect de la réaction au feu des matériaux composites est un pan important de la discipline. Bien que ce sujet ne fasse pas partie des axes de recherche de ce travail, il semble important de bien comprendre quels mécanismes sont utilisés pour la protection active ou passive contre les flammes. La majorité de ces mécanismes sont inhérents aux matériaux composites [52], [53].

On distinguera les charges actives des charges passives, chaque catégorie d'additif pouvant avoir un mode d'action dans la phase condensée ou dans la phase gaz [54]. On appelle charge passive un composant qui ne réagit pas chimiquement lors de la montée en température telle que les nano charges de clay ou de carbone. A contrario, les charges actives vont avoir une action chimique inhibant les réactions de combustion exothermiques et/ou produisant une réaction endothermique. Les charges actives les plus utilisées actuellement sont des dérivés halogénés ou phosphorés. Pour des raisons de santé publique, les recherches se concentrent actuellement sur des méthodes d'ignifugation sans phosphore, à base d'halogène ou d'hydroxydes métalliques. L'utilisation de charges passives est également étudiée. Enfin les systèmes intumescents développent une interface très poreuse entre la surface du matériau et son environnement, ce qui isole thermiquement de la source de chaleur.

Tableau 2-4 : Mode d'action des charges ignifugeantes [54].

Ignifugeants	Mode d'action
Action en phase condensée	
Hydroxydes métalliques	Dégradation endothermique de l'agent retardateur de flamme Formation d'une barrière de protection
Charges inertes	Dilution
Systèmes intumescents	Bouclier thermique
Action en phase gaz	
Dérivés halogénés	Inhibition radicalaire
Produits libérant de l'eau, du dioxyde de carbone...	Dilution

e) *Bilan concernant l'étude des mécanismes de dégradation thermique*

Ce paragraphe peut être résumé par un schéma simple reprenant différents mécanismes de dégradation et de décomposition thermique qui mènent à l'endommagement de la structure composite (Figure 2-17).

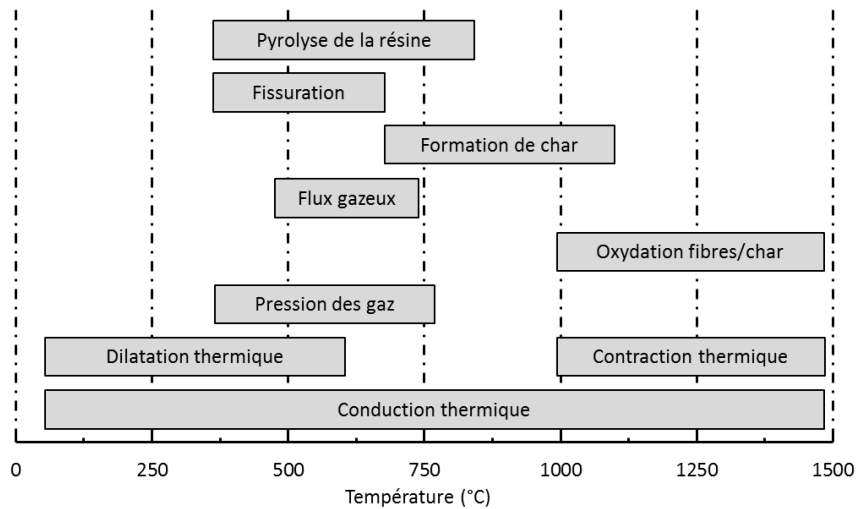


Figure 2-17 : Réponse d'un stratifié à fibre de verre à l'agression thermique (températures approximatives à titre indicatif) [20].

Ce schéma représente la température d'apparition des différents mécanismes mais ne rend pas compte des liens causes/conséquence ni de l'importance de certains mécanismes par rapport aux autres. De plus, il reste très général et mérite d'être détaillé pour les matériaux les plus couramment utilisés dans la construction aéronautique.

Enfin, la prédiction des réponses que peuvent avoir différents matériaux à des agressions thermiques différentes, nécessite l'emploi de montages expérimentaux qui sont présentés dans le paragraphe suivant.

2.2 Etat de l'art des moyens d'essai pour la résistance et la réaction au feu

Ce paragraphe traite des moyens expérimentaux utilisés dans le domaine de la recherche pour caractériser la résistance et la réaction au feu des matériaux composites. Dans le domaine de la sécurité incendie, la résistance et la réaction au feu sont deux notions distinctes. La réaction au feu caractérise la facilité d'un matériau à s'enflammer et à produire des gaz de pyrolyse. Différents critères de classification sont à retenir tels que le temps d'allumage, l'indice limite d'oxygène (LOI pour Limiting Oxygen Index), le taux de dégagement de chaleur maximal ou moyen (HRR pour Heat Release Rate). D'autres grandeurs permettent de mesurer des propriétés qui n'influencent pas la propagation du feu mais peuvent avoir des conséquences dramatiques pour la survie des passagers, en particulier la production de fumées opaques et toxiques. Pour caractériser ces propriétés, il existe de nombreux tests standardisés. Traditionnellement, les réglementations se basent sur des essais à l'échelle du matériau, typiquement une dizaine de centimètres et une centaine de grammes. Ces protocoles d'essais sont abondamment documentés [20], ils ne seront donc pas détaillés dans ce travail. Ils ont pour objectif principal de caractériser les matériaux composites et de les classer en fonction de leurs performances [1]–[3]. On peut citer le travail récent de Zhang et al. sur les composites aéronautiques à matrices thermoplastiques et thermodurcissables [40].

La résistance au feu représente le temps durant lequel un élément peut jouer un rôle de barrière au feu. Par extension, cette notion englobe la capacité du matériau à conserver ses propriétés mécaniques, thermiques et physico-chimiques durant l'agression thermique. Si les deux concepts, réaction et résistance, sont étroitement liés du point de vue de la dégradation du matériau, les essais expérimentaux pour leur caractérisation sont de conceptions différentes. L'étude de la résistance au feu considère le matériau comme un ensemble et les principaux tests déterminent le temps de perçage (si la flamme perce le matériau) et la température de la face opposée à la source de chaleur. Le cas échéant, l'étude peut se concentrer sur l'abatement des propriétés mécaniques (contrainte ultime, limite élastique, fatigue, fluage et autres) au cours de l'agression thermique [22], [55], [56] ou consécutivement à une agression thermique [49], [57], [58].

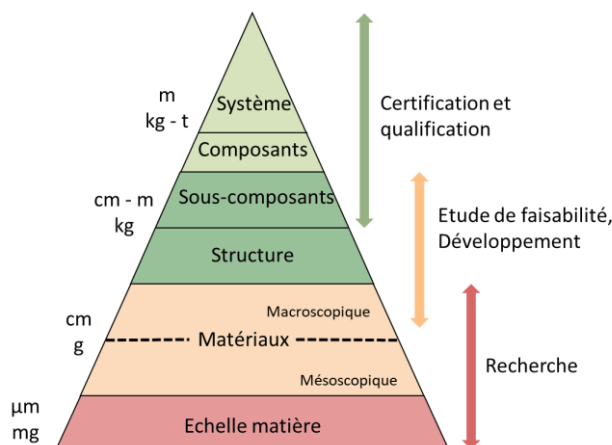


Figure 2-18 : Echelles de taille pour les mesures expérimentales de résistance au feu.

Le paragraphe suivant se concentre sur la présentation des moyens d'essais originaux pour la caractérisation de la réaction et de la résistance au feu des matériaux composites. Ces moyens d'essais vont de la plus petite échelle, l'échelle matière (quelques μm / mg) jusqu'à la plus grande, l'échelle système (de l'ordre du mètre et de la centaine de kilogrammes). Dans ce travail, les échelles seront divisées en quatre grandes familles comme présenté dans la Figure 2-18.

2.2.1 Caractérisation chimique et physique à l'échelle matière

Différentes techniques peuvent être utilisées pour caractériser les réactions de décomposition et les propriétés thermo-physiques des constituants à l'échelle de la matière. Les deux méthodes les plus importantes sont l'Analyse Thermogravimétrique (ATG) et la calorimétrie à balayage différentiel (DSC pour Differential Scanning Calorimetry). Les mesures dans la phase gazeuse : chromatographie en phase gazeuse ou spectrométrie de masse (GC et MS) sont également utilisées pour connaître la composition chimique des volatiles. Il est souvent nécessaire d'utiliser une combinaison de méthodes pour bien caractériser les mécanismes et les vitesses de réactions ainsi que le taux de carbonisation. Les propriétés thermiques et radiatives telles que la conductivité thermique k et l'émissivité ε peuvent être déterminées au moyen de différentes méthodes qui seront décrites ci-dessous.

i. Analyse thermogravimétrique non isotherme :

Les modèles de dégradation thermique de type Arrhenius requièrent trois paramètres : le facteur pré-exponentiel A , la fonction $f(\alpha)$ et l'énergie d'activation E_a . L'analyse thermogravimétrique permet une détermination indirecte de ces paramètres. L'appareil schématisé Figure 2-19 permet de mesurer la masse d'un échantillon de petite dimension, une dizaine de microgrammes typiquement, au cours d'un échauffement constant. Le choix d'échantillons de faible dimension permet de supposer l'élément comme étant thermiquement et chimiquement homogène. La plupart des appareils permettent une vitesse de chauffe de l'ordre de $50 \text{ K}\cdot\text{min}^{-1}$ jusqu'à 1500 K . Dans le cadre de l'étude des incendies, ces vitesses de chauffe peuvent être considérées comme faibles, certains appareils commerciaux montent alors à des vitesses de plusieurs centaines de Kelvin par minute [59].

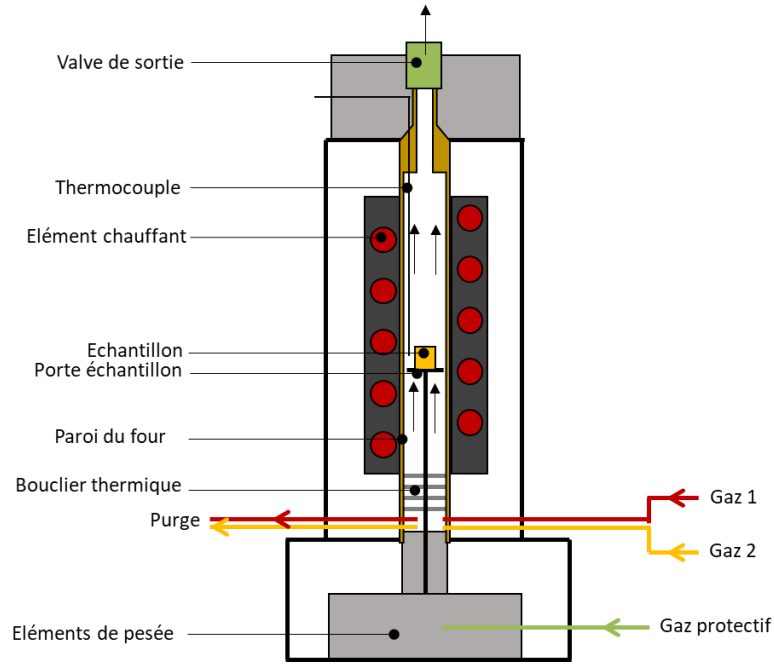


Figure 2-19 : Schéma d'un appareil d'analyse thermogravimétrique.

Afin d'isoler les réactions de pyrolyse et d'oxydation, il est possible de caractériser la perte de masse sous une atmosphère inerte en remplissant le four d'azote. L'essai est ensuite répété sous une atmosphère oxydante (air) pour faire apparaître les réactions d'oxydation. Le résultat de l'essai consiste en une série de courbes de perte de masse en fonction de la température (voir Figure 2-20). Le taux de perte de masse (MLR pour Mass Loss Rate) met en évidence les deux principales étapes successives de la décomposition sous oxygène pour le matériau considéré.

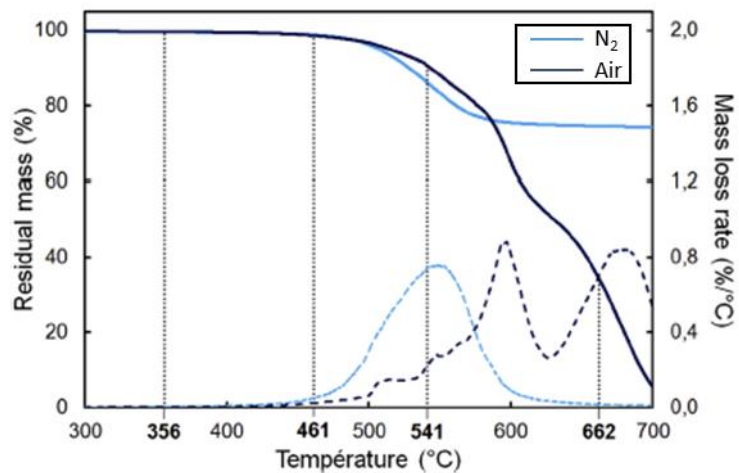


Figure 2-20 : Analyse thermogravimétrique sous azote et sous air (carbone/PPS) [15].

Afin d'extraire les constantes cinétiques de la dégradation à partir de l'analyse thermogravimétrique, différentes méthodes coexistent. Les méthodes isoconversionnelles et par optimisation sont décrites dans le paragraphe 2.3.

ii. Mesure de capacité calorifique par DSC :

L'analyse par DSC permet de déterminer la capacité calorifique d'un échantillon de matériau. L'appareil de DSC, illustré Figure 2-21, est composé d'un plateau permettant de mesurer le flux de chaleur échangé par l'échantillon au cours d'un chauffage à vitesse constante et d'un plateau de référence.

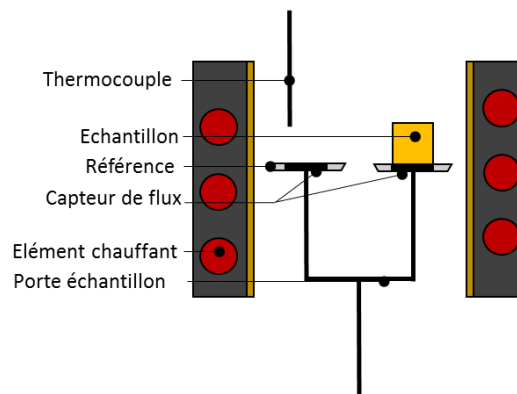


Figure 2-21 : Schéma d'un appareil de DSC.

Dans le cas des polymères dégradables, l'analyse se fait en deux étapes afin de déterminer la capacité d'un échantillon vierge jusqu'à la température de dégradation. Dans un second temps, la mesure est faite sur un échantillon préalablement dégradé. L'utilisation d'un STA (Simultaneous Thermal Analyser) permet de coupler les mesures d'ATG et de DSC afin de déterminer également les chaleurs de réaction.

La mesure par DSC permet donc de déterminer la capacité calorifique et la chaleur de réaction, en couplant les résultats avec une analyse thermogravimétrique. Néanmoins pour la DSC comme pour l'ATG, les mesures sont conditionnées par la prise en compte d'hypothèses fortes parmi lesquelles la considération d'un échantillon thermiquement mince dans lequel la diffusivité thermique et les transferts de masse sont négligeables. Ces hypothèses sont justifiées pour des vitesses de chauffe faibles mais discutables dès que la vitesse de chauffe est de l'ordre de $50 \text{ K}\cdot\text{min}^{-1}$ ou plus.

iii. Mesure de conductivité et diffusivité thermique :

La mesure de conductivité thermique peut être effectuée par différentes méthodes stationnaires ou instationnaires. Les méthodes stationnaires les plus courantes sont celles de types plaques chaudes gardées (PCG) ou fluxmétriques. La méthode des plaques chaudes gardées consiste à maintenir un échantillon entre une plaque chauffée par effet Joule et une plaque froide dont la

température est contrôlée [60], [61]. La mesure du flux thermique vers la plaque froide permet, par l'application de la loi de Fourier, une quantification de la conductivité thermique pour une température fixée (faible écart de température entre les plaques). Les méthodes instationnaires permettent de quantifier la diffusivité thermique $a = k/\rho c_p$ en appliquant une source de chaleur sur une face de l'échantillon, la température est mesurée simultanément par thermocouple ou par thermographie infra-rouge [61]. Dans le cas de la méthode flash, la source de chaleur est souvent un laser et la température est mesurée sur la face opposée. Pour la méthode par fil chaud, un élément chauffé par effet joule est utilisé comme source de chaleur et la température est mesurée sur la même face à une distance connue de l'élément chauffant. L'évolution dans le temps de la température dépend de la diffusivité thermique a . La connaissance préalable de la densité et de la capacité calorifique de l'échantillon permet de calculer la conductivité thermique du matériau.

Dans certains cas, ces méthodes sont limitées quant à leur plage de température d'utilisation ou inadaptées pour étudier les constituants du matériau composite et/ou le matériau lui-même quand il se dégrade. De plus ces méthodes classiques ne permettent de caractériser la conductivité thermique que dans une direction comme le montre le Tableau 2-5. Or, la plupart des composites présentent des propriétés orthotropes, impliquant des valeurs différentes de conductivité thermique dans les 3 directions.

Tableau 2-5 : Principales techniques de mesure de conductivité thermique.

Technique	Mesure	Plage de mesure	Dimension	Principe	Direction de mesure
Plaques chaudes	k	<1.5 W.m ⁻¹ .K ⁻¹	10 mm	Stationnaire	Epaisseur
Fil chaud	k	<1.5 W.m ⁻¹ .K ⁻¹	5 mm	Transitoire	Plan
Laser flash	a	10 ⁻⁷ à 10 ⁻³ m ² .s ⁻¹	0.5 mm	Transitoire	Epaisseur

Il existe quelques appareils originaux permettant une estimation de la conductivité thermique à hautes températures. Ces appareils sont basés sur le principe des plaques chaudes gardées [62] ou bien sur le principe de la méthode flash.

iv. Mesure d'émissivité globale :

Les échanges thermiques par rayonnement sont importants à hautes températures, à l'intérieur du matériau mais surtout à la surface exposée au feu (voir Figure 2-9). Afin de caractériser ces flux thermiques par rayonnement, il est nécessaire de connaître les propriétés radiatives du matériau. Ces propriétés radiatives sont l'émissivité ϵ_λ , l'absorptivité α_λ , la réflectance ρ_λ et la transmittance τ_λ et elles sont fonction de la longueur d'onde considérée λ et de la température T . Les énergies absorbées, réfléchies et transmises sont liées par une relation de conservation de l'énergie et la loi de Kirschoff :

$$\rho_\lambda + \alpha_\lambda + \tau_\lambda = 1 \quad 2-1$$

$$\epsilon_\lambda = \frac{(1 - \rho_\lambda)(1 - \tau_\lambda)}{1 - \rho_\lambda \tau_\lambda} \quad 2-2$$

Dans le cas des matériaux parfaitement opaques, la transmittance est nulle et les lois de Kirschhoff et de conservation de l'énergie s'écrivent alors :

$$\varepsilon_\lambda + \rho_\lambda = 1 \quad 2-3$$

$$\text{et } \alpha_\lambda = \varepsilon_\lambda \quad 2-4$$

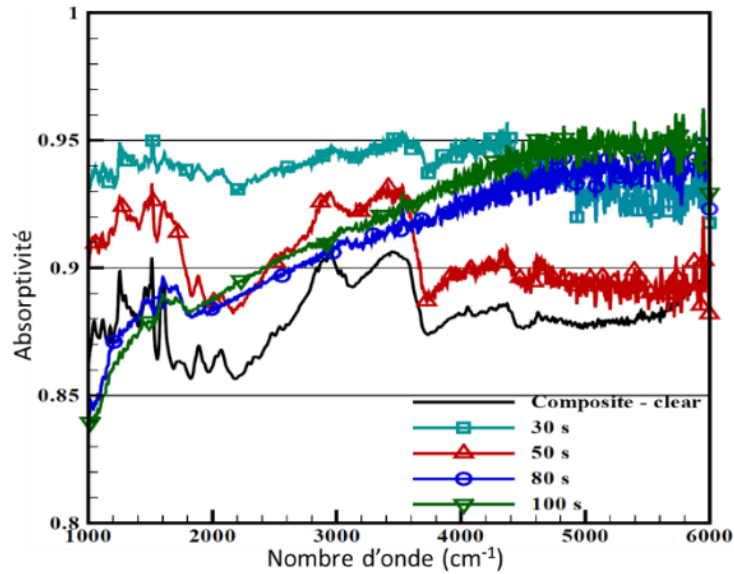


Figure 2-22 : Evolution de l'absorptivité spectrale d'un carbone/époxy après avoir été soumis à un flux de 65 kW.m^{-2} [63].

On appelle corps noir tout corps opaque dont l'émissivité est égale à un quelle que soit la longueur d'onde et corps gris un corps d'émissivité constante et inférieure à un. Le flux énergétique total W émis par un corps gris varie en fonction de sa température, en suivant la loi de Stephan-Boltzmann :

$$W = \varepsilon \sigma T^4 \quad 2-5$$

Avec σ la constante de Stephan-Boltzmann et ε l'émissivité totale, c'est-à-dire intégrée sur toutes les longueurs d'onde. La mesure d'émissivité peut se faire de manière directe, en comparant le rayonnement émis par la surface d'un échantillon avec une surface de référence dont l'émissivité est connue. On utilise pour mesurer l'émission, un pyromètre infrarouge, la température de surface étant contrôlée par un thermocouple.

Une alternative à cette mesure directe consiste à déterminer l'absorptivité qui est égale à l'émissivité pour un matériau opaque (équation 2-4). L'absorptivité est déterminée en mesurant la réflectivité de la surface. Une source de lumière est émise en direction de la surface et l'intensité lumineuse réfléchie est alors mesurée au moyen d'un spectromètre. On peut citer les travaux de Boulet et al. [63] qui a mesuré, à la température ambiante, les propriétés optiques d'un carbone/époxy à différents stades de dégradation (Figure 2-22). Il a notamment été montré que l'absorptivité du carbone/époxy variait relativement peu avec la longueur d'onde, permettant de faire l'hypothèse du corps gris. Boulet et al. soulignent que cette hypothèse est aussi valable pour

un matériau décomposé, dont la valeur de α n'est que légèrement plus élevée par rapport à un matériau vierge. Toutefois, ces résultats ont été obtenus à froid et la mesure de l'émissivité ou de l'absorptivité à haute température reste un problème non résolu.

Enfin, de nombreux auteurs préfèrent s'affranchir des mesures complexes d'émissivité en appliquant une peinture à haute émissivité dont la valeur est connue à la température ambiante [33]. La question précédente demeure : quelle est la valeur de cette émissivité à haute température et reste-t-elle représentative au cours de la dégradation du matériau ?

Ce paragraphe présente un aperçu des appareils qui seront évoqués par la suite. Il existe cependant d'autres appareils, détaillés dans la littérature scientifique [67], permettant de mesurer les propriétés thermo-chimiques à l'échelle de la matière. Parmi ceux-ci on peut citer le « Micro-scale Combustion Calorimeter » [64] permettant de mesurer le taux de dégagement de chaleur, ou la plateforme « ESEM » [48] permettant l'observation de la microstructure en cours de décomposition au moyen d'un microscope électronique expérimental.

2.2.2 Caractérisation chimique et physique à l'échelle matériau

Comme l'illustre la section précédente, la mesure des propriétés physico-chimiques à l'échelle de la matière est complexe, les hautes températures spécifiques aux incendies et l'hétérogénéité des matériaux composites rendent ces mesures d'autant plus difficiles. La mesure précise de ces propriétés est donc souvent limitée par des contraintes techniques. De plus, il est souvent impossible d'isoler chaque constituant du matériau (vierge puis dégradé) pour mesurer les caractéristiques physico-chimiques de ceux-ci. Enfin, la mesure des propriétés physico-chimiques au moyen d'expériences séparées ne prend pas en compte les mécanismes de couplages et les effets d'échelles. En pratique, les expériences à l'échelle de la matière permettent de proposer des modèles de pyrolyse 0D.

Des expériences complémentaires à l'échelle du matériau sont donc nécessaires. Ce type d'expérience peut avoir deux objectifs ; fournir des informations globales au moyen de méthodes inverses [34] et valider les modèles numériques à une échelle intermédiaire. Les expériences à l'échelle du matériau présentent plusieurs avantages, les essais sont faits dans des conditions plus proches des conditions d'incendies avec des échantillons qui sont le plus souvent thermiquement épais et présentent donc des gradients thermiques et des inhomogénéités chimiques lors de la dégradation. La réalisation de ces essais en laboratoire permet aussi de bien maîtriser les conditions aux limites et permettent de caractériser les phénomènes de diffusion (conduction thermique, flux de gaz de pyrolyse) en fonction de l'épaisseur du matériau à l'aide d'outils d'analyse numérique. La petite taille des échantillons permet de produire un grand nombre d'essais pour un coût raisonnable comparativement aux essais aux plus grandes échelles. Cependant la considération de coupons de petites dimensions comporte également certains inconvénients. Ces montages ne permettent pas d'étudier la propagation de flamme et considèrent souvent une source de chaleur idéale.

L'outil conventionnel permettant les mesures à l'échelle du matériau est le calorimètre à cône. Cet appareil consiste en une résistance électrique qui permet de chauffer l'échantillon par rayonnement. Le cône est utilisé pour étudier des échantillons d'une surface de $100 \times 100 \text{ mm}^2$ et permet de générer un flux allant généralement de 25 à 100 kW.m^{-2} . Dans la pratique, le montage comporte également l'instrumentation nécessaire pour la mesure de grandeurs telles que la température ou la masse au cours de l'agression. Dans certains cas, le cône chauffant et l'échantillon sont placés dans une enceinte fermée, ce qui permet de contrôler l'atmosphère par l'ajout d'un flux de gaz, c'est le cas du banc CAPA (Controlled Atmosphere Pyrolysis Apparatus) de l'université du Maryland [33], dont le fonctionnement est illustré Figure 2-23.

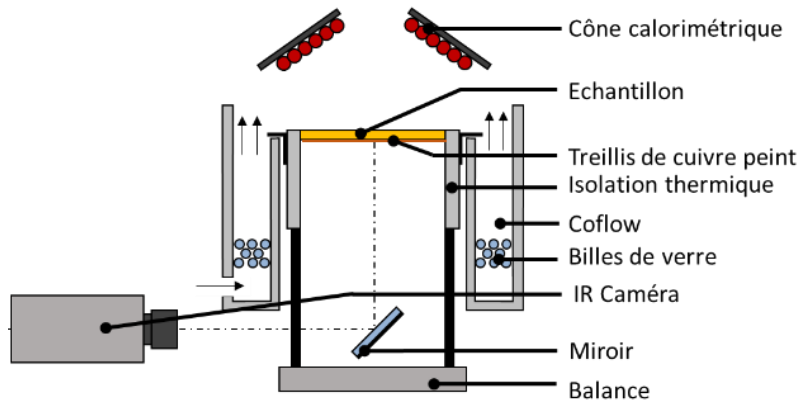


Figure 2-23 : Schéma du banc CAPA (adapté de [33]).

D'autres bancs de mesures utilisent une flamme générée par un brûleur comme source de chaleur [4], [44], [65]. L'utilisation de ce type de brûleur permet de monter à des flux thermiques plus importants de l'ordre de 100 à 200 kW.m^{-2} . Le montage présenté Figure 3-1 représente le banc d'essai du projet AircraftFire [4] qui a été utilisé dans ce travail et qui permet les mesures de températures et de masse en cours de dégradation thermique. La conception du brûleur permet également de contrôler le taux d'oxygène dans les gaz chauds au moyen d'une injection d'air secondaire. Un flux parallèle d'azote est utilisé pour éviter le mélange des gaz chauds en sortie du brûleur avec l'air ambiant. Les mesures présentées dans ce travail sont issues d'essais réalisés sur le banc du projet AircraftFire, une description détaillée du montage est donnée dans le chapitre 4.

Les dispositifs précédents [4], [33], [44], [65] permettent la mesure de la perte de masse de l'échantillon en cours de dégradation. Cette information permet, en particulier, de mesurer la production de char de l'échantillon et de déterminer le taux de dégagement de chaleur au cours de l'essai. Dans ces montages, une caméra thermique mesure le champ de températures en face arrière de l'échantillon. La mesure de température en face arrière est une information importante pour déterminer les propriétés thermochimiques par méthodes inverses [33], [34].

Afin d'atteindre des flux thermiques plus élevés encore [86], il est possible d'utiliser un rayonnement LASER [24], [66]. Ce type de sources, contrairement aux exemples précédents, produit un flux thermique sur une surface de petite dimension devant la taille de l'échantillon. Dans ces conditions, les transferts thermiques ne peuvent plus être considérés comme 1D selon

l'épaisseur du matériau. La Figure 2-24 schématise le banc BLADE (Banc LASER de Dégradation) de l'ONERA [24]. Ce dispositif permet de contrôler l'atmosphère et la pression ambiante lors de l'agression thermique par un LASER, tout en mesurant la température en face arrière de l'échantillon.

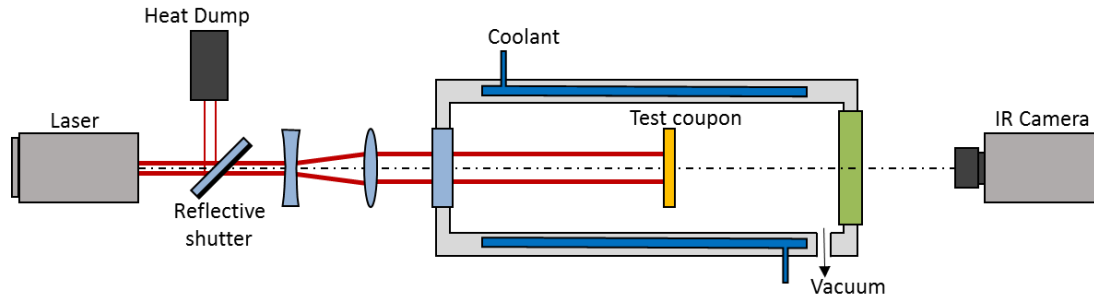


Figure 2-24 : Schéma du Banc Laser de Dégradation [24].

2.2.3 Essais à l'échelle assemblage

Dans le cadre de la certification au feu pour l'aéronautique, il existe des tests réalisés sur de petits échantillons, pour les câbles électriques ou les matériaux de cabine par exemple, ainsi que des essais à l'échelle d'un élément ou d'un assemblage. Les pièces du moteur et de la nacelle en particulier sont soumises à des tests à l'échelle de l'assemblage pour la pénétration au feu (ISO 2685 et AC 20-135 chg1). En 2019, la norme européenne pour le test de résistance au feu ISO 2685 autorise l'utilisation de deux brûleurs différents (Figure 2-25). Un brûleur fonctionnant au propane (SAE AS401B) et un brûleur fonctionnant au kérosène (Park DPL 3400). En revanche, depuis octobre 2018, l'utilisation d'un brûleur gaz est rejetée par la norme américaine AC 20-135 chg 1. Pour des conditions de calibrage identiques, température homogène de 1100 °C et flux thermique moyen de 115 kW.m⁻², LeNeve [67] montre que les essais de temps de perçage apportent des résultats différents en fonction du brûleur utilisé. Ces résultats peuvent en partie s'expliquer par un certain nombre d'hypothèses simplificatrices lors de l'étalonnage de la densité de flux thermique et de la température de flamme du brûleur [68]. En effet, les normes ne prévoient pas de correction de rayonnement pour la mesure de température par thermocouple. Le coefficient de transfert thermique pour la mesure de flux au moyen d'un tube calorimétrique prévu par les normes [69], [70] est considéré de façon très rudimentaire.

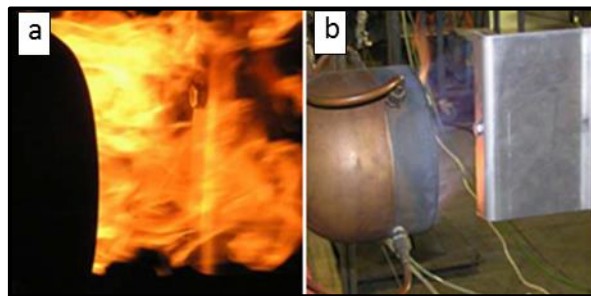


Figure 2-25 : Essais expérimentaux sur un assemblage boulonné, a) brûleur kérosène Park DPL 3400, b) brûleur propane SAE AS401B [67].

Ayant constaté un certain nombre de défauts sur le fonctionnement du brûleur Park DPL 3400, un nouveau brûleur alimenté au kérosène (NextGen) est développé actuellement par la FAA. Ce type de brûleur a également été utilisé récemment pour comparer la réaction au feu de plusieurs matériaux composites [71], [72] ou pour effectuer des essais de compression sous agression thermique sur des assemblages de grande dimensions [22]. Par rapport aux essais précédents (2.2.2), ces tests à l'échelle intermédiaire sont coûteux et une instrumentation fine est difficile à mettre en œuvre. Ils sont cependant indispensables pour tester puis pour valider des sous-systèmes ou des assemblages. Par exemple, l'effet des structures de renforts sur la résistance au feu est étudié à l'échelle de l'assemblage dans la référence [22].

2.2.4 Essais taille réelle

Les essais à très grande échelle sont très rares en raison de la logistique et du coût que ceux-ci peuvent engendrer. La FAA possède des installations permettant de réaliser des essais sur différentes tailles de fuselage (DC-10 et 707). La Figure 2-26 présente deux reconstitutions de fuselage pour les essais de la FAA.



Figure 2-26 : FAA William J. Hughes Technical Center.

Les objectifs de cette installation sont de déterminer les critères de validation pour la certification de matériaux et des assemblages, de tester l'efficacité des systèmes de prévention passifs (barrière anti-feu) et actifs (détection, extinction) dans des conditions réelles. Ces installations sont peu utilisées pour des campagnes de mesures expérimentales. Elles sont essentiellement utilisées dans un objectif de formation à la lutte contre les incendies par les pompiers.

2.3 Modélisation numérique de la pyrolyse et de la dégradation

La compréhension des phénomènes complexes expliqués dans le paragraphe 2.1 et la prévision de leur apparition est un enjeu de taille pour le développement de nouveaux matériaux composites. La recherche dans ce domaine adopte le plus souvent une approche multi-étapes couplant expériences et simulations numériques afin d'améliorer puis de valider les modèles numériques. Les montages expérimentaux allant des plus petites aux plus grandes échelles sont détaillés dans le paragraphe précédent. Ces expériences ont pour objectif, dans un premier temps, de fournir les mesures des propriétés physiques et chimiques caractérisant les matériaux et dans un second temps, sont nécessaires à la validation des modèles.

Les modèles présentés permettent la prédiction du comportement d'un matériau soumis au feu (émission de gaz toxiques, maintien de la barrière thermique, résistance mécanique) en fonction du temps ou de la température, et cela avec un coût moindre que les essais réels. Tous les modèles présentent une structuration semblable, qui est illustrée dans la Figure 2-27 ,permettant le couplage de la chimie, de la thermique et éventuellement d'autres aspects.

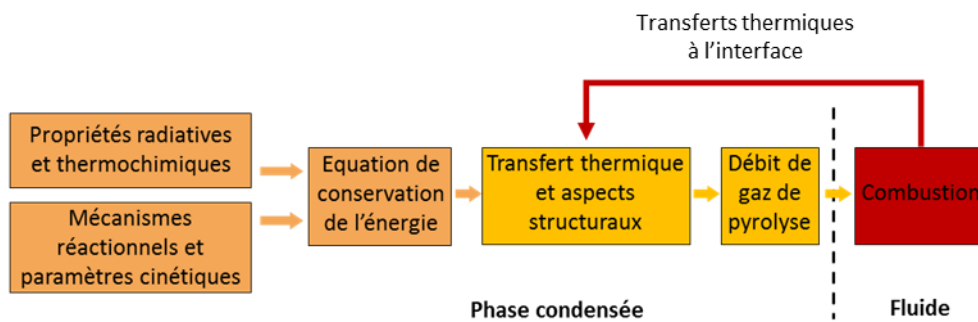


Figure 2-27 : Représentation simplifiée d'un modèle de décomposition thermique[41].

Les équations de bilan résolues par ces modèles sont :

- équation de conservation de l'énergie (T)
- équation de conservation des espèces (Y_i)
- équation de conservation de la masse (\dot{m})
- équation de conservation de la quantité de mouvement (V)

Au fur et à mesure des évolutions et des développements des modèles numériques, une partie ou l'ensemble de ces équations sont résolues. Beaucoup d'approches ne considèrent qu'une seule dimension, dans le sens du flux thermique appliqué. Chaque équation bilan est résolue en appliquant des méthodes numériques de discrétisation temporelle et spatiale sur un maillage.

Les premiers modèles numériques utilisés pour calculer la réponse au feu des matériaux composites datent des années 1970 [73], [74], période à laquelle ils font leur apparition pour la conception de boucliers thermiques dans l'aérospatial. L'équation de la chaleur 2-6 est résolue

sous sa forme instationnaire selon une dimension, dans l'épaisseur du matériau x . La dégradation thermochimique est également résolue, elle est modélisée par une réaction d'Arrhenius (équation 2-7). L'équation 2-8 permet de garantir la conservation de la masse.

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) - \dot{m}_g c_{p_g} \frac{\partial T}{\partial x} - \frac{\partial \rho}{\partial x} (Q + h - h_g) \quad 2-6$$

$$-\frac{\partial}{\partial t} (\bar{\rho}) = \rho_r Y_r \left(\frac{\bar{\rho} - \rho_p Y_p}{\rho_r Y_r} \right)^n A \exp \left(\frac{-E_a}{RT} \right) \quad 2-7$$

$$\frac{\partial \dot{m}_g}{\partial x} = -\frac{\partial \bar{\rho}}{\partial t} \quad 2-8$$

où $\bar{\rho}$ représente la masse volumique du composite, h l'enthalpie du composite, h_g l'enthalpie des gaz de décomposition, k la conductivité thermique, \dot{m}_g le débit massique des gaz de décomposition par unité de surface et Q la chaleur de réaction. ρ_r, Y_r, ρ_p et Y_p représentent respectivement la masse volumique et la fraction massique des réactifs et des produits.

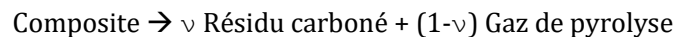
2.3.1 Modélisation de la cinétique chimique

Comme expliqué précédemment, les processus de dégradation puis de décomposition thermique de la matière sont nombreux et complexes. Ils impliquent une multitude de sous réactions et sous-produits présents à l'état solide, liquide ou gazeux. La simulation numérique de ces transformations nécessite de choisir un modèle de chimie et des équations adaptées. Les modèles de chimie peuvent être décrits en quatre étapes :

- i. Un modèle de mécanisme réactionnel
- ii. Un modèle de cinétique chimique
- iii. Une fonction de conversion
- iv. Un triplet de paramètres cinétiques

i. Modèle de mécanisme réactionnel :

Le premier prérequis à la modélisation de la cinétique chimique est la définition des réactifs, des produits et des mécanismes réactionnels. En 1985, Henderson [75] propose un premier modèle qui prend en compte deux constituants solides (matériau vierge et matériau dégradé) avec le mécanisme réactionnel suivant :



où ν représente le coefficient stœchiométrique.

Cette approche, généralement appelée Lumped Parameter Approach (LPA), considère un matériau unique et homogène, la décomposition thermique est celle de ce pseudo-matériau. Le modèle ci-dessus permet de décrire d'un point de vue macroscopique l'évolution massique globale. Ce modèle est relativement utilisé car il permet de calculer la perte de masse et

l'abattement des propriétés mécaniques en fonction de la température avec des résultats satisfaisants pour un coût raisonnable en ressource numérique. Les travaux de Gibson, Mouritz et Feih peuvent être cités à titre d'exemple [76]–[78]. Le Tableau 2-6 présente un autre exemple de modèle LPA considérant quatre réactions, six constituants en phase condensée et quatre volatiles.

Tableau 2-6 : Mécanisme réaction pour une approche LPA [30].

k	Reaction equation
1	$\text{Composite}_{\text{Virgin}} \rightarrow 0.989 \text{ Composite}_{\text{Int1}} + 0.011 \text{ Composite}_{\text{Vol1}}$
2	$\text{Composite}_{\text{Int1}} \rightarrow 0.902 \text{ Composite}_{\text{Int2}} + 0.098 \text{ Composite}_{\text{Vol2}}$
3	$\text{Composite}_{\text{Int2}} \rightarrow 0.911 \text{ Composite}_{\text{Int3}} + 0.089 \text{ Composite}_{\text{Vol3}}$
4	$0.5 \text{ Composite}_{\text{Int3}} + 0.5 \text{ Composite}_{\text{Int4}} \rightarrow 0.888 \text{ Composite}_{\text{Residue}} + 0.112 \text{ Composite}_{\text{Vol4}}$

Les pseudo-constituants utilisés dans cette approche sont fictifs, ils permettent d'optimiser finement le modèle pour décrire avec plus de précision l'évolution du front de pyrolyse et la production des volatiles. Cependant, le modèle ne fournit pas d'information sur la proportion des différents constituants réels au cours du temps. Il est cependant possible de décrire le mécanisme réactionnel par l'utilisation d'une approche constituants, traduisant l'évolution de chaque constituant chimique. La dégradation des matériaux composites est souvent décrite en utilisant les constituants fibres, résine et char. Enfin une description plus réaliste, appelée approche fonctionnelle, décrit la décomposition thermique par groupe fonctionnel lorsque ceux-ci sont bien identifiés. L'approche fonctionnelle sera utilisée pour décrire la chimie des combustibles solides par exemple [79].

ii. Modèle de cinétique chimique :

La modélisation mathématique de chaque réaction chimique nécessite la définition d'un taux d'avancement ou taux de réaction α tel que :

$$\alpha = \frac{m_i - m_T}{m_i - m_f} \quad 2-9$$

où m_i représente la masse initial de réactif, m_f la masse finale et m_T la masse pour une température T quelconque.

L'évolution du taux de réaction en fonction de la température est décrite par un modèle de cinétique chimique :

$$\frac{d\alpha}{dt} = g_k(T) f_k(\alpha) \quad 2-10$$

Pour chaque réaction k considérée, la constante de vitesse $g_k(T)$ est traditionnellement décrite par une loi d'Arrhenius :

$$g_k(T) = A_k \exp\left(\frac{-E_{a,k}}{RT}\right) \quad 2-11$$

La constante pré-exponentielle A (s^{-1}), et l'énergie d'activation E_a (J) seront déterminées avec des méthodes détaillées dans le paragraphe iv.

iii. Fonction de conversion :

La fonction $f(\alpha)$ utilisée dans l'équation 2-10 est appelée fonction de conversion ou modèle réactionnel [17], [41]. Il existe une multitude de formulations possibles pour décrire le modèle réactionnel, les plus couramment utilisés sont répertoriés dans le Tableau 2-7.

Tableau 2-7 : Modèles réactionnel pour la réaction de pyrolyse

Modèle	$f(\alpha)$
Réaction d'ordre n	$(1 - \alpha)^n$
Fonction puissance de n	$n \alpha^{(1-\frac{1}{n})}$

La détermination de la fonction de conversion et des constantes de la loi d'Arrhenius (équation 2-11) se fait souvent simultanément, on parle alors de triplet de constantes : n , A et E_a .

iv. Détermination de A, E_a et $f(\alpha)$:

On rencontre principalement, deux méthodes pour analyser la décomposition thermique des solides dans le cas des incendies : l'approche par optimisation (quelque fois appelée modélistique) et la méthode isoconversionnelle.

L'approche par optimisation consiste à sélectionner le triplet A , E_a , $f(\alpha)$ qui permet de décrire au mieux la perte de masse ou le taux de perte de masse mesurés expérimentalement. Dans certains cas, le coefficient stœchiométrique est déterminé simultanément, portant le nombre d'inconnues à quatre.

Les modèles isoconversionnels permettent d'obtenir l'évolution de l'énergie d'activation en fonction du degré de conversion de la réaction par résolution mathématique directe. La méthode historique de Ozawa-Flynn-Wall [80], [81] est une méthode de conversion linéaire basée sur l'équation suivante :

$$\ln \beta = c - a \frac{E_a}{RT}; \text{ pour } \alpha \text{ donné} \quad 2-12$$

où β est la vitesse de chauffage. La courbe $\ln \beta = f(1/T)$ est alors une droite de pente proportionnelle à E_a . Comme pour l'approche par optimisation, ces méthodes présupposent une relation de type Arrhenius. Les méthodes isoconversionnelles classiques sont simples à mettre en œuvre mais sont souvent insuffisantes pour décrire des mécanismes réactionnels complexes car elles ne permettent pas de prendre en compte des réactions multiples [41].

Actuellement, la détermination des paramètres est souvent faite au moyen d'un algorithme d'optimisation. Les méthodes récentes utilisent les algorithmes de type génétique [34], Shuffeld Complex Evolution, ou essais de particules. Ces algorithmes cherchent à minimiser une fonction d'optimisation pour obtenir une adéquation entre perte de masse expérimentale et modélisée. Cette méthode est particulièrement adaptée pour décrire les mécanismes à plusieurs étapes de réaction mais peut demander des ressources de calculs importantes. L'équation de conservation de la masse pour un schéma d'ordre n à N réactions et faisant intervenir M constituants s'écrit alors :

$$-\frac{\partial}{\partial t}(\bar{\rho}) = \sum_{k=1}^N \left[\left(\prod_{i=1}^M (\rho_i Y_i)^{n_{i,k}} \right) A_k \exp\left(\frac{-E_{a,k}}{RT}\right) \right] \quad 2-13$$

Où ρ_i et Y_i sont respectivement la densité et la fraction massique des constituants i . Pour chaque réaction k , il faut alors définir un triplet ordre de réaction n , coefficient pré-exponentiel A et énergie d'activation E_a .

2.3.2 Propriétés thermiques des mélanges

La prise en compte, dans les équations de bilans 2-6 et 2-7, des différents réactifs et produits nécessite la connaissance des propriétés thermiques de chaque constituant. Ces propriétés thermiques peuvent être déterminées expérimentalement. La capacité calorifique C_p est mesurée par DSC (voir paragraphe 2.2). La capacité du mélange est ensuite directement proportionnelle à la fraction massique de chaque constituant. La conductivité thermique peut être mesurée de différentes manières (voir paragraphe 2.2).

Le calcul de la conductivité du mélange est plus délicat que celui de la capacité calorifique, il s'agit d'un problème classique d'homogénéisation avec, encore à l'heure actuelle, des questions non résolues [82], [83]. Plusieurs modèles sont envisageables. Ces modèles supposent un certain nombre d'hypothèses. En particulier, on suppose une distribution homogène des composants dans le volume de calcul ainsi qu'une température homogène.

Dans un milieu à plusieurs composants, la conductivité thermique k est calculée par une loi des mélanges où interviennent k_i la conductivité du composant i et Y_i sa fraction massique. Il existe deux cas extrêmes :

$$\text{Loi des mélanges parallèle : } \overline{k_{//}} = \sum_{i=1}^M k_i Y_i \quad 2-14$$

$$\text{Loi des mélanges en série : } \frac{1}{\overline{k_{\perp}}} = \sum_{i=1}^M \frac{Y_i}{k_i} \quad 2-15$$

Bien que la loi parallèle a tendance à maximiser le coefficient thermique global, elle est souvent utilisée pour prédire la conductibilité des composites [21], [84]. D'autres lois de mélanges sont parfois utilisées, en particulier les lois de Maxwell et Russell. La Figure 2-28 présente l'évolution

de la conductivité pour différentes lois de mélanges dans un matériau constitué d'une matrice de conductivité $k_{matrice}$ chargée de renforts de conductivité k_{charge} . On peut également citer le travail de thèse de Valentin Biasi [16] qui a étendu l'approche de Mori-Tanaka [83], [85] au calcul de conductivité thermique pour l'étude de la dégradation des matériaux composites.

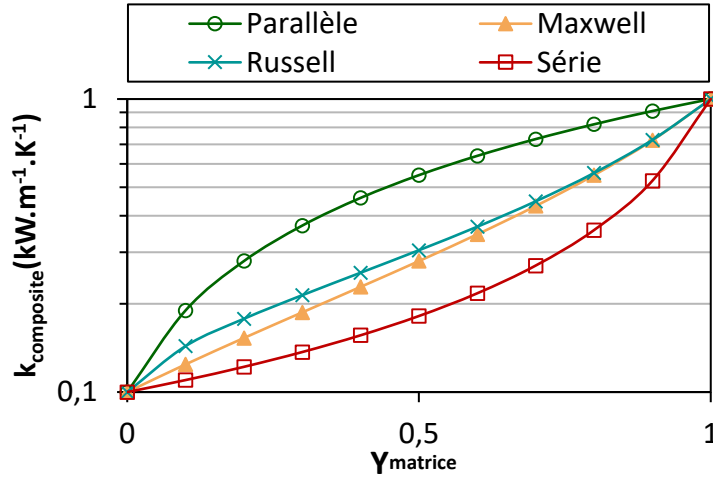


Figure 2-28 : Comparaison des lois de mélanges usuelles pour $k_{matrice}=0.1$ et $k_{charge}=1$.

2.3.3 Considération de la porosité dans le transfert thermique

Les modèles d'homogénéisation présentés précédemment permettent de décrire le transfert thermique dans un matériau composite dégradé. Cependant, seuls, ils ne permettent pas la modélisation de certains effets de la dégradation tels que la formation de pores et de fissures. Or, les travaux de Smith et al. [86] montrent que des transferts thermiques par convection apparaissent dans les pores dont la dimension est de l'ordre de 5 mm et plus, puis les transferts radiatifs deviennent prépondérants pour des températures élevées indépendamment de la taille des pores [86], [87]. Afin de rendre compte du transfert thermique par rayonnement dans un solide poreux, la conductivité thermique effective est souvent modélisée par un polynôme d'ordre trois. Lautenberger et al. [84] introduisent, pour chaque gaz de pyrolyse j , une conductivité thermique radiative équivalente $k_{j,rad}$ qui est une fonction de la constante empirique γ_j :

$$k_{j,rad}(T) = \gamma_j \sigma T^3 \quad 2-16$$

Cette conductivité thermique radiative équivalente est ensuite introduite dans l'équation d'homogénéisation au sein d'une loi des mélanges en parallèle qui prend en compte tous les composants solides et gazeux :

$$\overline{k}(T) = \sum_{i=1}^M Y_i k_i + \sum_{j=1}^N Y_j k_{j,rad} \quad 2-17$$

Les modèles ci-dessus supposent un certain nombre d'hypothèses fortes telles que l'absence de variation de volume, une distribution homogène des pores gazeux dans le solide et un équilibre thermique entre la phase gaz et la phase solide. D'autres approches permettent une simulation

directe de la phase gaz. Ce type de simulations permet de s'affranchir des incertitudes inhérentes au modèle d'homogénéisation mais nécessite un maillage fin et une puissance de calcul importante [32], [88]. Dans ce cas, il n'y a pas d'équilibre thermique entre les gaz et le solide, il est donc nécessaire de résoudre deux systèmes d'équations.

2.3.4 Modélisation de la pression et du transport des gaz de pyrolyse

Plusieurs modèles rendent compte des phénomènes engendrés par la présence de gaz de pyrolyse dans le solide. Henderson et al. reprennent le modèle [75] en y ajoutant une composante gazeuse [89]. Ce modèle prend alors en compte la perméabilité du matériau composite, les phénomènes de pression interne et l'accumulation des gaz de pyrolyse qui en résulte. La perméabilité du matériau est usuellement traduite par la loi de Darcy. Cette loi se rapporte à une équation de conservation de la quantité de mouvement dans laquelle les termes inertiels et gravitationnels sont négligés. Le débit massique de gaz dans la direction x s'exprime alors tel que :

$$\dot{m}_g = -\frac{K_p \rho_g}{\mu Y_g} \frac{\partial P}{\partial x} \quad 2-18$$

où K_p représente la perméabilité du matériau dans la direction x et μ représente la viscosité dynamique du gaz. Y_g est la fraction massique de gaz et ρ_g la densité des gaz.

L'équation de conservation de la masse prend alors en compte la présence de gaz dans les pores :

$$\frac{\partial \bar{\rho}_s}{\partial t} = -\rho_g \frac{\partial Y_g}{\partial t} - \frac{\partial \dot{m}_g}{\partial x} \quad 2-19$$

ρ_s représente la masse volumique du solide de solide. La pression interne P est calculée directement par la loi des gaz parfaits à partir de l'équilibre thermique entre les phases gazeuse et solides :

$$P = \frac{\rho_g r T}{M_g} \quad 2-20$$

Les équations présentées ici forment la base d'un modèle tri-constituant (composite vierge, composite dégradé et gaz), cependant, de nombreuses améliorations sont possibles en partant de ces équations. Florio et al. [30] puis Luo et Desjardin [90] développent le modèle en s'affranchissant de l'hypothèse d'équilibre thermique entre les gaz de décomposition et le solide. D'autres auteurs prennent en considération le travail des forces de pression dans le bilan thermique :

$$W_p = \frac{\partial(P Y_g)}{\partial x} \quad 2-21$$

Cette section ne présente que brièvement les bases permettant la modélisation du transport des gaz de pyrolyse. Cependant des études plus approfondies de ce sujet sont proposées par Di Blasi [91] et Dimitrienko [32].

2.3.5 Dimension du modèle et couplage fluide/solide

L'état de l'art présenté dans ce paragraphe permet de classer les programmes de simulations numériques en fonction des hypothèses et des modèles qu'ils permettent d'inclure. La plupart des programmes considèrent actuellement des matériaux multi-constituants avec plusieurs réactions de dégradation. L'ensemble des équations développées ci-dessus sont exprimées dans une seule direction mais peuvent dans certains cas être exprimées en 3D. C'est le cas des programmes PATO [88], GPyro [84], [92] et Modethec [24], [93]. La plupart de ces logiciels imposent sans le calculer un flux thermique à la paroi exposée. Ils ne traitent donc pas du couplage entre la dégradation du solide et la combustion dans la phase gazeuse, il s'agit cependant d'un élément important qui est abordé chapitre 4. En revanche, ces modèles peuvent être combinés avec un solveur CFD pour la phase gazeuse afin d'avoir un couplage complet entre une phase fluide réactive et la phase condensée. C'est le cas de Modethec, qui est couplé avec le solveur CEDRE de l'Onera [24], de Gpyro avec le solveur FDS développé par le NIST [94]. D'autres outils de simulation CFD incorporent directement un modèle de dégradation de solides, c'est le cas de fireFoam/openFoam. La plateforme de simulation fireFoam est un solveur permettant un couplage entre une phase condensée réactive unidimensionnelle et une phase fluide tridimensionnelle. Le solveur AFIST [95] permet également un couplage entre un solveur solide 1D et une phase fluide 3D.

Il semble important de porter l'attention du lecteur sur le couplage entre les dégradations thermiques et l'abatement des propriétés mécaniques qui est également l'objet d'études récentes. Différents codes peuvent être utilisés pour modéliser le couplage entre l'agression thermique et la réponse mécanique du matériau composite. Le logiciel Abaqus est souvent utilisé pour introduire des lois de modélisation pour ce type de couplage [58].

2.4 Etat de l'art sur le transfert thermique des jets et flammes de jet impactant

Dans ce travail, la majorité des résultats expérimentaux et numériques ont été obtenus en considérant l'agression d'un composite par une flamme de jet impactant. Un des objectifs est l'analyse des transferts thermiques entre la flamme et le composite. C'est pourquoi, il est apparu important de compléter l'état de l'art avec une étude des transferts pariétaux dans le cas des jets chauds ou de flammes impactantes. Ce paragraphe traite donc de la problématique particulière de l'interaction entre une flamme, la phase gazeuse, et un matériau dégradable, la phase condensée. Les mécanismes en jeu dans la phase gazeuse sont nombreux, la combustion des gaz de pyrolyse et le réchauffement de l'interface solide dépendant de plusieurs phénomènes interdépendants :

- Chimie de la combustion en phase gaz
- Production de suie
- Transfert thermique par rayonnement
- Mécaniques des fluides et turbulence de l'écoulement
- Transfert thermique convectif

Dans ce travail, le mode d'agression étant un brûleur au gaz, le transfert thermique est dû majoritairement à l'impact du jet de gaz chaud sur la paroi. L'étude bibliographique présentée ici sera donc circonscrite à l'étude des transferts convectifs dans cette configuration uniquement, les transferts thermiques par rayonnements sont traités plus en détail dans le chapitre 4. La première partie de l'étude s'intéresse aux relations analytiques permettant de rendre compte du transfert thermique par convection avant de s'intéresser aux résultats expérimentaux. Enfin, la fin de cette analyse sera consacrée à l'étude de cette configuration par la simulation numérique.

2.4.1 Travaux analytiques

Le transfert thermique par des jets impactants est influencé par différents facteurs tels que le nombre de Reynold, la distance relative à la paroi H , le profil de vitesse et l'intensité de la turbulence. D'autres paramètres comme les propriétés tribologiques de la paroi et son orientation entrent en ligne de compte mais ne seront pas traités ici. La littérature des années 1990 est relativement riche en ce qui concerne l'étude de ce type d'écoulement [96], [97], plus récemment Carlomagno and Ianiro [98] ont publié un article de synthèse concernant des configurations proches de celle étudiée dans ce travail. La géométrie d'un jet impactant est représentée Figure 2-29. On distingue trois régions dans cet écoulement, qu'il soit réactif ou non : une zone de jet libre, une zone de stagnation et une zone de jet pariétal. Dans une première approche, les profils de températures et de vitesses du jet libre sont supposés idéaux avec une vitesse débitant U_b et une température T_j .

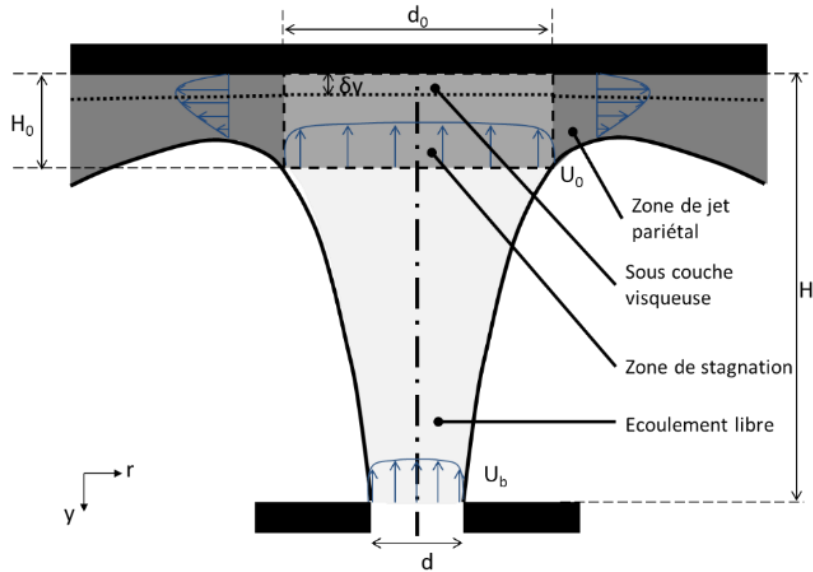


Figure 2-29 : Structure aérodynamique d'un jet impactant

Dans l'ensemble de ce travail, les longueurs r et y sont normalisées par le diamètre du jet d et les vitesses axiales U_y et radiales U_r sont normalisées par la vitesse débitante U_b .

Dans le but de comparer des configurations similaires, les jets impactant sont classés en quatre catégories selon du nombre de Reynolds $Re = \frac{d U_b}{\nu}$ [96]

- Laminaire dissipé, $Re < 300$
- Pleinement laminaire, $300 < Re < 1000$
- Semi-turbulent, $1000 < Re < 3000$
- Turbulent, $Re > 3000$.

D'un point de vue analytique, Sibulkin [99] a étudié les transferts thermiques pour un jet impactant un objet sphérique et Schlichting [100] a étudié le cas d'un jet axisymétrique impactant une paroi plane. La plupart des formules empiriques proposées dans la littérature sont en réalité basées sur la formule analytique développée par Sibulkin en 1952 et étendue au cas d'un jet laminaire impactant une paroi plane. On suppose que l'écoulement satisfait les conditions pour être assimilé à un écoulement à potentiel de vitesse :

- Écoulement stationnaire
- Termes de viscosité négligeables

Dans la zone de stagnation, les gradients de vitesses et de températures sont décrits par les équations suivantes [99]:

$$U_r \frac{\partial U_r}{\partial r} + U_y \frac{\partial U_r}{\partial y} = \beta^2 r + \nu \frac{\partial^2 U_r}{\partial y^2} \quad 2-22$$

$$U_r \frac{\partial T}{\partial r} + U_y \frac{\partial T}{\partial y} = k \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \quad 2-23$$

où r est la distance au centre du jet, y la distance à la paroi, V_r et V_y sont les composantes de la vitesse en coordonnées cylindriques.

L'écoulement est alors décrit en fonction du gradient de vitesse tangentiel à l'écoulement potentiel β et la conductivité thermique du fluide k .

$$\beta = 2 \left(\frac{\partial U_r}{\partial r} \right)_{r=0, y=0} \quad 2-24$$

Afin de caractériser l'échange thermique au point de stagnation, on définit usuellement deux grandeurs Nu_0 le nombre de Nusselt basé sur le diamètre de jet et η_0 l'efficacité :

$$Nu_0 = \frac{h_0 d}{k_f} \quad 2-25$$

$$\eta_0 = \frac{T_{0,w} - T_\infty}{T_j - T_\infty} \quad 2-26$$

L'analyse théorique développée par Sibulkin [99] permet d'estimer le nombre de Nusselt N_0 au point de stagnation pour un objet de dimension caractéristique L et le flux thermique dans le cas particulier d'une paroi plane q_0 :

$$Nu_0 = 0.763 d Pr^{0.4} \left(\frac{U_0}{\pi d v} \right)^{0.5} \quad 2-27$$

$$q_0 = 0.57 (\beta \rho \mu)^{0.5} Pr^{-0.6} c_p (T_j - T_{0,w}) \quad 2-28$$

Le nombre de Prandtl Pr définit le rapport entre viscosité cinématique et diffusivité thermique.

$$Pr = \frac{\nu}{\alpha} = \frac{\mu}{c_p k} \quad 2-29$$

Les travaux de Sibulkin permettent d'estimer le flux thermique d'un jet axisymétrique au point de stagnation, on remarque cependant que cette théorie considère la densité ρ et la viscosité dynamique μ constantes, enfin cette théorie nécessite la connaissance de la grandeur β .

La constante β est déterminée analytiquement dans le cas d'un jet isotherme par Schlichting en 1979 [100] :

$$V_r(r) = \beta r; V_y(y) = -2 \beta y \quad 2-30$$

Schlichting conclut également de cette analyse qu'il existe une valeur de y indépendante de r pour laquelle les effets de viscosité ne peuvent être négligés, cette valeur correspond à la formation de la sous-couche visqueuse. Celle-ci a une épaisseur δ_v qui est fonction uniquement de la viscosité du fluide et de la caractéristique de l'écoulement β :

$$\delta_v^{theo} = A \sqrt{\frac{\nu}{\beta}} \quad 2-31$$

La constante A varie entre 1.98 et 2.8 selon les références [100], [101] . Cette position $y=\delta_v$ correspond également au maximum local de la vitesse radiale $U_r(y)$ quel que soit r .

Rémie [102] montre par une comparaison entre le calcul analytique, la simulation numérique et des résultats expérimentaux, que la relation établie par Sibulkin reste juste dans la mesure où le rapport H/d est supérieur ou égale à $5/6$, condition dans laquelle l'épaisseur de sous-couche visqueuse est petite devant la distance H .

2.4.2 Travaux expérimentaux et formules semi-empiriques

Les études précédentes [96], [98], [103] soulignent cependant que les jets axisymétriques peuvent présenter des comportements variables dépendant du nombre de Reynolds et du ratio H/d . Pour un nombre de Reynolds fixé, Gardon [104] montre qu'il existe un rapport H/d pour lequel le flux est maximal au point de stagnation [103], [104]. Dans cette configuration, le flux est rapidement décroissant en s'éloignant de l'axe de symétrie, comme le montre la Figure 2-29. Un rapport H/d plus faible ($H/d < 5$) conduit à un minimum local de Nu au point de stagnation et un coefficient de transfert maximum autour de la position $r/d=1$. Lorsque le nombre de Reynolds est suffisamment élevé pour le développement d'une couche limite turbulente ($Re = 10\ 000$), un second minimum local est observé pour $r/d=2$. Pour $H/d > 4$, le profil radial de Nu présente un maximum au point de stagnation et un profil relativement plat dont la pente se réduit d'autant plus que la distance entre la paroi et le jet est grande.

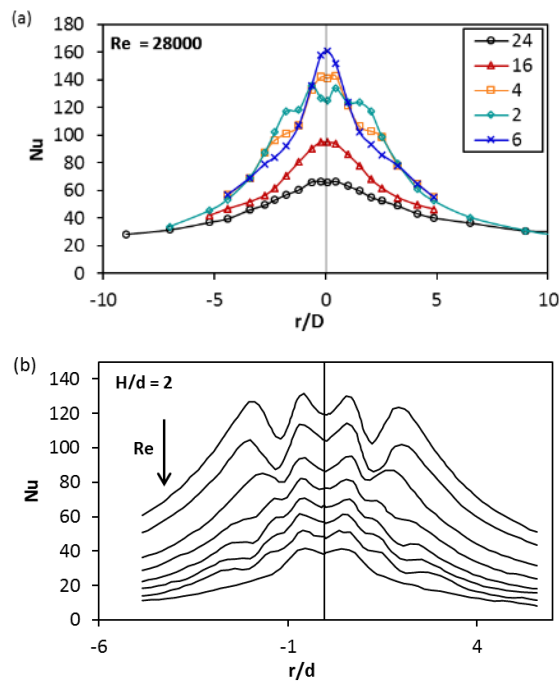


Figure 2-30 : Coefficient de Nusselt pour différentes configurations (a) Nombre de Nusselt fonction de H/d entre 6 et 24, (b) Nombre de Nusselt fonction de Re (28000, 20000, 14000, 10000, 7000, 5000, 2800, 2500) (Adapté de [103], [104])

La position radiale du pic secondaire varie entre $r/d = 1.2$ et $r/d = 2.1$. Il est communément accepté aujourd'hui que ce pic est une conséquence de l'interaction entre la turbulence produite dans la couche de cisaillement et la paroi.

Cette analyse du profil de Nu en fonction du nombre de Reynold et du rapport H/d permet d'optimiser le positionnement de l'échantillon au-dessus du brûleur gaz. Il est important d'obtenir un profil de flux thermique à la paroi le plus homogène possible. Deux stratégies sont alors envisageables. Il est possible de positionner l'échantillon loin du brûleur pour obtenir un profil homogène en maintenant un nombre de Reynold élevé, ce qui garantit aussi un flux thermique important. La seconde option, qui sera choisi dans ce travail expérimental pour des raisons techniques, consiste à maintenir un Re faible (1500) et un ratio H/d faible (0.5). Dans ce cas, il est préférable d'avoir un diamètre de surface exposée à peu près égale au diamètre initial du jet.

Afin d'estimer le flux thermique d'un jet turbulent impactant une paroi, de nombreuses relations empiriques ont été développées à partir de la formule donnée par Sibulkin (équation 2-28). En particulier, Hoogendoorn [103] propose une formule qui prend en considération le taux de turbulence du jet. Pour un jet d'air ($Pr=0.71$) dont le nombre de Reynold est compris entre 2.10^4 et 9.10^4 avec l'intensité turbulente comprise entre 9% et 20% et un rapport $1 < H/d < 10$:

$$Nu_0 = 0.65Re^{1/2} + 2.03 \left(\frac{Tu Re}{100} \right) - 2.46 \left(\frac{Tu Re^{3/4}}{100} \right)^2 \quad 2-32$$

Pour un nombre de Reynold compris entre 600 et 1500, c'est-à-dire pour un jet de transition, Dong et al. [105] trouvent un bon accord avec les flux mesurés en utilisant la relation 2-33.

$$Nu_0 = 0.56 Re^{0.492} \quad 2-33$$

Les travaux expérimentaux effectués dans les années 2010 ont utilisé des techniques optiques avancées pour effectuer des mesures de vitesse par PIV (Vélocimétrie par Image de Particules) et par LDV (Vélocimétrie Laser Doppler) [106], [107]. Lorsque la configuration le permet, des mesures de températures sont effectuées par fil froid [107]. Ces techniques permettent de mesurer avec une grande résolution spatiale les gradients de vitesses et de températures proches de la paroi impactée. En revanche, ces travaux ne traitent pas de jets dont les températures et les flux thermiques sont comparables à ceux rencontrés avec des flammes impactantes.

2.4.3 Simulation numérique

Les travaux de Grenson et al. [107], [108] montrent tout l'intérêt de la simulation numérique dans l'étude des jets impactant en complément de mesures expérimentales. La configuration de jet impactant étudiée expérimentalement par Tummers et al. a également fait l'objet d'une étude numérique [109]. Comme expliqué précédemment, la configuration de jet impactant s'avère particulièrement complexe, d'autant plus que le taux de turbulence est important, et constitue un cas test intéressant pour la validation des modèles de turbulence. Les travaux récents [109], [110] montrent que le modèle de turbulence WALE (Wall-adapting local eddy-viscosity) [111] est particulièrement performant pour calculer l'écoulement à la paroi ainsi que les transferts thermiques.

Concernant le cas de la réaction au feu des matériaux composites, Sikoutris et al. ont simulé numériquement l'agression par un brûleur normalisé fonctionnant au propane [112]. Dans ce cas, le solveur choisi est Fluent avec un modèle RANS (Reynold Average Numerical Simulation). D'autres travaux ont été entrepris afin de caractériser par la simulation numérique l'agression thermique d'un brûleur au kérosène du type NextGen. Grange et al. ont fait la simulation au moyen du solveur FLUENT [113]. Un autre travail réalisé par Boulet et al. repose sur la simulation complète du brûleur en prenant en compte l'aspect multi-physiques de la combustion du kérosène (diphase, combustion et rayonnement dans la phase gazeuse et conduction dans le solide) [114]. Le solveur utilisé pour ce travail est YALES2, avec un modèle de turbulence de type Smagorinsky dynamique.

Dans ce travail, le choix du solveur s'est porté sur openFoam [115] puisqu'il permet de faire la simulation du transfert thermique et de la pyrolyse dans la phase condensée couplée avec une simulation dans la phase gaz utilisant un modèle de turbulence du type WALE. Ce modèle, particulièrement adapté aux simulations aux grandes échelles (LES) pour l'étude des incendies, a déjà été utilisé dans des configurations de feux de parois par Ren et al. [116] puis par Fukumoto et al. [117].

2.5 Conclusions sur l'étude bibliographique

Cette étude bibliographique permet dans un premier temps, de comprendre les mécanismes qui conduisent à la dégradation des matériaux composites lorsqu'ils sont soumis au feu. Cette analyse a mis en avant la complexité de ces phénomènes qui sont fortement dépendants du matériau étudié et du mode d'agression thermique. En conséquence, l'étude de la simulation numérique révèle une grande diversité de modèles permettant de prédire le comportement thermique des matériaux composites. Certains modèles simples, résolvant l'équation de la chaleur en 1D, suffisent à prédire l'évolution des matériaux dans des conditions de faibles flux thermiques [76]–[78]. Dans certaines conditions plus critiques, comme pour les boucliers thermiques ablatifs, il est nécessaire de faire appel à des modèles plus complets afin de prendre en compte les effets de pression, de gonflement ou d'ablation [32].

L'étude des montages expérimentaux actuellement utilisés pour l'analyse du comportement au feu des matériaux composites permet de se rendre compte de la variété des outils disponibles. Les appareils de mesures à l'échelle matière semblent indispensables afin de mesurer certaines propriétés physico-chimiques. Cependant ces appareils ne rendent pas compte des interactions entre les différents modes de dégradation qui apparaissent aux plus grandes échelles. D'un autre côté, les essais à taille réelle ou bien à l'échelle de l'assemblage sont très coûteux et une instrumentation fine est complexe à mettre en œuvre à ces échelles. Le choix de mesures à une échelle intermédiaire, l'échelle du laboratoire, est donc particulièrement adapté pour fournir des résultats complémentaires. C'est le cas du banc d'essai développé dans le projet AircraftFire qui permet d'agresser un composite par une flamme de propane. Ce dispositif produit un jet de gaz chauds impactant un échantillon de petite taille, de l'ordre de 25 cm². Il est capable de produire un transfert convectif important dont le flux est comparable à celui que reçoit un matériau (nacelle, structure, cockpit, ...) lors d'un feu de kérosène.

Le transfert thermique pour un jet impactant est très dépendant de la configuration expérimentale. Il convient alors d'être particulièrement prudent dans le choix des points de fonctionnement (diamètre du brûleur, distance brûleur échantillon, taille de la zone agressée) lors des essais.

Chapitre 3 : Présentation du montage et des moyens de mesure

1. Présentation du banc d'essai feu.....	48
2. Moyens de mesures pour la phase gaz.....	51
3. Moyens de mesures pour la phase condensée.....	61

Ce chapitre présente, dans un premier temps, le banc d'essai pour les tests de résistance au feu qui sera utilisé dans la suite de ce travail. Ce banc d'essai est composé d'un brûleur et d'un porte échantillon.

Dans la suite, les différents diagnostics utilisés pour la caractérisation du jet impactant seront présentés. L'utilisation d'un fluxmètre de type « Gardon » et d'un fluxmètre de type « calorimètre à eau » sera discutée pour les mesures de densités de flux délivrées par le brûleur. Pour les mesures de températures, l'utilisation de thermocouples de faible diamètre (50 μm) sera également discutée. Le montage de PIV (Particle Image Velocimetry) et la méthode pour le calcul des vitesses seront également présentés.

Les moyens expérimentaux pour les mesures de masses seront présentés dans ce chapitre. Des mesures de températures en face arrière à l'aide d'une caméra infrarouge participe à la caractérisation thermique des matériaux.

Enfin, après agression (post mortem), des échantillons ont été découpés pour effectuer des images de microscopie. Le traitement numérique appliqué à ces images sera détaillé dans la dernière partie de ce chapitre.

3.1 Présentation du banc d'essais feu

Dans ce travail, le choix a été fait d'utiliser des échantillons de petites dimensions pour la caractérisation des matériaux. Ce choix permet de réduire la difficulté de mise en œuvre et ainsi d'augmenter le nombre d'essais réalisables pour un coût et une durée limitée. Ceci favorise l'approche paramétrique en explorant, par exemple différentes densités de flux et différentes durées d'exposition. De plus, le choix d'échantillons centimétriques, 5 cm x 5 cm, dont la masse est de l'ordre de 10 g permet également de prendre en compte les effets de gradients thermiques à l'échelle du pli. Pour l'étude des matériaux composites, cette échelle intermédiaire entre les échelles microscopique et macroscopique est appelée mésoscopique.

3.1.1 Brûleur gaz

Un brûleur fonctionnant au propane ou au propène a été utilisé. Ce brûleur a déjà été utilisé dans le projet AircraftFire [4]. Par rapport aux cônes calorimétriques, souvent utilisés pour faire des études à l'échelle mésoscopique, le brûleur gaz fournit une puissance et une densité de flux supérieures. Les essais ont été réalisés avec différentes densités de flux allant de 106 à 200 kW.m⁻². La densité de flux de référence de 106 kW.m⁻² est choisie pour être représentative des essais normalisés dont les principales caractéristiques sont données dans le Tableau 3-1. Alors que les normes américaines [69], [118] imposent un brûleur fonctionnant au kérosène, la norme européenne [70] permet l'utilisation d'un brûleur fonctionnant au propane. L'étude décrite dans la référence [67] montre cependant des différences dans les résultats de certifications dépendant du brûleur utilisé, avec combustible liquide ou gazeux. Pour investiguer en détail les facteurs à l'origine de ces différences, une caractérisation précise de la densité de flux thermique délivrée par le brûleur est indispensable, en particulier concernant les parts convective et radiative du flux. Cette caractérisation sera présentée dans le chapitre 4.

Tableau 3-1 : Caractéristiques des essais normalisés pour la résistance au feu des éléments de structure.

Règlementation	Brûleur	Densité de flux (kW.m ⁻²)	Température (°C)	Mesure de la densité de flux
Handbook [118] (Chap. 11-12)	Liquide	106	1093	Fluxmètre ou tube à eau
AC 20-135 chg 1 [69]	Liquide	106	1093	Tube à eau
ISO 2685 [70]	Gas ou liquide	116 ±10	1100±80	Fluxmètre ou tube à eau

Le brûleur utilisé pour ce travail est schématisé dans la Figure 3-1. Il est constitué, en partie basse, d'une chambre de combustion surmontée d'un tube de 500 mm de long et de 35 mm de diamètre interne (le tube de flamme). Dans cette zone, les gaz chauds sont dilués par une entrée d'air secondaire. Les débits de combustible et d'air sont régulés par des débitmètres massiques afin de garantir en sortie de brûleur une température moyenne constante et un flux thermique total de 100 à 200 kW.m⁻² selon les conditions d'essais. Des combustibles différents sont utilisés en fonction de la densité de flux recherchée en sortie du tube de flamme. Les débits sont reportés dans le Tableau 3-2, ceux-ci sont ajustés pour obtenir les températures et la densité de flux ciblées pour chaque essai et peuvent varier de ±5% en fonction des conditions expérimentales.

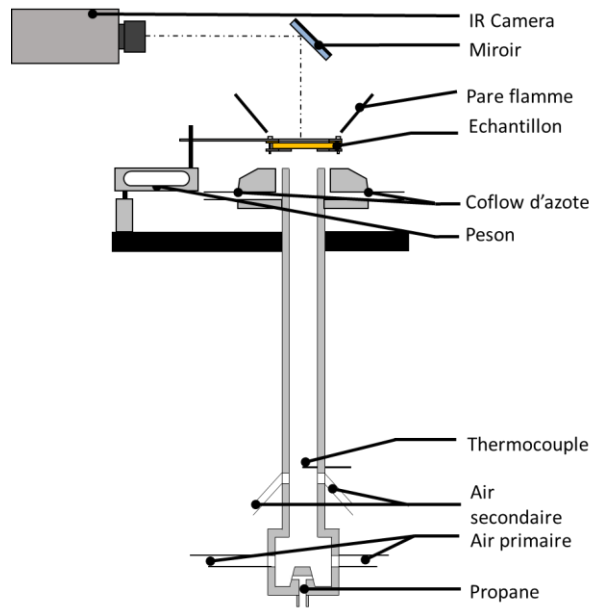


Figure 3-1 : Schéma du banc d'essai et du brûleur gaz.

Tableau 3-2 : Débits de gaz du brûleur pour différents points de fonctionnement.

Densité de flux (kW.m ⁻²)	Débit (g.s ⁻¹)		
	Combustible	Air primaire	Air secondaire
106	(Propane) 0.095	1.17	0.4
116	(Propane) 0.115	1.5	0.4
185	(Propène) 0.180	2.2	0.5
200	(Propène) 0.210	2.6	0.5

Le porte échantillon utilisé est décrit en détail dans le paragraphe suivant, l'objectif de l'ensemble brûleur et porte échantillon est de favoriser une densité de flux la plus uniforme possible à la surface de l'échantillon agressé.

3.1.2 Porte échantillon

L'échantillon de 50x50 mm² est placé au-dessus du brûleur, face à la flamme, il est maintenu par un porte échantillon en acier qui est schématisé dans la Figure 3-2. Une isolation thermique est placée entre le porte échantillon et l'échantillon. L'isolation est faite par une couche de toile Zetex+ d'épaisseur 1,5 mm qui résiste à des températures supérieures à 900 °C en dégageant un minimum de fumées. Une protection pare-flamme placée sur les bords du porte échantillon permet de protéger la face arrière d'une éventuelle flamme ainsi que du rayonnement, voir Figure 3-1. Le porte échantillon permet de limiter la zone agressée thermiquement à la fenêtre de

diamètre 45 mm. Celui-ci est fixé sur un peson afin de mesurer la perte de masse tout au long de l'agression thermique du matériau. Ce système est motorisé afin de positionner avec précision et de façon répétable l'échantillon devant la flamme.

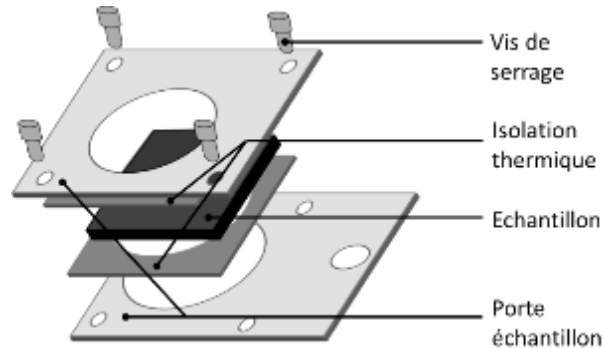


Figure 3-2 : Schéma du porte échantillon

La conception du porte échantillon et sa position par rapport au tube de flamme ont une grande influence sur l'agression thermique. L'objectif du montage expérimental est de privilégier une densité de flux homogène sur la face avant de l'échantillon.

L'état de l'art a montré qu'il est possible de générer une densité de flux thermique homogène sur la paroi impactée dans la mesure où la surface impactée a un diamètre de l'ordre de celui du jet. Dans ce travail, pour favoriser une densité de flux homogène, le diamètre de la zone impactée est de 45 mm pour un tube de flamme de diamètre 35 mm. Toujours dans l'objectif d'avoir une densité de flux homogène, nous avons observé qu'il est préférable d'avoir un faible nombre de Reynolds et une faible distance plaque paroi. La distance entre le tube de flamme et le porte échantillon est maintenue constante et vaut 17 mm.

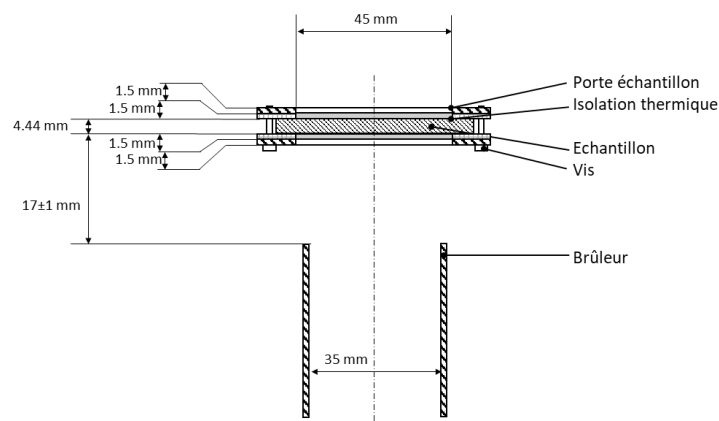


Figure 3-3 : Dimensions du porte échantillon.

3.2 Moyens de mesures pour la phase gaz

3.2.1 Mesure de densité de flux thermique

i. Fluxmètre de type Gardon :

Les conditions d'essais permettant la certification des matériaux composites pour les applications aéronautiques sont décrites dans la circulaire AC 20-135 chg1 par les autorités américaines et dans la norme ISO 2685 par les autorités européennes. Ces documents de référence précisent les conditions d'essais en termes de température de flamme et de densité de flux thermique. Dans ce travail, la densité de flux sur la surface impactée est mesurée par un fluxmètre de type Gardon de la société Captec. Ce dernier est placé à 17 mm du brûleur au centre du jet. Par ailleurs, un calorimètre à eau a été conçu et les valeurs obtenues par ce dernier sont comparées avec celles du fluxmètre de type Gardon.

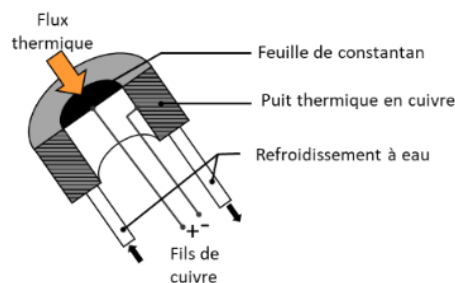


Figure 3-4 : Schéma de fluxmètre Gardon.

Le fluxmètre Gardon mesure un gradient de température entre deux éléments. Au centre du capteur, une pastille d'épaisseur connue et de diamètre 10 mm, en cuivre-nickel (constantan) peinte en noir mat, est soumise au flux thermique. Le tour du capteur est refroidi par une circulation d'eau. Ce type de capteur offre plusieurs avantages puisqu'il fournit, en plus de la densité de flux, la température de la pastille. De plus, il est possible de mesurer uniquement le flux rayonné en utilisant un hublot de quartz qui isole la pastille de constantan de tout échange convectif. La connaissance des quatre grandeurs : température de surface T_w , densité de flux net \dot{q}''_{net} , densité de flux radiatif incident \dot{q}''_i et absorptivité de la surface α permet de faire le bilan thermique sur la surface de ce capteur, afin de calculer le coefficient de transfert thermique h . La température de jet T_j étant mesurée par ailleurs.

$$h = \frac{\dot{q}''_{net} - \alpha \dot{q}''_i}{T_j - T_w} \quad 3-1$$

Comme la température de la surface du capteur T_w est faible, l'émission propre de la surface est négligée.

ii. Calorimètre à eau :

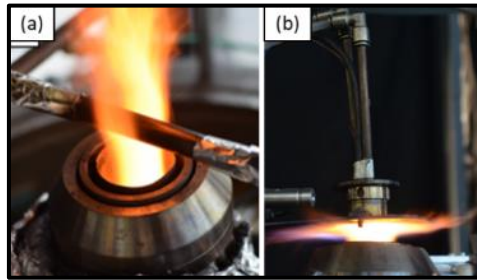


Figure 3-5: a) Photo du calorimètre à eau, b) photo du fluxmètre Gardon.

Un calorimètre à eau a été développé au cours de ce travail afin d'étendre la gamme mesurable de densité de flux massique car le fluxmètre Gardon ne supporte pas de flux supérieur à 170 kW.m⁻². Le calorimètre à eau est composé d'un tube de cuivre de diamètre extérieur 12 mm, équipé de thermocouples en entrée et en sortie, dans lequel circule de l'eau à débit constant. La densité de flux thermique est calculée en effectuant un bilan énergétique sur le volume de fluide traversant le tube, ce bilan est décrit par l'équation 3-2 selon la norme [69].

$$\dot{q}''_{total} = \frac{\dot{q}_m C (T_{out} - T_{in})}{d \cdot L} \quad 3-2$$

où \dot{q}''_{net} est la densité de flux thermique, T_{in} est T_{out} sont respectivement les températures en entrée et en sortie du tube, d représente le diamètre extérieur du tube et L la longueur exposée à la flamme. \dot{q}_m et C sont respectivement le débit massique et la capacité calorifique de l'eau. Cette formulation peut être critiquée puisqu'elle considère un flux moyen divisé par la surface projetée du tube. Pour assurer une mesure de flux plus juste avec le calorimètre à eau, celui-ci est étalonné avec le fluxmètre Gardon entre 80 et 170 kW.m⁻². La courbe d'étalonnage est ensuite extrapolée jusqu'à 200 kW.m⁻², en faisant l'hypothèse que la réponse reste linéaire pour des gammes plus élevées de puissances. Sur la Figure 3-6, la courbe de calibrage qui présente la densité de flux en fonction de la puissance totale délivrée par le brûleur permet de déterminer un coefficient correctif de 0.061 pour l'équation 3-2 avec le calorimètre à eau. La puissance délivrée par le brûleur est calculée comme le produit du débit de combustible et de sa capacité calorifique supérieure. On remarque que, pour une puissance fixée, la densité de flux peut varier de ±5% en fonction des conditions expérimentales.

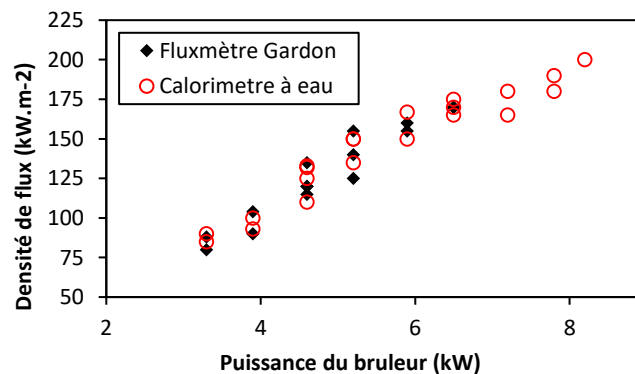


Figure 3-6 : Courbe de calibrage pour le calorimètre à eau.

L'utilisation du propène comme combustible pour les essais à hauts flux soulève la question de l'influence d'un dépôt de suie sur la surface impactée. En effet, les résultats pour quatre essais de 300 s sont reportés sur la Figure 3-7, ils montrent que le flux est légèrement décroissant au cours du temps et que le dépôt de suie joue un rôle de barrière thermique (ajout d'une couche d'isolant pour la conduction et modification progressive de l'émissivité de la surface). Le rôle des suies lors d'essais avec un brûleur fonctionnant au kérosène a également été mis en évidence par l'équipe de recherche du CORIA, ces résultats ont fait l'objet d'une présentation [119].

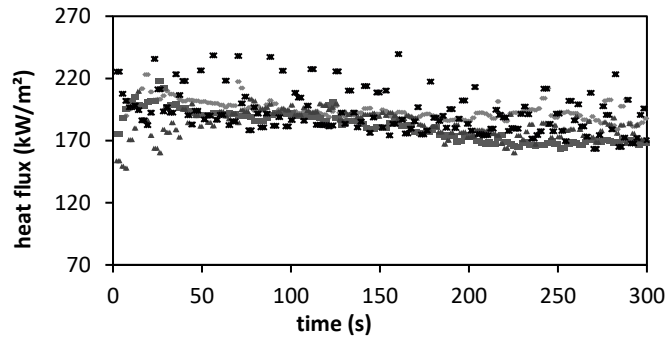


Figure 3-7 : Mesure de flux à 200 kW.m^{-2} pour quatre tests différents avec le calorimètre à eau et pour le combustible propène.

3.2.2 Température

Dans ce travail, différentes mesures de températures ont été effectuées dans le jet. Pour déterminer le profil de température, un peigne de 5 thermocouples de type K de diamètre 1 mm est utilisé. Les thermocouples sont espacés de 7 mm de façon à couvrir le diamètre du tube de flamme. La mesure de température est faite dans le jet libre pendant 300 s afin de s'assurer de la stabilité des températures, le chauffage du brûleur mettant environ quinze minutes. L'objectif de ce mode opératoire est de reproduire des conditions de températures qui sont comparables à ce qui est spécifié dans les normes internationales [69], [70]. Dans ces normes, aucune correction en rayonnement n'est effectuée. Afin de quantifier le biais de mesure induit par le rayonnement des thermocouples portés à haute température, nous avons calculé la température des gaz au moyen de l'équation 3-3 par une méthode itérative. Le nombre de Nusselt pour le transfert thermique est calculé par la formule de la référence [120], l'émissivité des thermocouples est calculée suivant les recommandations de la référence [121] et les propriétés thermodynamiques du gaz sont issus d'un calcul 0D avec le programme CEArun [122].

$$T_{gaz} = T_{TC} + \frac{D \sigma \epsilon T_{TC}^4}{Nu k} \quad 3-3$$

Dans cette équation, T_{gaz} est la température du gaz, T_{TC} la température du thermocouple, D son diamètre, ϵ son émissivité. Nu est le nombre de Nusselt et k la conductivité thermique du gaz chaud.

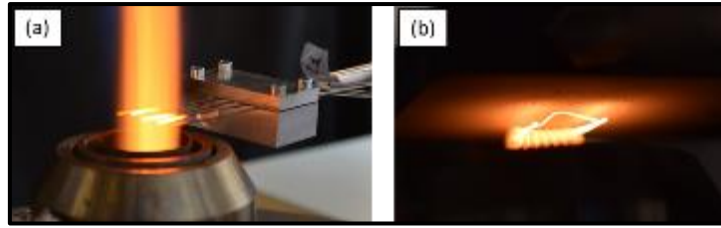


Figure 3-8 : Photographies des thermocouples utilisés pour les mesures de température : a) peigne de thermocouples dans le jet libre, b) thermocouple fin dans le jet chaud impactant une plaque en acier.

Ces calculs montrent que, pour un diamètre de 1 mm et pour une température de la jonction de thermocouple à 1100 °C, les pertes par rayonnement sont de l'ordre de 200 °C et la température des gaz est donc de l'ordre de 1300 °C. Les températures mesurées, sans correction, dans le jet libre et sous une plaque en acier à l'équilibre thermique sont reportées dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3 : Mesures par thermocouple de diamètre 1 mm dans la phase gazeuse à différentes positions et sans correction de rayonnement.

Position radiale (mm)	Température du jet libre, $y = 16$ mm (°C)	Température à 1mm sous la plaque (°C)
-14	940	1105
-7	1074	1081
0	1110	1053
7	1078	1027
14	950	1047
Fluctuations temporelles (écart type)	2.82	4.16

Dans la suite du travail, des thermocouples de type B et de diamètre 50 μm sont utilisés pour mesurer la température du jet avec une bonne résolution spatiale. Les points de mesures seront espacés de 0.5 mm, comme indiqué sur la Figure 3-9. Ces mesures feront l'objet d'une correction pour prendre en compte les pertes par rayonnement du thermocouple, bien que le faible diamètre de ces thermocouples implique des pertes radiatives faibles. La différence de température entre la jonction de thermocouple fin et le gaz est estimée avec l'équation 3-3 à 20 °C pour une température de gaz de 1300 °C. L'ensemble des mesures est présenté et commenté dans le chapitre 4.

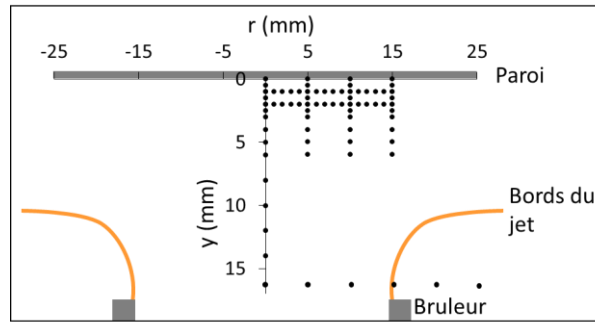


Figure 3-9 : Points de mesure par thermocouple fin.

3.2.3 Mesure des vitesses par PIV

a) Principe de la PIV

La vélocimétrie par image de particules (PIV) est une technique de mesure du champ de vitesses utilisant des particules qui suivent l'écoulement et qui sont éclairées par une nappe de lumière pulsée [123], [124]. Cette technique permet de calculer les deux composantes de la vitesse dans le plan d'éclairage en mesurant à deux instants proches la position des particules. Un des principaux avantages de cette méthode réside dans l'obtention de champs 2D de vitesse contrairement à d'autres méthodes comme l'anémométrie par fil chaud ou l'anémométrie doppler laser (ADL) qui sont ponctuelles. La technique PIV est particulièrement adaptée aux mesures de vitesses dans la configuration de jet impactant et a déjà été utilisée dans les travaux suivants [106], [107] avec des jets non réactifs.

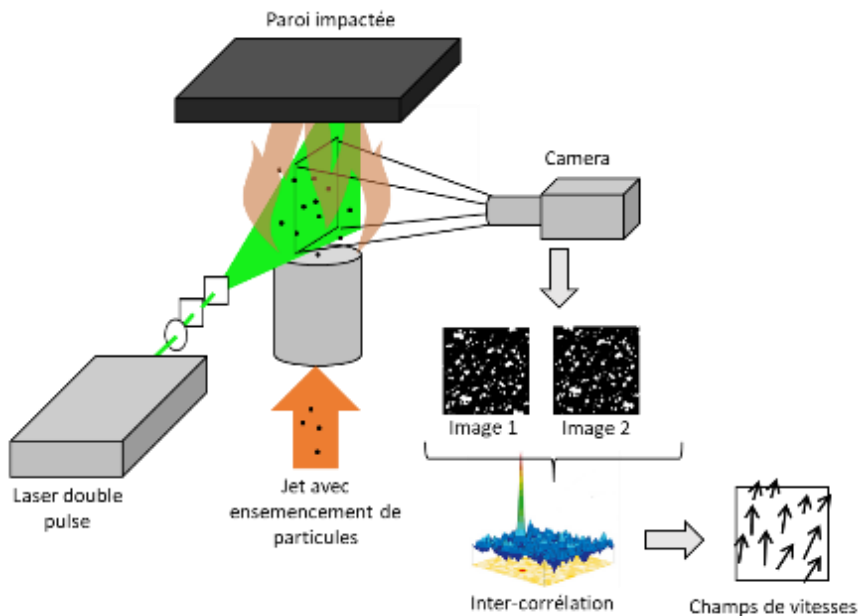


Figure 3-10 : Schéma de principe de la PIV.

Les mesures de vitesses dans l'écoulement se font en deux étapes principales. La première étape d'acquisition des images de particules est essentielle puisque qu'elle conditionne la qualité des mesures. La seconde étape est le traitement numérique des images. Ces étapes d'acquisition et de traitements des images sont complexes, elles sont sujets de nombreux travaux de recherches. Nous invitons le lecteur à consulter les ouvrages suivants pour plus de détails [123], [124].

b) *Dispositif expérimental pour l'acquisition des images de PIV*

Dans la suite de ce travail, les premières mesures de vitesses sont effectuées avec une paroi inerte constituée d'une plaque d'acier d'épaisseur 2 cm recouverte d'une peinture mat noire résistante aux hautes températures (références : CROWN 7221 Noir). La paroi en acier est placée 17 mm au-dessus de la sortie du brûleur. Cette configuration permet de répéter des mesures à la paroi en s'affranchissant des difficultés techniques liées à une paroi en matériau composite en cours de dégradation. L'épaisseur de la plaque utilisée permet de limiter les déformations thermiques et la peinture noire réduit la réflexion de la nappe laser sur la surface.

Des mesures de vitesse par PIV sont ensuite effectuées avec deux matériaux composites de natures différentes. Ceux-ci sont placés à la même distance du brûleur (17 mm), dans le porte échantillon présenté sur la Figure 3-3, mais légèrement modifié pour permettre le passage de la nappe laser. Avec les configurations « paroi réactive », la dégradation de la paroi durant la mesure de vitesse entraîne un déplacement de l'interface par gonflement du matériau et une dégradation de la surface impactée générant de fortes réflexions parasites.

Pour l'acquisition des images, des particules d'ensemencement sont injectées dans l'écoulement. Une attention particulière doit être portée pour le choix de ces particules qui sont soumises à des températures supérieures à 1000 °C. Ces traceurs sont illuminés par une nappe de lumière, cette nappe provenant d'un laser double pulse suivi d'un montage optique comme montré sur la Figure 3-11. Une caméra placée face à la nappe de lumière permet l'acquisition des images. Ces dispositifs seront décrits en détail un peu plus loin ainsi que le traitement numérique des images qui est assuré par le logiciel Dantec Dynamics.

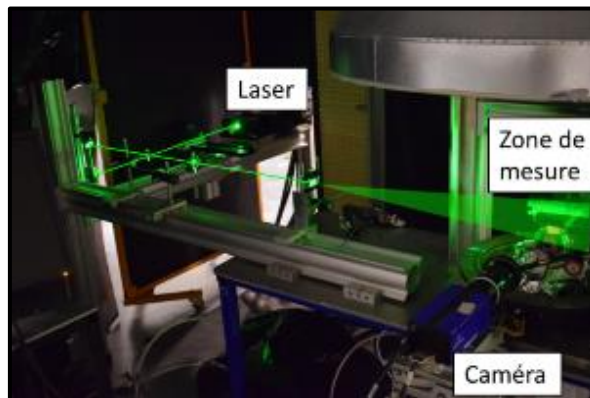


Figure 3-11 : Photographie du montage de PIV.

i. Ensemencement :

Des particules d'oxyde de zirconium sont injectées dans l'air primaire de la chambre de combustion afin de garantir une bonne homogénéité de l'ensemencement à la sortie du brûleur et dans la zone d'étude. Le montage utilisé permet des conditions de fonctionnement stables avec un ensemencement de l'écoulement régulier et homogène et cela jusqu'à la paroi. Les gaz de combustion sont peu lumineux car faiblement chargés en suie. Cependant un certain nombre de difficultés spécifiques à l'application de la PIV ont été rencontrées : réflexions à la paroi, gonflement de la paroi réactive, gradient d'indice, faibles dimensions des zones d'étude, fort gradient de vitesse. Ces points seront discutés dans les paragraphes suivants.

ii. Montage optique :

La nappe de lumière utilisée est issue d'un laser impulsionnel. Le modèle utilisé est un LASER Nd :YAG double tête (Quantel Ultra BSL) de longueur d'onde 532 nm et de fréquence 10 Hz. La puissance mesurée en sortie de LASER est de 145 mJ, cette puissance permet d'avoir un signal suffisant de diffusion de Mie sur les particules d'ensemencement, et approprié à la mesure de PIV. La nappe est formée par un montage optique comprenant une lentille sphérique ($f = 100$ mm) et une lentille cylindrique ($f = 30$ mm). Elle est dirigée perpendiculairement à la paroi impactée comme illustré par la Figure 3-11.

iii. Acquisition des images :

L'acquisition est assurée par une caméra CCD (Imager Pro X) avec une résolution de 2048 x 2048 pixels équipée d'un objectif Nikkor de 85 mm. La résolution spatiale est de 18,7 $\mu\text{m}/\text{px}$ pour un champ de mesures de 38.3 mm x 18.7 mm. Afin d'atténuer les signaux parasites dus au rayonnement des particules de suie et de la paroi chaude, un filtre interférentiel centré à 532 nm est placé devant l'objectif. L'intervalle entre deux impulsions laser a été optimisé en fonction de l'écoulement pour garantir une mesure de vitesse précise dans la zone de proche paroi. Ainsi, le temps entre l'ouverture des deux portes de la caméra est fixé à $dt = 10 \mu\text{s}$. La durée d'ouverture est de 4 μs pour la première image et de 60 μs pour la seconde.

Préalablement à l'acquisition des images de particules, une mire est placée dans le champ de l'objectif et à la place de la nappe laser. Son image sert d'étalon de longueurs pour la mesure des déplacements des particules entre les deux illuminations successives. La mire utilisée est un bloc de polymère sur lequel des points de diamètre 0.2 mm sont tracés avec un espacement de 0.7 mm. L'image de cette mire est ensuite utilisée pour corriger les défauts de l'objectif, en particulier au bord des images (distorsions radiales). Les acquisitions pour les mesures de vitesses sont faites sur des périodes de 300 s, ce qui correspond 3000 couples d'images.

c) *Pré-traitement des images et calcul de la vitesse par inter-corrélation*

La technique de vélocimétrie par image de particules est basée sur une approche statistique et ne nécessite pas la détection individuelle des particules. Les images sont divisées en fenêtres d'analyse de quelques pixels. Pour chaque fenêtre, un calcul d'inter-corrélation est fait entre deux images séparées dans un intervalle de temps dt très court (10 μs pour cette étude). La position du pic d'inter-corrélation dans chaque fenêtre d'analyse correspond au déplacement moyen dx en pixels des particules visibles dans cette fenêtre. La vitesse est ensuite calculée telle que $v=dx/dt$.

Ce calcul de vitesse est fait de façon itérative sur plusieurs fenêtres de tailles décroissantes avec le logiciel « Dynamic Studio » et l'algorithme nommé « AdaptivePIV ».

i. Pré-traitement des images PIV:

L'objectif principal de ce travail est de décrire finement l'écoulement dans la zone de proche paroi. L'écoulement horizontal dans cette zone est caractérisé par un fort gradient de vitesse radiale (voir Figure 2-29). De plus, le jet chaud induit de forts gradients de température, ce qui peut être une source de distorsion de l'image, en particulier dans la zone de mélange avec l'air ambiant. Enfin, la surface impactée, est peinte en noir mat et nettoyée avant chaque essai. Cependant, les particules d'oxyde de zirconium se collent à la paroi pendant le déroulement de la mesure, ce qui pollue les images PIV dans la zone d'intérêt avec des particules fixes. Deux exemples d'images sont montrés sur la Figure 3-12.

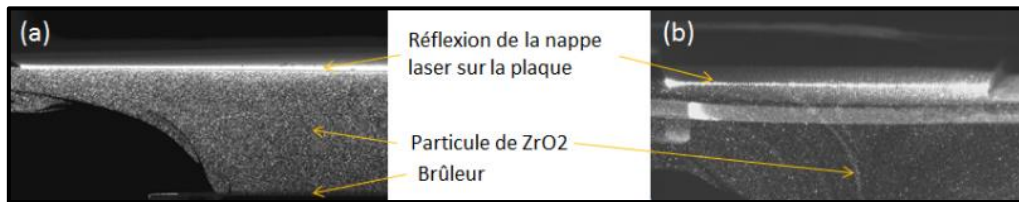


Figure 3-12 : Images brutes de PIV : a) avec paroi inerte, b) avec paroi réactive.

Afin de résoudre les difficultés décrites ci-dessus, un prétraitement des images est nécessaire. Dans un premier temps, l'image de fond est supprimée par un filtrage gaussien passe-bas suivi d'une soustraction. Lors des essais sur les matériaux composites, ce filtre permet d'éliminer l'image du porte échantillon qui se trouve dans le champ de la caméra. Ensuite, un masque est appliqué pour délimiter la paroi qui est impactée comme présenté sur la Figure 3-13.

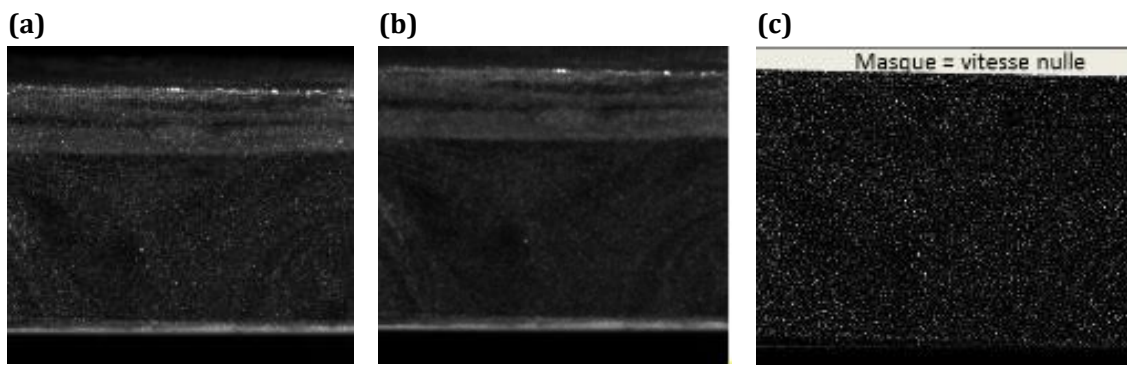


Figure 3-13 : Prétraitement des images de PIV. a) image brute, b) image filtrée, c) image après soustraction et masque.

Le positionnement de ce masque nécessite une précaution particulière. Les gradients de températures décrits ci-dessus induisent un déplacement apparent de l'interface fluide paroi. Ce

mouvement est mesuré sur un ensemble de 50 images, l'ordre de grandeur est de 3 pixels (54 μm). Le masque est alors placé à la position moyenne de la paroi. La vitesse sera considérée comme nulle dans la zone couverte par ce masque.

Des zones de flou induites par des gradients de températures ont été observées dans les images. Elles ne sont pas systématiquement présentes, on les observe dans 80% des images et, dans ces cas particuliers, la zone perturbée ne représente que 7% du champ. Aucune solution satisfaisante n'a permis de supprimer complètement ces zones qui sont supposés être dues aux gradients d'indice optique entre le jet de gaz chauds et l'objectif de la caméra.

ii. Dimensions des fenêtres d'interrogation :

Les fenêtres d'interrogation initiales ont pour dimensions 12x12 pixels. Les fenêtres finales d'interrogation sont de dimension 12x12 pixels avec un recouvrement de 50%. Quelques tests ont été réalisés avec des fenêtres rectangulaires permettant de mieux déterminer les vitesses et leurs fluctuations très proches de la paroi.

Dans le but de caractériser avec une précision spatiale suffisante la couche limite dans la zone proche paroi où la vitesse axiale est faible et le gradient de vitesse radiale élevé, quelques tests ont été réalisés avec des fenêtres d'interrogations (FI) de forme rectangulaire orientées selon la direction radiale r . Ces fenêtres font 8x24 px^2 , elles permettent de raffiner les mesures spatialement perpendiculairement à la paroi et de capter avec plus de précision les vitesses radiales. La Figure 3-14 présente la comparaison entre deux analyses faites sur un même profil de vitesses radiales U_r/U_b pour une position $r/d=0.57$. La paroi est positionnée en $y/d=0$. La première analyse est faite avec des FI carrées de 12x12 pixels, l'autre avec des FI rectangulaires de 8x24 pixels. L'utilisation de FI rectangulaires donne le maximum de vitesse et l'épaisseur de couche limite visqueuse avec une différence de l'ordre de 5% par rapport aux fenêtres carrées. On remarque que le gradient de vitesse près de la paroi est plus faible avec l'utilisation des FI carrées.

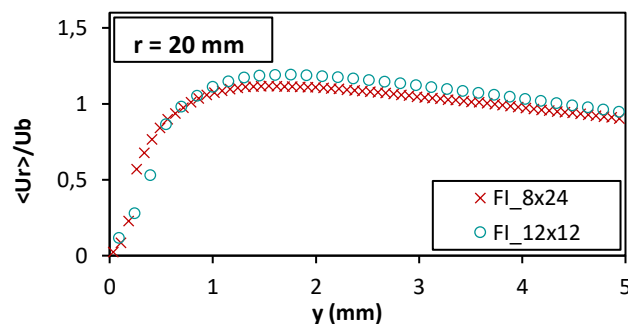


Figure 3-14 : Vitesses radiales pour $r/d = 0.57$. \circ fenêtres d'interrogations de 12x12 px^2 . \times fenêtres d'interrogations de 8x24 px^2 .

Cette faible différence entre les deux formes de fenêtres s'explique par l'utilisation d'un algorithme de PIV adaptatif qui permet de compenser, dans une certaine mesure, l'utilisation de fenêtres d'interrogation petites relativement aux déplacements de particules qui sont observés. L'ensemble des résultats présentés par la suite ont été obtenus avec des FI carrées de 12x12 px^2 .

Le fonctionnement des algorithmes adaptatifs (ou multigrille) sont expliqués plus en détails dans la littérature spécifique [123], [124].

iii. Validation des vecteurs de vitesses :

Différentes valeurs seuils sont utilisées pour valider ou non chacun des vecteurs. Parmi celles-ci, certaines dépendent de la qualité de l'image de particules et rejettent de l'analyse les fenêtres ne contenant pas suffisamment de particules pour obtenir un calcul statistique de corrélation satisfaisant. D'autres tests rejettent les fenêtres en fonction de critères liés à la qualité de la corrélation : hauteur du pic de corrélation ($Pk.H. > 0.7$), ratio entre le pic le plus haut et le second pic de la fenêtre ($Pk.R. > 1.2$), ratio signal sur bruit ($SNR > 7$). Enfin, certains vecteurs peuvent être rejetés s'ils donnent lieu à des gradients de vitesses aberrants par rapport à leurs plus proches voisins.

iv. Calcul des vitesses moyennes et fluctuantes :

Enfin, les vitesses moyennes et fluctuantes sont calculées sur la base des champs de vitesses après validation. Une étude de convergence montre que, pour les vitesses moyennes, 300 acquisitions sont suffisantes. Pour le calcul des vitesses fluctuantes, un nombre de 3000 acquisitions donnent un résultat complètement convergé. Dans la suite du travail, les vitesses seront présentées normalisées par la vitesse débitant U_b . Les racines carrées des moyennes quadratiques (RMS) seront calculées par la formule suivante :

$$x^{RMS} = \sqrt{\langle x' \cdot x' \rangle} = \frac{1}{N} \sqrt{\sum_n (x_n - \langle x \rangle)^2} \quad 3-4$$

3.3 Moyens de mesures pour la phase condensée

3.3.1 Perte de masse

La masse des échantillons composites est mesurée en temps réel durant l'agression avec une fréquence de 1 Hz. Le peson utilisé (VPG Transducers 1004) et son montage avec le porte échantillon permettent une sensibilité l'ordre de 300 mg. Pour valider les mesures in-situ, une pesée est toujours effectuée avant et après les tests sur une balance de grande précision (10 mg), l'essai est validé si les deux pertes de masse totale, mesurées par le peson et la balance, correspondent. La Figure 3-15 présente un exemple de masse brute mesurée au cours d'un essai. On peut voir sur cette courbe les pics dues à l'impaction du jet en début et en fin de test, ceux-ci sont matérialisés par des flèches.

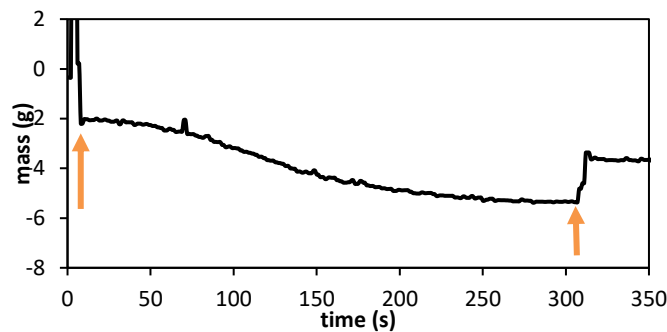


Figure 3-15 : Signal brut donné par le peson au cours d'un essai. Les flèches indiquent l'effet de l'impact du jet.

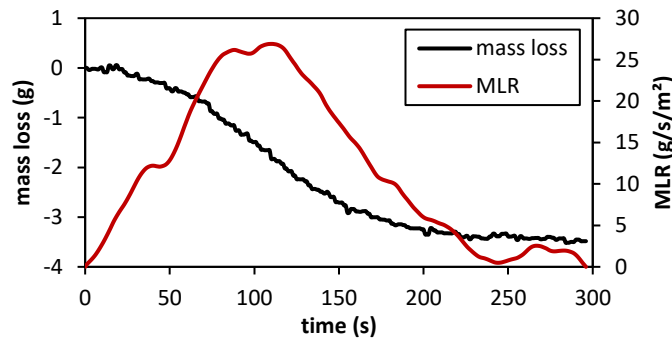


Figure 3-16 : Perte de masse et taux surfacique de perte de masse après filtrages temporels.

A partir du signal brut du peson, la perte de masse réelle au cours du temps est déterminée en soustrayant l'effet du jet impactant en début de test. Ensuite, un post-traitement est réalisé en appliquant deux filtres de Sawitzky-Golay [125] d'ordre zéro et d'ordre un. Les données filtrées temporellement et, ensuite la dérivée de la masse sont ainsi obtenues. Les courbes correspondantes sont représentées sur la Figure 3-16. Dans la suite du travail, seules les courbes de perte de masse filtrées et le taux de perte de masse surfacique (MLR en $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$) seront présentées. La perte de masse est normalisée par la surface S en m^2 qui correspond à la fenêtre d'agression de diamètre 45 mm.

$$MLR = \frac{1}{S} \frac{dm}{dt} \quad 3-5$$

Dans certains cas, la perte de masse montre une dérive positive dans les premières secondes de l'essai. Cette dérive est due à un échauffement rapide du peson, les courbes seront alors recalées manuellement. Leur validité sera vérifiée grâce aux mesures de masses effectuées avant et après chaque test avec la balance de précision.

3.3.2 Température

La température en face arrière des échantillons est mesurée par thermographie infra-rouge grâce à une caméra Thermacam PM 575 fabriquée par FLIR systems. La caméra utilisée mesure l'émission dans une gamme de longueur d'onde 7,5-13 μm , elle est équipée de filtres qui permettent une mesure continue de la température entre 100 °C et 600 °C. Le principe de la thermographie infrarouge est expliqué en détail dans le travail de thèse de Jean-Pierre Monchau [126]. Cette technique présente l'avantage d'une mise en œuvre relativement simple. Cependant, le calcul de la température fait par la caméra nécessite la connaissance de l'émissivité de surface du matériau. Celle-ci sera fixée à $\varepsilon = 0,9$ dans la suite du travail. Cette valeur correspond à ce qui a été mesuré par Boulet et al. sur des échantillons de carbone/époxy dégradés à différentes températures allant jusqu'à 400°C [63]. Les travaux de thèse de Yann Carpié [15] montrent que cette valeur de l'émissivité se vérifie également dans l'étude des composites carbone/PPS. Cette similitude entre les matériaux carbone/PPS et carbone/époxy s'explique par le fait que les fibres de carbone sont rapidement mise à nu par la dégradation et qu'elle ont une émissivité de surface de 0.9 [127].

3.3.3 Microscopie et analyse d'image

Des coupes transversales d'échantillons ont été effectuées pour caractériser la méso-structure des matériaux dégradés au moyen d'images de microscopie optique. Ces images ont ensuite été utilisées pour effectuer une analyse numérique plus quantitative. La Figure 3-17 présente le détail d'une image de microscope et son analyse. On distingue, sur cette image de composite carbone/PPS dégradé, des zones riches en matrice (en rouge), des porosités (en vert) et des torons de fibres et matrice (en bleu). Cette méthode d'analyse d'image est décrite ci-dessous.

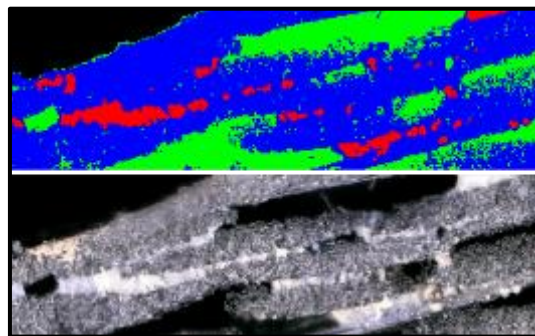


Figure 3-17 : En bas, détails d'une image obtenue par microscopie optique. En haut, résultat de l'analyse d'image. (vert : porosité, rouge: matrice, bleu : fibre).

Un programme Matlab est utilisé avec pour objectif de repérer les fibres, la matrice et les zones de porosité. Cette analyse d'images est basée sur une analyse de la taille et de la couleur des différents constituants. La première étape de l'analyse consiste à isoler le matériau composite de l'image de fond (Figure 3-18 .b). Dans un second temps, différents opérateurs morphologiques basés sur la taille et sur le niveau de gris sont appliqués pour reconnaître les composants. Sur l'exemple présenté dans les Figure 3-17 et 3-18.a, les porosités sont caractérisées par des zones noires relativement étendues, les fibres ont des formes petites et grises enfin la matrice forme des zones blanches. Enfin, pour certains échantillons, une étape supplémentaire de l'analyse permet de repérer le front de pyrolyse, celui-ci est reconnaissable par une couleur rouge/brun qui est facilement détectable par rapport à la résine blanche et aux fibres grises.

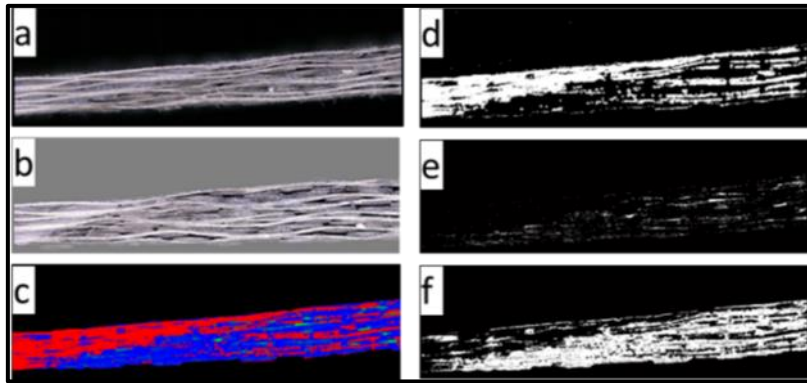


Figure 3-18: Analyse d'une image de microscopie : a) image brute, b) détection du fond, c) résultat final, d) zones de résine, e) zones de porosités, f) fibre.

Cette analyse des images de microscopie n'est pas entièrement automatisée puisqu'elle nécessite de la part de l'utilisateur des choix concernant les niveaux de gris et la taille des opérateurs morphologiques. Ces informations sont variables en fonction de l'éclairage et du zoom utilisés sur le microscope. Différents types de matériaux composites seront étudiés et les mêmes critères de sélections ne s'appliquent pas toujours sur ces différents matériaux. De plus, un pré-traitement manuel est parfois nécessaire pour éliminer certaines imperfections des images qui risquent d'être mal interprétées lors de l'analyse. La Figure 3-19 illustre ce type d'imperfections au bord et au centre de l'image.

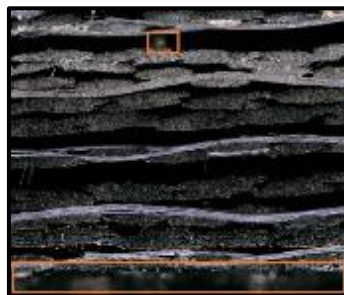


Figure 3-19: Défauts dans une image de microscopie.

Chapitre 3 : Présentation du montage et des moyens de mesure

Pour l'interprétation de ces images, on peut supposer qu'il n'y a pas de changement significatif de la structure lors du refroidissement en se basant sur le constat fait par Goodrich et Lattimer [48].

Chapitre 4 : Caractérisation du flux pariétal

1. Mesures expérimentales pour la caractérisation des flux radiatif et convectif	67
2. Simulations OpenFoam.....	82
3. Bilan du chapitre.....	95

La densité de flux (exprimée en $W.m^{-2}$), que nous nommerons flux pour simplifier la lecture de ce manuscrit, est la somme d'une composante radiative notée \dot{q}''_r et d'une composante convective notée \dot{q}''_{cv} . La part rayonnée du flux peut-elle même se décomposer en un flux incident \dot{q}''_i et un flux émis par la paroi \dot{q}''_{em} tel que :

$$\dot{q}''_{net} = \alpha.\dot{q}''_i + \dot{q}''_{cv} - \dot{q}''_{em} \quad 4-1$$

Où α représente l'absorptivité, c'est-à-dire la part du rayonnement incident qui est absorbée par la surface.

Il est particulièrement difficile d'évaluer les flux qui sont schématisés sur la Figure 4-1, alors que ces derniers jouent un rôle différent dans le processus de dégradation des matériaux exposés au feu. Les mesures expérimentales et la simulation numérique qui suivent ont pour objectif de caractériser finement les différentes composantes du flux à la paroi correspondant au montage expérimental qui est décrit dans le chapitre précédent, c'est-à-dire pour un jet de gaz chauds issus de la combustion de propane impactant une paroi réactive.

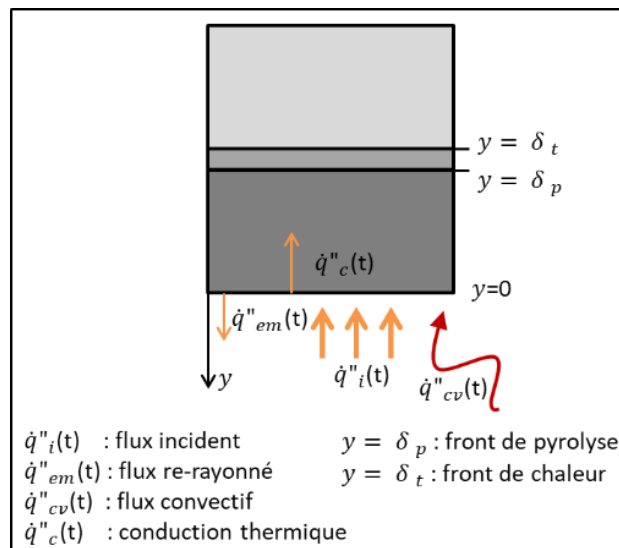


Figure 4-1 : Transfert thermique 1D à la paroi

Dans la première partie de ce chapitre, les résultats issues des mesures de flux au moyen d'un fluxmètre de type Gardon seront étudiés dans l'objectif de déterminer les flux convectif et radiatif au point d'arrêt. Le nombre de Nusselt Nu , qui caractérise le transfert convectif, sera comparé au Nu issu de calculs en considérant différentes hypothèses concernant le régime de turbulence du jet. Ces calculs seront basés sur la vitesse débitante U_b et la température de jet T_j . Les mesures de

flux radiatif seront également confrontées aux calculs de radiosité des surfaces par la méthode des facteurs de formes.

Des mesures complémentaires de vitesses et de températures en très proche paroi ont été effectuées avec des parois inerte (acier) et réactives (composite). Ces mesures ont pour objectif de quantifier l'effet des gaz de pyrolyse sur l'écoulement et sur la thermique du jet. D'autre part, ces mesures permettront de vérifier les hypothèses sur l'écoulement qui permettent un calcul analytique du flux convectif. Les hypothèses étant la viscosité de l'écoulement considérée comme négligeable devant son inertie et le caractère adiabatique du jet.

Enfin, un modèle numérique est proposé dans l'objectif de calculer le flux à la paroi de la plaque inerte. Ce modèle constitue une première approche numérique indispensable pour la simulation complète du jet chaud impactant une paroi réactive.

4.1 Mesures expérimentales pour la caractérisation des flux radiatif et convectif

Dans le cadre de ce travail, le point de fonctionnement utilisé pour les mesures de vitesses par PIV et les mesures de températures par thermocouple correspond à un flux de 106 kW.m⁻². Différents dispositifs existent pour caractériser expérimentalement la densité de flux ou la puissance du brûleur (voir Tableau 3-1). La densité de flux est toujours calibrée au moyen d'un fluxmètre de type Gardon avant les mesures de vitesse ou de température.

4.1.1 Mesures de flux thermique au point d'arrêt

L'utilisation d'un fluxmètre Gardon permet de mesurer le flux net \dot{q}''_{net} de façon directe et permet de mesurer le flux radiatif incident \dot{q}''_i en utilisant un hublot de quartz. Pour la mesure du flux incident, la transmittance du hublot de quartz est considérée comme égale à un dans l'infrarouge. Le fluxmètre, qui est refroidit par un circuit hydraulique, fournit également la température de surface du capteur T_w . La connaissance des quatre grandeurs : température de surface, densité de flux total, densité de flux radiatif et température du jet impactant T_j permet de faire un bilan thermique sur ce capteur pour calculer le coefficient de transfert thermique h .

$$h = \frac{\dot{q}''_{net} - \alpha \dot{q}''_i + \sigma \varepsilon T_w^4}{T_j - T_w} \quad 4-2$$

Il est utile de connaître le coefficient d'échange convectif plutôt que le flux convectif puisque ce coefficient est indépendant de la température de paroi contrairement au flux. Comme expliqué précédemment, le capteur de type « Gardon » est refroidie et présente une température de paroi constante relativement faible.

Le flux rayonné et absorbé mesuré avec un hublot est $\alpha \cdot \dot{q}''_i = 22 \text{ kW.m}^{-2}$. Les mesures de thermocouple qui sont présentées dans le paragraphe 4.1.3 donnent une température de jet T_j de 1600 K pour le point de fonctionnement considéré ($\dot{q}''_{net} = 106 \text{ kW.m}^{-2}$) et la température du capteur T_w est de 340 K. Le coefficient de transfert thermique convectif ainsi calculé est de 66 W.m⁻².K⁻¹ et le nombre de Nusselt de 23.1.

4.1.2 Mesures de température sur la paroi en acier

La majorité des mesures de vitesses et de températures qui sont exploitées dans ce travail ont été effectuées en substituant le matériau composite par une plaque en acier inoxydable. Afin d'éviter la déformation de la plaque par des contraintes thermomécaniques, son épaisseur a été fixée à 20 mm. La température de la plaque est contrôlée durant les mesures au moyen de trois thermocouples dans l'épaisseur, dont la position est reportée sur la Figure 4-2, et d'une mesure par thermographie infra-rouge en face arrière.

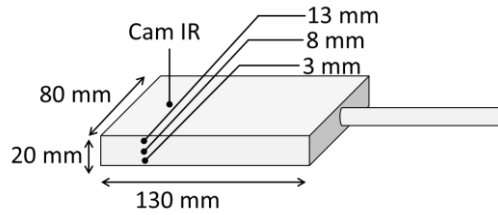


Figure 4-2 : Position des thermocouples lors des mesures de température dans la plaque acier.

Les résultats de ces mesures sont reportés en figure 4-3. Les barres d'erreur représentent l'incertitude. Le calcul du profil de température au centre de la plaque acier par un modèle de conduction 1D montre que ce montage ne permet pas d'effectuer un calcul de flux par méthode inverse comme cela est fait dans la référence [107]. En effet la plaque n'est pas thermiquement mince et les pertes thermiques sur les bords de la plaque ne sont pas négligeables.

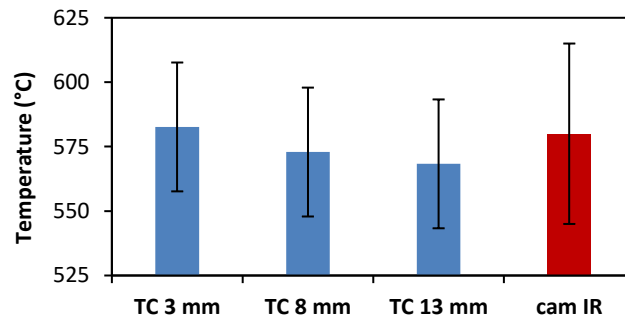


Figure 4-3 : Températures mesurées dans l'épaisseur et à la surface de la plaque acier à l'équilibre thermique.

4.1.3 Caractérisation du jet en sortie de brûleur et estimation des composantes radiative et convective du flux thermique

Ce paragraphe présente, dans un premier temps, des mesures de températures et de vitesses faites en sortie du brûleur. Dans un second temps, ces mesures sont exploitées afin de calculer le nombre de Nusselt au point d'arrêt en utilisant les formules analytiques qui ont été présentées dans l'état de l'art (Chapitre 2). Enfin, un calcul du flux rayonné est proposé. Ce calcul fera appel à des facteurs de formes. L'ensemble des résultats issus des calculs analytiques, pour le nombre de Nusselt et pour le flux rayonné, seront confrontés avec les résultats expérimentaux qui sont présentés dans le paragraphe 4.1.1.

Les valeurs de vitesses seront normalisées par la vitesse débitante U_b . La vitesse débitante est évaluée expérimentalement sur la base des mesures de PIV effectuées à chaud. Les températures et les vitesses présentées dans la première section sont mesurées avec une paroi impactée inerte, en acier, à l'équilibre thermique afin de caractériser l'écoulement sur un matériau non dégradant. Une seconde série d'essais a été menée avec une paroi impactée réactive en comparant plusieurs matériaux composites.

a) *Mesures de vitesses et de températures*

Le profil axisymétrique du jet impactant permet de décrire l'écoulement dans un référentiel cylindrique où U_r est la composante radiale et U_y est la composante axiale. L'utilisation d'un montage de PIV (Particle Image Velocimetry) 2D ne donne pas accès à la composante azimutale de la vitesse, mais celle-ci est supposée très faible devant la composante axiale.

La Figure 4-4 reporte les résultats des mesures PIV effectués en sortie du jet impactant la plaque métallique inerte. Comme indiqué plus tôt, les profils de vitesses axiales et radiales sont normalisés par la vitesse débitante $U_b = 8 \text{ m.s}^{-1}$. La composante moyenne et la composante fluctuante des vitesses axiale U_y et radiales U_r sont calculées pour 3000 acquisitions, les mesures sont répétées trois fois afin de vérifier la répétabilité. Il a été remarqué que la vitesse de sortie du brûleur pouvait varier d'un essai à l'autre, la variation étant de l'ordre de 2%. On observe que le maximum de vitesse axiale est de $U_y/U_b = 1.1$, correspondant à un nombre de Reynolds $Re = 1500$. Selon la classification faite par Polat [97], le jet étudié est donc semi-turbulent. Les fluctuations de vitesse axiale varient entre $0.15 U_b$ au centre du tube et $0.2 U_b$ proche de $r/d = 0.4$. La configuration étudiée est originale en comparaison avec l'état de l'art présenté dans le chapitre 2, le rapport $H/d = 0.5$ est très faible, correspondant à une distance H de 17 mm pour un diamètre de tube de flamme de 35 mm. Cette faible distance explique les valeurs élevées de la composante radiale observées Figure 4-4.c.

Les températures ont été mesurées par un thermocouple fin (diamètre de la jonction $50 \mu\text{m}$). Les mesures sont présentées avec correction (croix rouge) et sans correction (losanges noirs). On remarque que la correction en rayonnement est très faible, elle est de l'ordre de 20 K.

Les températures sont adimensionnées selon l'expression $(T - T_\infty) / (T_j - T_\infty)$ où T_j représente la température du jet et T_∞ représente la température ambiante. Sur la Figure 4-4.e, on remarque que le profil de températures moyennes est relativement plat avec un maximum à $T_j = 1600 \text{ K}$ et une température relative de 0.3 pour r/d proche de 0.5.

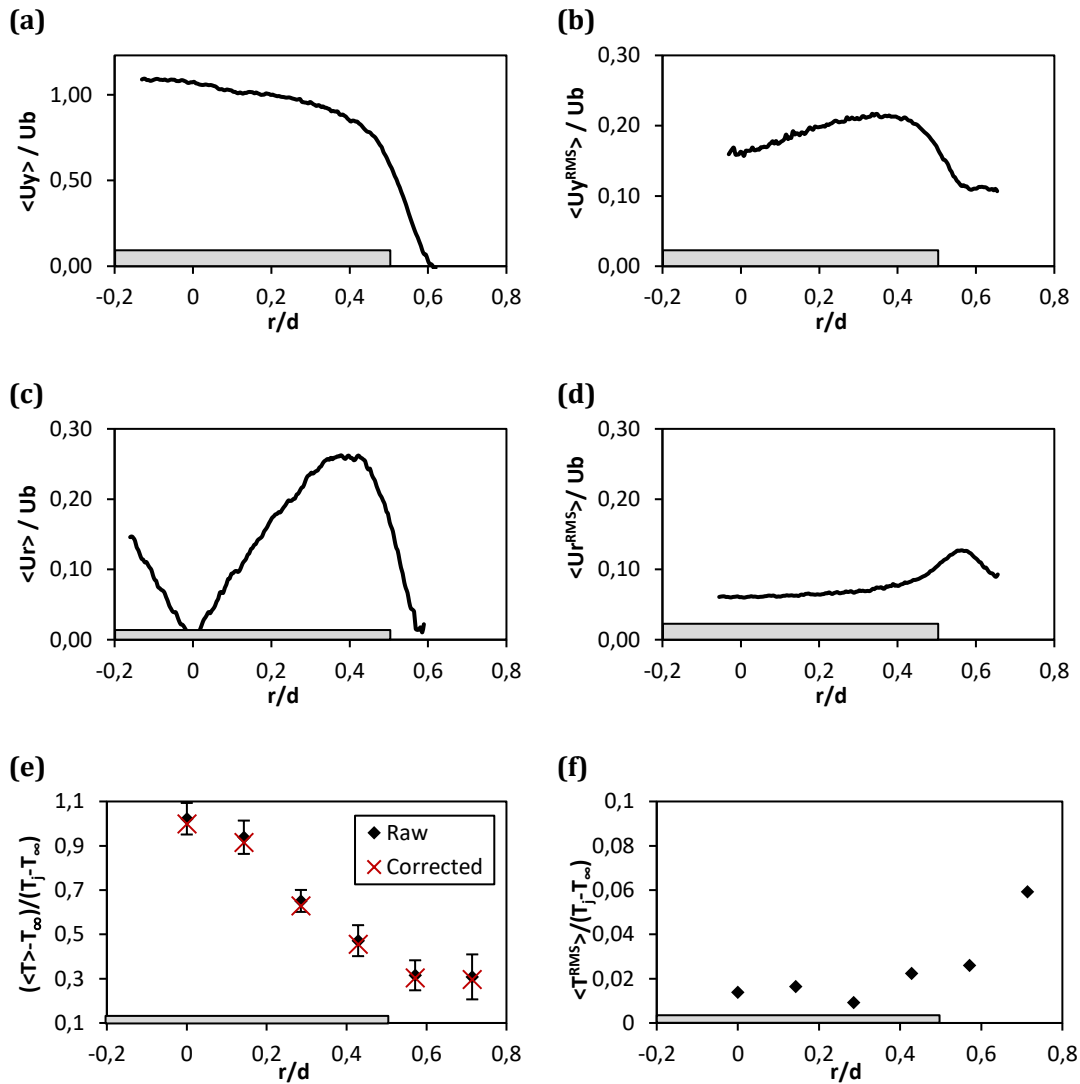


Figure 4-4 : Vitesses et températures en sortie du brûleur (2 mm au-dessus du tube de flamme) : (a) vitesse axiale, (b) fluctuation de vitesse axiale, (c) vitesse radiale, (d) fluctuation de vitesse radiale, (e) température, (f) fluctuation de température. Le rectangle gris représente la position du brûleur.

b) Calcul de transfert convectif au point d'arrêt

Le jet étudié présente un faible nombre de Reynolds (1500) ce qui correspond à un jet de transition laminaire/turbulent selon la classification faite par Polat. Les formules pour le calcul du nombre de Nusselt dans les approximations d'un jet laminaire (Nu_0^{Lam}) ou de transition (Nu_0^{Trans}) seront donc comparées. Les mesures de PIV présentées dans la Figure 4-4.b mettent en évidence des vitesses fluctuantes en sortie de tube qui seront prise en considération dans le calcul du nombre de Nusselt avec une troisième approximation turbulente (Nu_0^{Turb}).

Les coefficients thermodynamique présentés dans le Tableau 4-1 sont issues d'un calcul de combustion avec le logiciel CEARun [122] et conduisent à un nombre de Nusselt au point d'arrêt $Nu_0^{Lam} = 28.1$ et un coefficient de transfert thermique de $h_0^{Lam} = 80.6 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$.

Tableau 4-1 : Propriétés thermodynamiques des gaz chauds du brûleur à 1600 K.

ρ (kg·m ⁻³)	μ (kg·m ⁻¹ ·s ⁻¹)	ν (m ² ·s ⁻¹)	C_p (J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹)	k (W·m ⁻¹ ·K ⁻¹)	α (m ² ·s ⁻¹)	Pr
0,295	5,61.10 ⁻⁵	2,54.10 ⁻⁴	1,25.10 ³	0.1	2,73.10 ⁻⁴	0.697

$$Nu_0^{Lam} = 0.763 d Pr^{0.4} \left(\frac{U_0}{\pi d \nu} \right)^{0.5} \quad 4-3$$

$$Nu_0^{Trans} = 0.56 Re^{0.492} \quad 4-4$$

$$Nu_0^{Turb} = 0.65 Re^{1/2} + 2.03 \left(\frac{Tu Re}{100} \right) - 2.46 \left(\frac{Tu Re^{3/4}}{100} \right)^2 \quad 4-5$$

Les formules 4-4 et 4-5 donnent respectivement des nombres de Nusselt de $Nu_0^{Trans} = 20.5$ pour un jet de transition laminaire/turbulent et de $Nu_0^{Turb} = 41.3$ en considérant une turbulence de 10%. Les formules 4-3 pour un jet laminaire et 4-4 pour un jet de transition montrent un bon accord avec les mesures obtenues avec le fluxmètre Gardon (4.1.1), qui conduisent à un Nusselt de 23.1. La formule 4-5, qui considère un terme de turbulence Tu dans le transfert à la paroi, surestime le nombre de Nusselt au point d'arrêt de près de 80%. Le bon accord entre la théorie de Sibulkin [99] (équation 4-3) et les mesures expérimentales indique que le jet est quasiment laminaire. Les fluctuations de vitesse axiale mesurées en sortie de brûleur qui sont données dans la Figure 4-4 sont attribuées à des pulsations de basse fréquence dans le tube de flamme et ne semblent pas affecter de manière significative le transfert à la paroi.

c) Calcul du flux rayonné par les gaz de combustion et par le tube de flamme

Les mesures effectuées avec un fluxmètre Gardon indiquent que le rayonnement représente une part significative du flux thermique, évalué à environ 21%. Les calculs analytiques suivants ont pour objectif d'évaluer la source de ce flux radiatif en provenance du brûleur. Pour cela, un calcul d'échanges radiatifs est mené en utilisant un modèle de facteurs de formes [128]. Le système est modélisé par un ensemble de surfaces opaques et par un milieu participatif. En effet, on considérera les gaz chauds comme un milieu homogène de gaz rayonnants emplissant la totalité du tube cylindrique (brûleur). La géométrie du modèle utilisé est reportée dans la Figure 4-5.

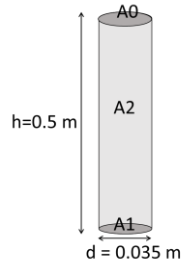


Figure 4-5 : Surfaces du modèle de brûleur utilisé pour le calcul des facteurs de forme.

Les surfaces A2 et A1 représentent les bords et le fond du tube contenant la flamme, ces parois sont considérées comme adiabatiques et leur émissivité à $\varepsilon = 0.8$. La face A0 représente quant à elle la paroi impactée. La distance entre la paroi et le bord du tube étant faible, cette dernière est négligée. La résolution des équations 4-6 pour chaque surface permet d'évaluer les différentes radiosités mises en jeu. J_0 correspond ainsi à l'ensemble du flux rayonné émis ou réfléchi par la plaque impactée par le jet. Le milieu participatif représente les gaz de combustion CO_2 et H_2O .

$$J_i = \underbrace{\varepsilon_i \sigma T_i^4}_{\text{Rayonnement émis}} + (1 - \varepsilon_i) \underbrace{\left[\sum_{j=1}^n F_{ij} J_j \bar{\tau}_{ji} + \bar{\varepsilon}_{gi} \sigma T_g^4 \right]}_{\text{Rayonnement incident absorbé}} \quad 4-6$$

Les facteurs de forme F_{ij} sont calculés à partir des formules de Howell [129]. Le terme $\bar{\varepsilon}_{gi} \sigma T_g^4$ représente la part de rayonnement des gaz vers la surface i. Les émissivités $\bar{\varepsilon}_{gi}$ et les transmittivités $\bar{\tau}_{ji}$ sont calculées au moyen des modèles de gaz gris établis par Smith [130] en supposant que le tube de flamme est composé d'un mélange homogène de gaz à 1600 K.

La radiosité J_0 correspond à la somme des rayonnements incidents absorbés par la surface A0 et du rayonnement émis par cette surface. Ainsi, le flux absorbé par la plaque acier est de 25.1 kW.m^{-2} selon le calcul. Ce flux absorbé peut être comparé au flux radiatif mesuré par le fluxmètre « Gardon » car sa surface est refroidie donc le rayonnement émis négligeable. Ce flux mesuré vaut 22 kW.m^{-2} . L'accord entre le calcul et la mesure est bon (12% de différence) malgré l'hypothèse de parois adiabatiques qui contribue à surestimer le flux rayonné. Ceci montre la pertinence de cette approche simplifiée de calcul.

Nous pouvons donc reprendre ce calcul en annulant les termes associés à l'émission directe des gaz chaud (flamme), en prenant $\bar{\varepsilon}_{gi} = 0$. Ce calcul donne un résultat très proche avec un flux net de 23.7 kW.m^{-2} indiquant que le rôle joué par l'émission directe de la flamme est négligeable devant le rayonnement du tube incandescent. Ainsi, la flamme, par son rayonnement, contribue à l'échauffement des parois du brûleur qui restitue cette énergie sous forme de rayonnement thermique vers la plaque exposée. Cependant la flamme ne contribue directement que de façon négligeable. Ceci s'explique par la faible dimension de la flamme et la faible concentration de suie générées par la combustion du propane.

Les modèles analytiques pour le calcul du nombre de Nusselt au point d'arrêt et le modèle pour le calcul du flux radiatif par facteurs de formes utilisés dans ce paragraphe permettent d'estimer le transfert thermique au point d'arrêt, à partir de mesures simples de vitesse débitante et de température. Cependant, ceux-ci ne permettent pas de calculer le profil de Nusselt à la paroi en fonction de la position en r/d . De plus, ces formules ne prennent pas en compte l'inhomogénéité du profil de température en sortie de tube. Il semble alors pertinent de compléter l'analyse de l'écoulement près de la paroi.

4.1.4 Mesures de vitesses et de températures en proche paroi

a) Analyse expérimentale du jet impactant une paroi non réactive

L'analyse des champs de vitesses moyennes (Figure 4-6) et instantanées (Figure 4-7) est réalisée dans le plan perpendiculaire à la paroi impactée passant par le centre du brûleur. Différents profils de vitesses moyennes (Figure 4-8) et de vitesses fluctuantes (Figure 4-9) sont extraits de ces champs pour six positions radiales comprises entre $r/d = 0$ et $r/d = 0.71$.

Les champs de vitesses moyennes présentés dans la Figure 4-6 montrent les caractéristiques du jet impactant qui ont été décrites dans l'état de l'art. On retrouve une zone de jet libre en sortie de tube, une zone de stagnation proche de $r/d = 0$ puis une zone de jet pariétal. Dans les configurations utilisées dans les références [102], [106], [108], le rapport H/d est plus grand et le profil de vitesses axiale au centre du jet présente une portion constante suivie d'une zone de transition et d'une décroissance linéaire de la vitesse jusqu'à atteindre zéro à la paroi. Dans ce travail, la base du jet présente une zone de jet libre très courte ($y/d > 0.4$). On explique ce comportement de l'écoulement par la position de la paroi qui est proche du tube de sortie, $H/d = 0.5$. La paroi ne permet pas au jet de se développer pleinement. Contrairement aux travaux cités précédemment, le profil de vitesse axiale au centre du jet qui est tracé dans la Figure 4-8 est continuellement décroissant. La configuration utilisée par Rémie [102] est relativement proche de celle utilisée dans ce travail. Pour cette raison, dans ce qui suit, les résultats de Rémie seront comparés à ceux obtenus dans la présente étude.

Les droites tracées sur les profils de vitesses axiales moyennes dans la Figure 4-8 montrent une décroissance quasi linéaire de pente $\beta_y = \partial(\frac{U_y}{U_b})/\partial(\frac{y}{d})$ valant 3.13 pour r/d inférieur à 0.5. Le profil de vitesse radiale se caractérise par une épaisseur de couche limite notée δ^{exp}/d qui est quasi constante et évaluée égale à 0.046. Pour $y = \delta^{exp}$, la vitesse radiale est linéairement croissante avec r et $\partial(\frac{U_r}{U_b})/\partial(\frac{r}{d}) = 1.85$. Cette évolution linéaire des vitesses est en accord avec les calculs analytiques présentés dans l'état de l'art (équations 2-22 et 2-24) comme le montre le tableau suivant.

Tableau 4-2 : Comparaison des résultats expérimentaux et analytiques pour les essais sur matériaux inerte (acier).

$\partial(\frac{U_y}{U_b})/\partial(\frac{y}{d})$	$\delta_{U_y, \text{theo}}/d$	$\partial(\frac{U_r}{U_b})/\partial(\frac{r}{d})$	$\delta_{U_r, \text{theo}}/d$	δ^{exp}/d
3.13	0.044	1.85	0.056	0.046

Les mesures de vitesses faites par PIV sont en accord avec la théorie analytique de Schlichting. La croissance de la vitesse U_r selon l'axe r est bien linéaire comme la décroissance de la vitesse U_y selon l'axe y . Les valeurs expérimentales de couche limite sont proches de la théorie. En revanche, la variation de vitesses selon y est inférieure à deux fois la variation selon r . Cet écart avec la théorie peut s'expliquer par la nature du jet. En effet, la caractérisation du jet en sortie montre que l'écoulement comporte des fluctuations puisque le rapport $\langle U_y^{RMS} \rangle / U_b$ est de l'ordre de 0.2, de plus le jet et la paroi ne sont pas parfaitement adiabatiques.

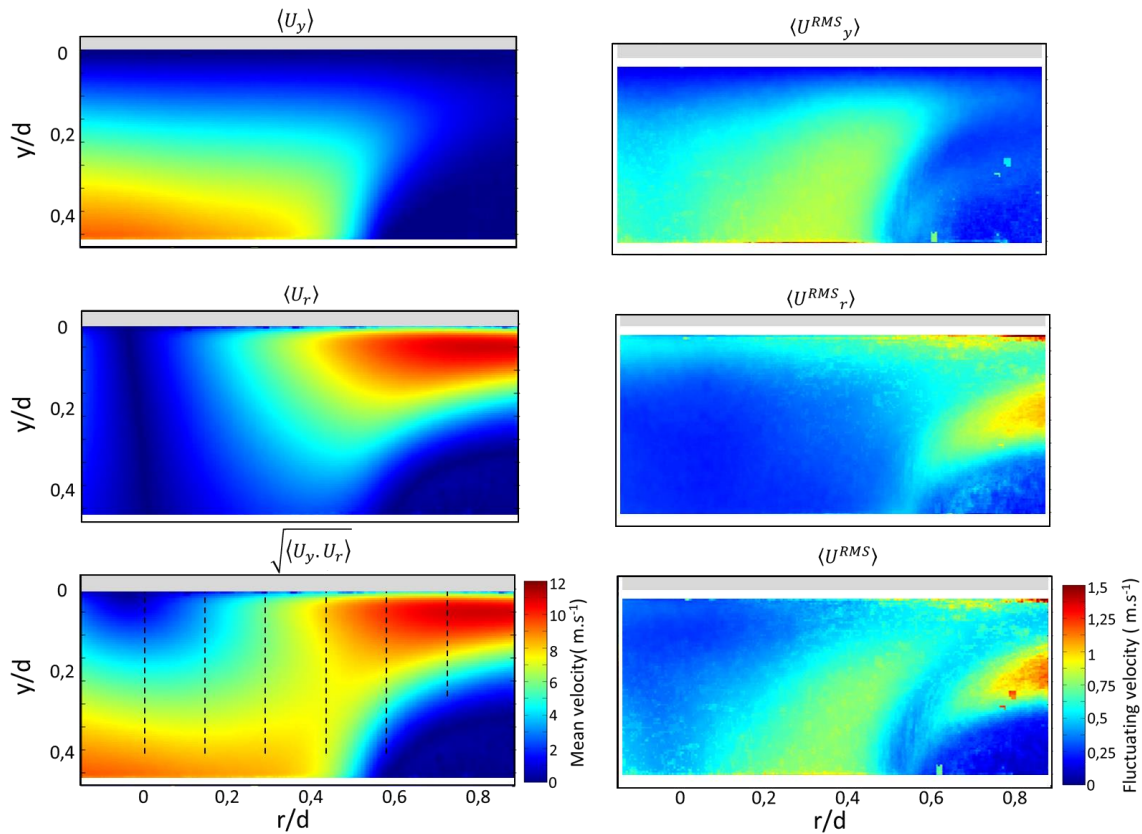


Figure 4-6 : Champs de vitesses moyennes et d'intensités fluctuantes.

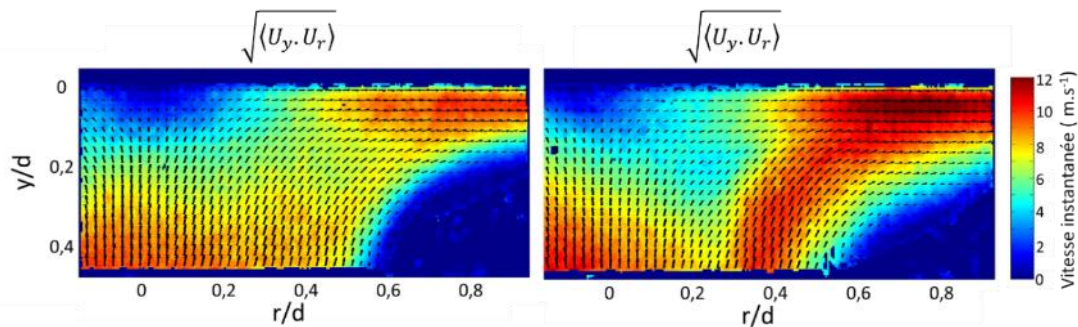


Figure 4-7 : Module et direction de la vitesse instantanée pour deux acquisitions.

La Figure 4-6 et la Figure 4-9 montrent des fluctuations de vitesses axiales relativement importantes en comparaison avec le faible nombre de Reynolds qui vaut 1500. Le tube de flamme de 50 cm a pour objectif de re-laminariser l'écoulement, cependant des pulsations de basses

fréquences sont générés dans la chambre de combustion et sont présentes à la sortie du tube de flamme. Celles-ci sont visibles sur les mesures de vitesses instantanées présentées dans la Figure 4-7 où l'on peut voir une variation de grande étendue. Ce type de variations semble correspondre à des pulsations acoustiques plus qu'à des structures turbulentes.

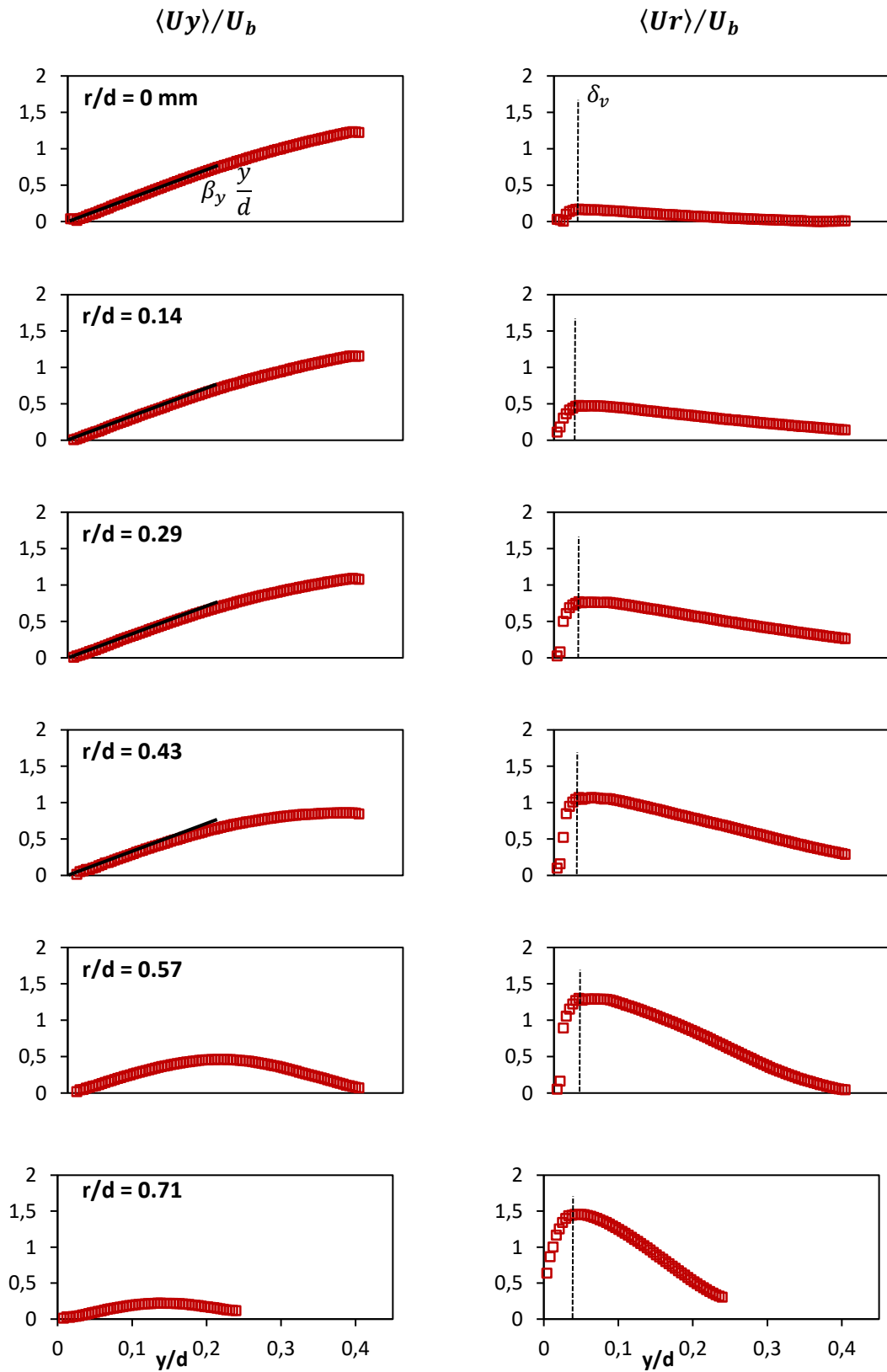


Figure 4-8 : Profils de vitesses moyennes pour différentes positions radiales (approximation linéaire en trait plein, sous couche visqueuse en pointillés).

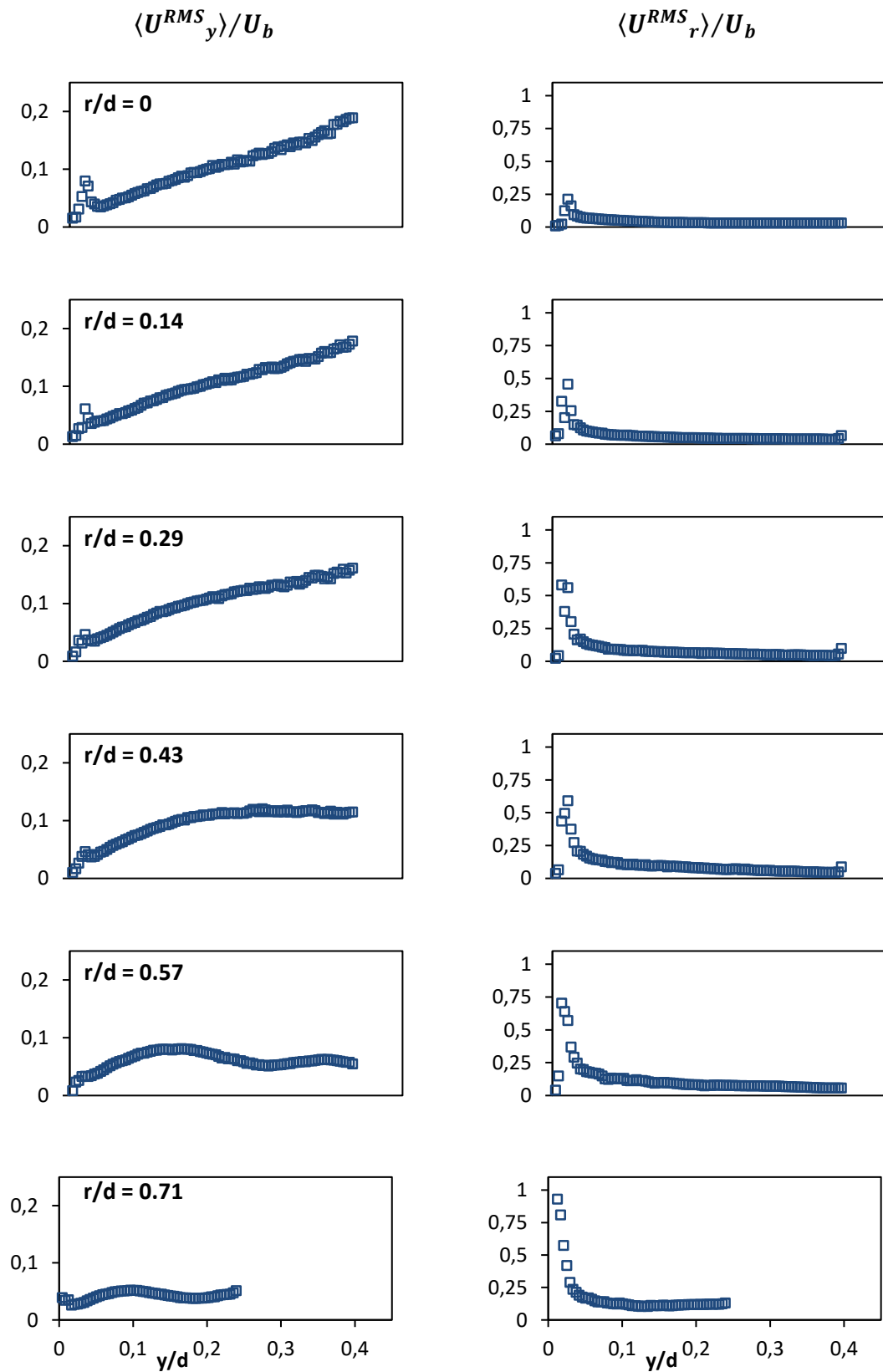


Figure 4-9 : Profils des fluctuations de vitesses pour différentes position radiales.

La comparaison des mesures de vitesses avec les calculs analytiques proposés par Rémie dans la référence [102] est présentée dans la Figure 4-10. Deux calculs analytiques sont confrontés, l'équation 4-7 considère les effets de viscosité (zone proche paroi) et dans l'équation 4-8 les termes de viscosité sont négligés (zone plus éloignée de la paroi).

$$U_y(y) = \frac{-a^2}{4 U_{max}} (y + y_{ref})^2 - a(y + y_{ref}) \quad 4-7$$

$$U_y(x) = a \delta \left(\frac{y^3}{3\delta^3} + \frac{y^2}{\delta^2} \right) \quad 4-8$$

Le terme δ représente l'épaisseur de la sous-couche visqueuse et vaut $2(v/a)^{0.5}$, la distance y_{ref} vaut zéro dans le cas d'un écoulement dont la viscosité est négligée et il vaut $\delta/3$ autrement. Le terme $a = 2U_{max}/H$ permet de considérer la distance entre la paroi et la sortie de brûleur.

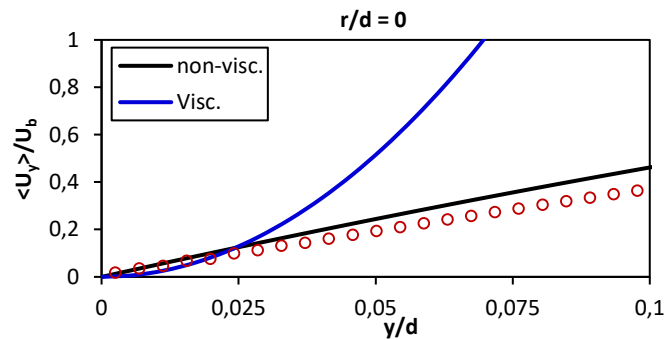


Figure 4-10 : Profils de vitesse expérimentale et calculs analytiques avec et sans terme de viscosité.

La comparaison entre les deux modèles et les mesures de PIV est faite pour la position $r/d = 0$. Elle montre un bon accord avec le modèle non visqueux en proche paroi.

Cette comparaison entre les mesures de vitesse effectuées en proche paroi et les deux modèles présentés ci-dessus permet de valider l'approximation faite dans le paragraphe 4.1.3. En effet, on montre ici que la théorie de Sibulkin [99] et son extension pour un jet de transition [105], négligeant le terme de viscosité, sont applicables dans le cas présent. Ces théories considèrent également le jet comme étant adiabatique, des mesures de températures en proche paroi sont donc effectuées pour vérifier la véracité de cette hypothèse à l'équilibre thermique.

Les mesures de températures normalisées sont reportées dans la Figure 4-11. Ces mesures sont effectuées pour les mêmes positions radiales que les vitesses présentées précédemment et pour une distance à la paroi comprise entre $y/d = 0$ et 0.17. T_j représente la température du jet et T_∞ la température ambiante. Sur cette figure, les températures pour $r/d = 0$ sont à considérer avec beaucoup de prudence puisque le thermocouple est en contact avec la paroi.

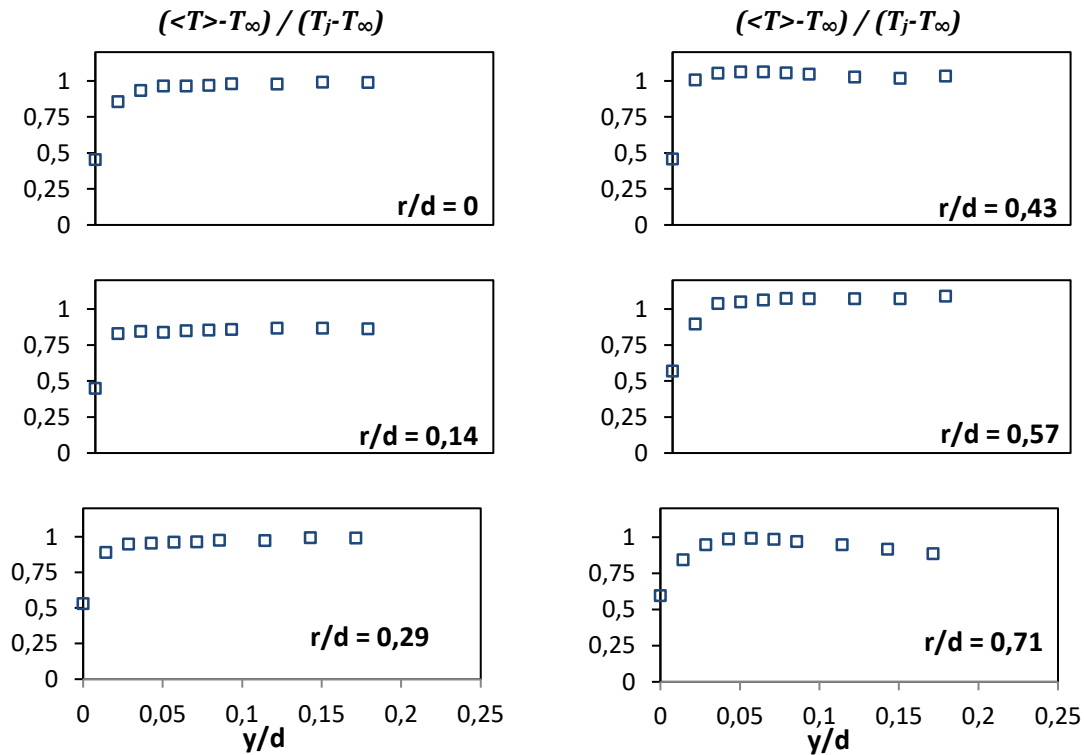


Figure 4-11 : Profils de températures normalisées pour différentes valeurs de r/d .

Dans la zone de stagnation, $r/d < 0.5$, la température est quasiment constante et égale à T_j jusqu'à $y/d = 0.015$, créant un fort gradient thermique à la paroi qu'il est difficile de mesurer avec le thermocouple sans toucher la paroi quand $y < 0.5$ mm. Pour $r/d > 0.5$, le gradient thermique est plus faible et l'épaisseur de couche limite thermique est de l'ordre de 1 mm. Les points de mesures les plus éloignés de l'axe ($r/d = 0.71$) montrent un maximum de température pour $y/d = 0.057$, ce qui correspond à $y = 2$ mm. Pour y/d croissant, la température est ensuite décroissante à cause du mélange avec l'air ambiant plus froid. Sur la Figure 4-11, il est surprenant de constater que la température maximale est mesurée autour de la lèvre du brûleur avec une température relative légèrement supérieure à la température de jet.

b) *Effet des gaz de pyrolyse sur l'écoulement*

Les sections précédentes étaient consacrées à la description de l'écoulement formé par l'impaction de la flamme sur une surface métallique inerte. Ce paragraphe traite, quant à lui, de l'influence des gaz de pyrolyse sur l'écoulement proche d'une paroi réactive. Pour cela, des mesures de PIV très similaires à celles présentées dans le paragraphe 4.1.4.a ont été réalisées en

plaçant différents échantillons de matériaux composites à la place de la paroi en acier. L'utilisation des matériaux composites pose plusieurs difficultés pour mener à bien les mesures de vitesses en raison de la dégradation. En particulier, le gonflement des échantillons implique un mouvement de la paroi vers les y croissants et les fibres qui réfléchissent la lumière empêchent souvent d'effectuer des mesures précises en proche paroi. En conséquence, les vitesses sont moyennées sur des plages de 5 s, soit 50 images, à différents instants de la dégradation.

Le filtrage spatial passe bas des images de PIV permet, dans certaines conditions, de visualiser le fond et de suivre la dégradation de la surface comme le montre la Figure 4-12. De haut en bas, sont représentés, (a) un échantillon vierge, (b) le début de la dégradation entouré en orange et (c) un échantillon dégradé en face avant. Sur ces images, on peut voir la face avant d'un échantillon exposé au feu, la nappe de lumière éclaire fortement cet échantillon au milieu des images. Celle-ci est repérée par deux flèches, elle est très visible sur l'image (a) et est masquée par le gonflement de l'échantillon sur l'image (c).

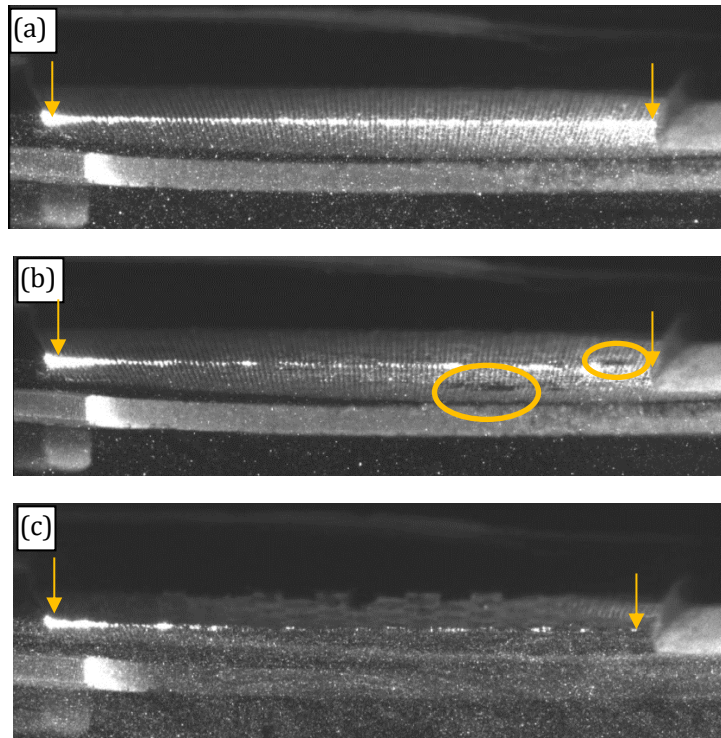


Figure 4-12 : Images filtrées de PIV à différents instants de la dégradation d'un matériau composite.

La Figure 4-13 représente les profils de vitesse axiale et radiale pour différents tests effectués avec une paroi en acier et deux matériaux composites de natures différentes. Les vitesses U_y ont été adimensionnées par la vitesse débitante U_b .

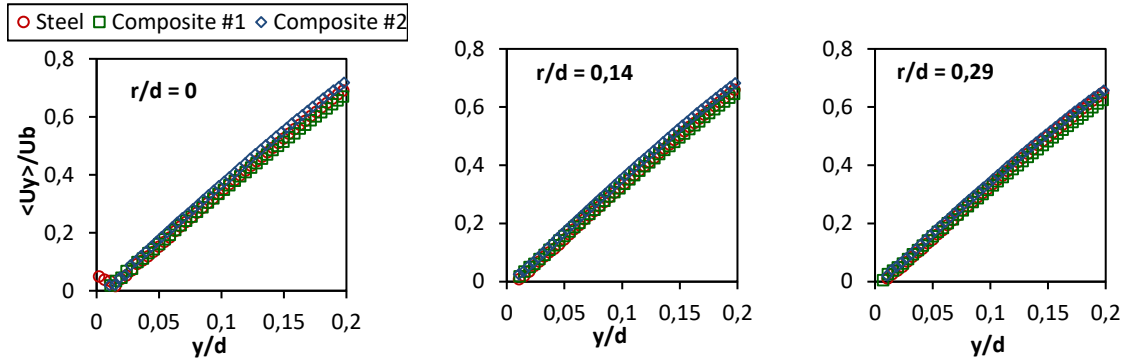


Figure 4-13 : Vitesses axiale en proche paroi pour une paroi acier et pour différentes parois réactives.

Les mesures effectuées sur différentes parois réactives et à différents moments de la dégradation ne montrent pas de différences significatives dans les profils de vitesses. De plus, les vitesses moyennes mesurées proche de la paroi en acier et pour les différents composites, présentées dans la Figure 4-13, sont quasiment identiques. Ces résultats montrent que les gaz de pyrolyse n'ont pas d'effet sur l'écoulement du jet impactant. Cette conclusion sera appuyée par les mesures de pertes de masse présentées dans le chapitre 5 qui montrent que le débit de gaz de pyrolyse est négligeable devant le débit des gaz de combustion du brûleur.

A l'issue de ce sous chapitre, nous avons mesuré les flux convectifs et radiatifs au point d'arrêt. Nous avons montré que le flux convectif est dû à un écoulement quasi laminaire et que les fluctuations de vitesses que l'on observe peuvent être attribuées à des pulsations qui n'affectent pas (ou peu) le flux convectif. Concernant le flux radiatif, nous avons montré qu'il est largement dû au rayonnement du tube de flamme chaud et que les gaz de combustion ne rayonnent que très peu.

4.2 Simulations OpenFoam

La simulation numérique du jet impactant qui va suivre est motivée par l'évaluation du coefficient de transfert thermique. Le calcul du flux thermique est un problème de simulation multi-physique qui nécessite la prise en compte de nombreux phénomènes tels que le niveau de turbulence du jet, les transferts radiatifs, et la conduction thermique dans le solide. Pour résoudre ces problèmes, il est crucial de choisir le code de calcul le mieux adapté. Afin de renforcer la démarche, les premiers calculs seront réalisés avec une plaque non réactive en acier. Dans un second temps, un modèle complet sera utilisé pour simuler la pyrolyse du matériau composite.

Dans la première configuration dite « non réactive », le solveur utilisé est « chtMultiRegionFoam ». Ce solveur, qui fait partie de la plateforme « OpenFoam » [115], permet de prendre en compte les phénomènes de transferts radiatif et convectif dans la phase fluide en utilisant un modèle de LES particulièrement adapté en proche paroi : WALE. Il permet également de calculer les transferts thermiques dans la plaque d'acier en trois dimensions. Cette première étape permettra de valider le maillage et les modèles utilisés pour le calcul de flux pariétal.

Pour la seconde configuration, qui sera décrite en détail dans le chapitre 5, le solveur « fireFoam » [131] sera utilisé. fireFoam est basé sur le solveur chtMultiRegionFoam, mais il intègre en plus un sous-modèle 1D de pyrolyse pour le solide.

Dans les deux configurations, le domaine de calcul ne comprend pas la chambre de combustion du brûleur, la frontière s'arrête au bord des lèvres du brûleur.

4.2.1 Description du modèle numérique

Cette description présente l'ensemble des données d'entrée du code de calcul, les équations de base et les modèles, la géométrie, le maillage, et les conditions aux bords de cette géométrie.

a) *Choix des modèles physiques*

Comme indiqué précédemment, deux solveurs ont été utilisés pour les simulations, chtMultiRegionFoam pour le cas de la plaque acier, et fireFoam qui permet en plus de simuler la dégradation des solides. fireFoam étant développé à partir du solveur chtMultiRegionFoam, pour la phase fluide, les mêmes modèles ont été utilisés dans les deux configurations, paroi inerte et paroi réactive.

i. Equations de Bilan :

chtMultiRegionFoam résout les équations de bilan (masse, quantité de mouvement, énergie) moyennées suivant la méthode de Favre pour un écoulement compressible. La résolution dans le temps des équations est faite selon un schéma de Cranck-Nicholson d'ordre deux. Un schéma PIMPLE (Pressure Implicit Method for Pressure-Linked Equations) est utilisé pour résoudre ces équations. Les équations sont discrétisées spatialement suivant un maillage qui est présenté ci-dessous. L'écoulement des gaz chauds en sortie de brûleur est considéré comme non réactif, aucun modèle de chimie n'est utilisé dans cette partie du travail. Le calcul de pyrolyse dans la phase solide sera décrit en détail dans le chapitre 5.2.

ii. Modèle de sous maille pour la turbulence :

Le calcul aux grandes échelles (LES) nécessite la définition d'un modèle de sous maille (SGS pour Sub Grid Scale) pour la production et la dissipation de la turbulence aux échelles spatiales non résolues. Du fait de l'effet important de la paroi sur la turbulence, le modèle de sous maille WALE est utilisé pour résoudre la turbulence en proche paroi. Il a été développé par Nicoud et Ducros [111] et intégré aux solveurs chtMultiRegionFoam et fireFoam car il est particulièrement efficace dans le calcul des flux thermiques à la paroi [132]. En effet, ce modèle permet de bien calculer les zones de transitions laminaire-turbulent et ne suppose aucun filtre supplémentaire pour le transport de la viscosité turbulente.

Dans la phase fluide, la température est calculée par l'équation 4-9.

$$\frac{\partial \bar{T}}{\partial t} + \frac{\partial(\bar{u}_i \bar{T})}{\partial x_i} = \frac{\partial}{\partial x_j} \left(\alpha \frac{\partial \bar{T}}{\partial x_j} - h_j \right) \quad 4-9$$

$$h_j = \frac{-v_{SGS}}{P_{rt}} \frac{\partial \bar{T}}{\partial x_j} \quad 4-10$$

Avec h_j les fluctuations de température aux échelles spatiales non résolues. Le nombre de Prandtl turbulent est alors important pour le calcul du transfert thermique, il est souvent fixé à 0.85. Aucun modèle de paroi n'a été nécessaire pour calculer le transfert thermique à travers les zones proche paroi. En effet, si la résolution spatiale est suffisante pour correctement calculer les variations de la température en proche paroi, alors le flux est donné par :

$$\dot{q}''_{cv} = \frac{\partial}{\partial y_{wall}} \left(\alpha \frac{\partial \bar{T}}{\partial y_{wall}} - h_{j,wall} \right) \quad 4-11$$

iii. Propriétés thermodynamiques :

Les propriétés thermodynamiques des gaz sont issues des tables intégrées dans OpenFoam. Les enthalpies sensibles, fonction de la température, sont extraites de la base de données JANAF du NIST. La viscosité dynamique est calculée au moyen de la loi de Sutherland et la conductivité thermique au moyen de la formule modifiée d'Euchen.

iv. Modèle de rayonnement :

Les mesures expérimentales ont montré l'importance du rayonnement dans le transfert thermique. Le code de calcul OpenFoam permet d'utiliser plusieurs modèles de rayonnement :

- Un modèle facteur de forme « shape factor »
- Un modèle analytique du premier ordre « P1 »
- Un modèle par volume fini «fv DOM »

De premiers calculs avec le modèle P1 ont conduit à des résultats non physiques. La documentation concernant ce modèle étant insuffisante, notamment en ce qui concerne la modélisation de solides opaques, ce modèle a été écarté pour la simulation du rayonnement. C'est

donc le troisième modèle qui sera utilisé : fvDOM (finite volume Discrete Ordinate Methode). Ce modèle résout l'équation de transfert radiatif dans la phase fluide pour un nombre discret d'angles solides. La précision du calcul dépend alors directement de la discrétisation en angle et de la finesse du maillage. Dans le cas présent, le nombre d'angle est de 3×6 . Bien que ce modèle permette une discrétisation en longueur d'onde, l'hypothèse sera faite d'un milieu gris, c'est-à-dire que les propriétés radiatives des gaz ne dépendent pas de la longueur d'onde. Contrairement aux autres modèles disponibles dans OpenFoam, fvDOM est très couteux en temps de calcul.

b) Géométrie et maillage

Les équations décrites ci-dessus sont résolues sur un maillage structuré en trois dimensions avec un pas de temps variable. Le maillage utilisé est structuré en mailles hexaédriques. Le domaine de calcul ne comprend pas le tube de flamme du brûleur, la frontière du domaine de calcul s'arrête au bord des lèvres du brûleur comme le montre le schéma de la Figure 4-14. Un soin particulier a été porté pour le maillage à la sortie du brûleur qui est circulaire.

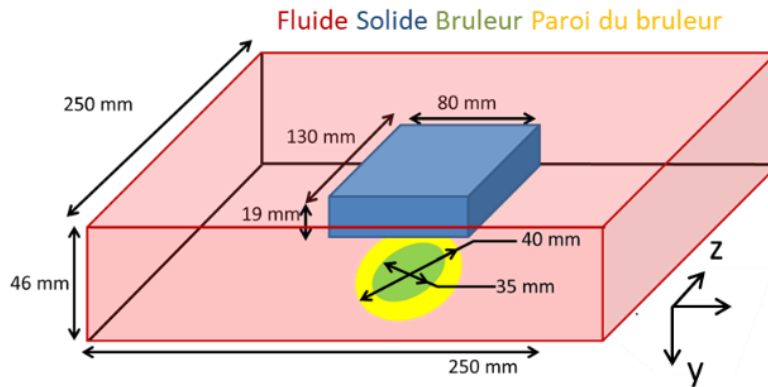


Figure 4-14 : Schéma du domaine de calcul avec les différents patches.

Comme indiqué plus haut, il a été choisi de ne pas utiliser de loi de paroi, afin de calculer directement le flux conductif à la paroi. Cela nécessite un maillage fin dans la zone de jet pariétal. Comme expliqué par Piomelli et al. [133], il est nécessaire de placer la première maille dans la zone de couche limite thermique pour décrire correctement l'écoulement à la paroi et le transfert thermique. La connaissance de l'écoulement issue des travaux présentés précédemment nous permet de connaître cette épaisseur qui est de l'ordre de 0.5 mm (voir chapitre 4.1). Afin de vérifier l'indépendance des résultats vis-à-vis de la finesse de maillage, trois maillages sont comparés. La taille de la première cellule à la paroi dans la direction y (Δy_w) est donnée pour les trois maillages dans le Tableau 4-3. Dans la zone de stagnation, le rapport entre Δx ou Δz et la grandeur Δy_w sont de l'ordre de 2. Pour chaque maillage, dans le tableau, un pas de temps moyen Δt est donné à titre indicatif. Ce pas de temps est variable et déterminé pour maintenir un nombre de Courant inférieur à cinq, ce qui permet de limiter les instabilités tout en permettant un calcul rapide.

Tableau 4-3 : Caractéristiques associés aux différents maillages.

	Fine	Medium	Coarse
Δy_w (mm)	0.1	0.5	1
Δt (s)	10^{-3}	10^{-2}	$5 \cdot 10^{-2}$
Nbr. cellules	$1,9 \cdot 10^6$	$5 \cdot 10^5$	$4 \cdot 10^4$

Le maillage Medium est présenté ci-dessous avec n le nombre de cellules dans chaque portion du domaine. Pour le maillage Medium, 1 h.CPU est nécessaire pour calculer 1 s de temps physique sur 32 cœurs Intel Broadwell. Les calculs sont réalisés sur la machine BULL x86-64 du centre de calcul régional CRIANN.

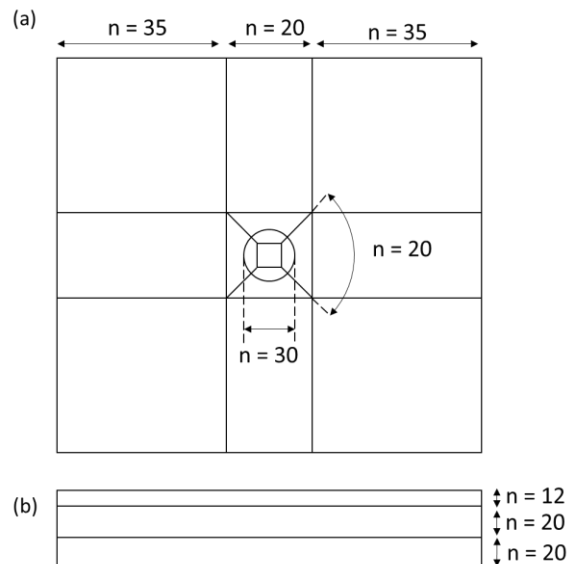
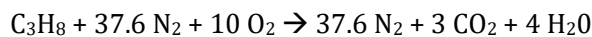


Figure 4-15 : Schéma du maillage de la zone fluide pour la taille Medium. a) plan (o,x,z) , b) plan (o,x,y) .

c) Condition initiales et conditions limites

Aux frontières libres du domaine fluide, le gaz entrant est de l'air pur : $Y_{N_2} = 0.89$ et $Y_{O_2} = 0.21$. La composition des gaz en sortie du tube de flamme est calculée en considérant une combustion complète et idéale, sans production de CO :



Les fractions massiques des différents gaz sont donc les suivantes : $Y_{N_2} = 0.84$, $Y_{CO_2} = 0.1$ et $Y_{H_2O} = 0.06$. A la sortie du tube de flamme, la vitesse axiale est décrite par une loi de puissance donnée par l'équation 4-12 où la vitesse au centre du tube U_{max} vaut 9 m/s et le diamètre du tube d vaut 0.035 m. La vitesse radiale à l'entrée du domaine est nulle.

$$U_y(r) = U_{max} \left(1 - \left(\frac{r}{d}\right)^4\right) \quad 4-12$$

Aux frontières libres du domaine fluide, les vitesses sortantes sont données par une condition du type zéro gradient, les vitesses en entrée du domaine sont normales à la surface frontière et la valeur est donnée par le gradient de pression avec une fonction du type « pressureInletOutletVelocity » [134]. La pression au niveau des entrées/sorties est constante et la vitesse de paroi est nulle. Au niveau du tube de flamme, le profil de température est imposé par la formule 4-13 où la température maximale mesurée T_{max} vaut 1600 K, la température ambiante T_{∞} vaut 300 K et d vaut 0.035 m. La température du bord de brûleur (partie jaune sur la Figure 4-14) est fixée constante à 700 K. Aux frontières libres du domaine fluide, la température est de 300 K.

$$T(r) = (T_{max} - T_{\infty}) \exp\left(-0.5 \left(\frac{r^2}{d}\right)\right) + T_{\infty} \quad 4-13$$

Au niveau du brûleur, l'énergie cinétique turbulente k_{SGS} et la viscosité cinématique turbulente ν_{SGS} sont injectées de façon homogène avec pour valeurs respectivement $10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ et $10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Pour le calcul du rayonnement, les parois de la plaque acier sont considérées complètement opaques, l'émissivité des parois peintes est prise égale à 0.9 (valeur à la température ambiante fourni par le fabricant de peinture). Une étude de la sensibilité à l'émissivité de paroi choisie sera faite dans la suite du travail.

Au niveau du tube de flamme, le rayonnement mesuré est de $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, ce flux rayonné est appliqué à la surface au moyen d'une condition de type Marshak avec un corps noir d'émissivité $\varepsilon = 1$. La température de rayonnement correspondante au flux est calculée au moyen de la loi de Stephan-Boltzmann (équation 2-5) et vaut 815K. Une condition de Marshak est également imposée aux frontières extérieures du domaine avec une température de 300K et une émissivité de surface de $\varepsilon = 0.1$. La condition limite de type Marshak permet d'effectuer un bilan radiatif décrit par l'équation 4-14 avec une température de rayonnement T_w imposée.

$$q_r = -\frac{\varepsilon}{2(2 - \varepsilon)} (q_i - 4\sigma T_w^4) \quad 4-14$$

En première approche, la turbulence injectée est faible, avec $k_{SGS} = 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$. La longueur du tube, qui est grande devant son diamètre, couplée avec la forte viscosité des gaz chauds, tendent à re-laminariser l'écoulement et à dissiper la turbulence issue de la chambre de combustion. De plus, les éventuelles fluctuations sont fortement amorties par la paroi dans la zone de stagnation [108].

4.2.2 Résultats numériques

La comparaison des valeurs calculées et expérimentales est faite à l'équilibre thermique, c'est-à-dire quand la température de la plaque d'acier ne varie plus (moins de 1°C par minute en pratique) car les mesures expérimentales ont été faites dans ces conditions. D'autre part, on rappelle que

les mesures de vitesses ont été obtenues dans un plan passant par l'axe de symétrie du brûleur parallèle à la plus petite dimension de la plaque ($L = 80$ mm, voir Figure 4-10). Pour mémoire, la distance entre la sortie du tube de flamme et la plaque est de $y = 17$ mm, ce qui correspond à une valeur maximum de $y/d = 0,486$.

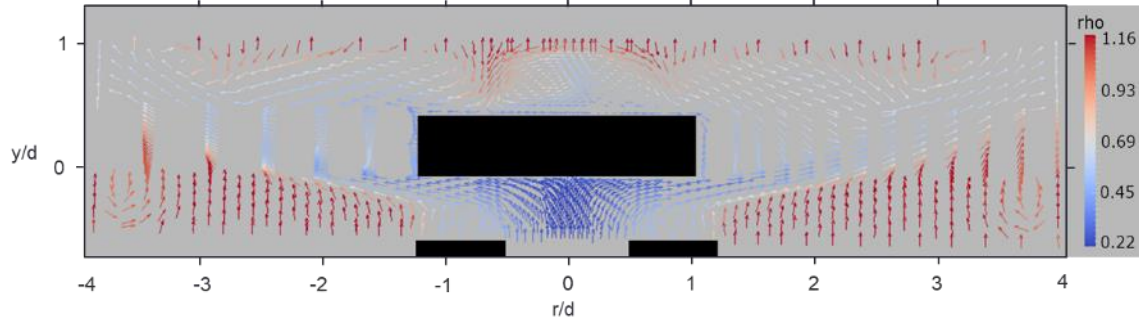


Figure 4-16 : Vitesses instantanées (vecteurs normalisés) et densité (échelle de couleur).

La Figure 4-16 donne un aperçu de l'écoulement impactant autour de la plaque à l'aide de vecteurs vitesses. L'échelle de couleurs indique la densité du gaz. Cette figure montre, au centre, le jet chaud impactant la plaque et sur les côtés, en $r/d = \pm 4$, des zones de recirculations qui sont éloignées de la plaque et enfin, sur la face arrière de cette plaque, une zone tourbillonnaire.

Dans la suite, nous concentrons l'étude sur la comparaison des résultats numériques obtenues dans le voisinage de la paroi, pour les différents maillages, avec les mesures expérimentales qui ont été présentées dans la partie 4.1.

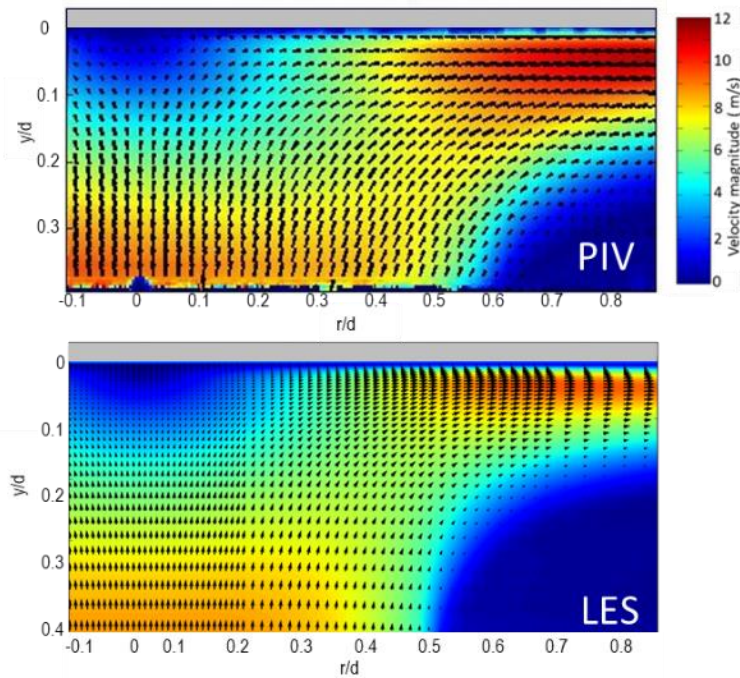


Figure 4-17 : Module et direction de la vitesse moyenne : mesure expérimentale et simulation numérique (Maillage Medium).

Les champs de vitesses obtenus expérimentalement et par simulation numérique (maillage medium) sont comparés Figure 4-17. Qualitativement, les caractéristiques principales des jets impactant sont bien reproduites par la simulation : la largeur de la zone de stagnation, l'épaisseur de la couche limite pariétale et la déviation radiale de la vitesse. Dans ce travail, la largeur de la zone de stagnation sera définie par $r/d < 0,5$. Des différences notables peuvent tout de même être observées sur la Figure 4-17. On remarque en effet que la vitesse moyenne obtenue par le calcul numérique est légèrement plus faible que celle mesurée par PIV. De plus, les résultats expérimentaux montrent une déviation radiale de l'écoulement plus forte que le calcul, le diamètre du jet simulé est donc plus petit dans la zone de jet libre (voir $0,5 < r/d < 0,6$). En proche paroi, pour $r/d = 0,75$, la vitesse radiale est légèrement sous-estimée par le calcul.

Pour réaliser une comparaison dans le voisinage de la sortie du tube de flamme, les valeurs calculées et mesurées à 2 mm en aval du brûleur sont reportées sur la Figure 4-18. Elles montrent un bon accord concernant la vitesse axiale, la vitesse radiale est, quant à elle, minorée par le calcul LES pour la zone de jet libre avec une différence de près de 40 %. La sous-évaluation de la composante radiale de la vitesse en sortie de brûleur explique la différence constatée pour le diamètre du jet sur la Figure 4-17. Concernant la température dans la zone de jet libre, la Figure 4-18 montre un accord satisfaisant entre les valeurs mesurées expérimentalement et la simulation numérique.

La Figure 4-19 présente plus en détail les profils de vitesses axiales et radiales sur trois verticales, localisées respectivement dans la zone de stagnation ($r/d = 0,145$ et $0,435$), et au bord de la zone de jet pariétal ($r/d = 0,58$). Pour la vitesse axiale, l'accord est satisfaisant entre les valeurs expérimentales et calculées. On remarque cependant une légère différence avec les mesures expérimentales pour $r/d = 0,58$ au-delà de la zone de jet pariétal. Cet écart avec les mesures expérimentales est d'autant plus grand que le maillage est grossier. On constate donc que la zone externe de mélange avec l'air ambiant n'est pas correctement simulée. D'autres études seraient nécessaires pour comprendre ce défaut de la simulation. Pour les objectifs de ce travail, les efforts sont focalisés sur l'écoulement en proche paroi, et la Figure 4-19 montre que l'accord entre le calcul et l'expérience est tout à fait satisfaisant dans cette zone. En revanche, ces résultats confirment l'observation déjà faite dans la zone de jet libre concernant la vitesse radiale, celle-ci étant sous-estimée par le calcul dans la zone de stagnation ($r/d < 0,5$). Dans la zone de jet pariétal ($r/d > 0,5$), les simulations numériques donnent des résultats très satisfaisants pour la vitesse radiale proche de la paroi. De plus, la position en y du maximum de vitesse radiale est en accord avec l'expérience quel que soit la position radiale, et elle varie peu avec la distance radiale. On trouve un maximum à environ $y/d = 0,04$.

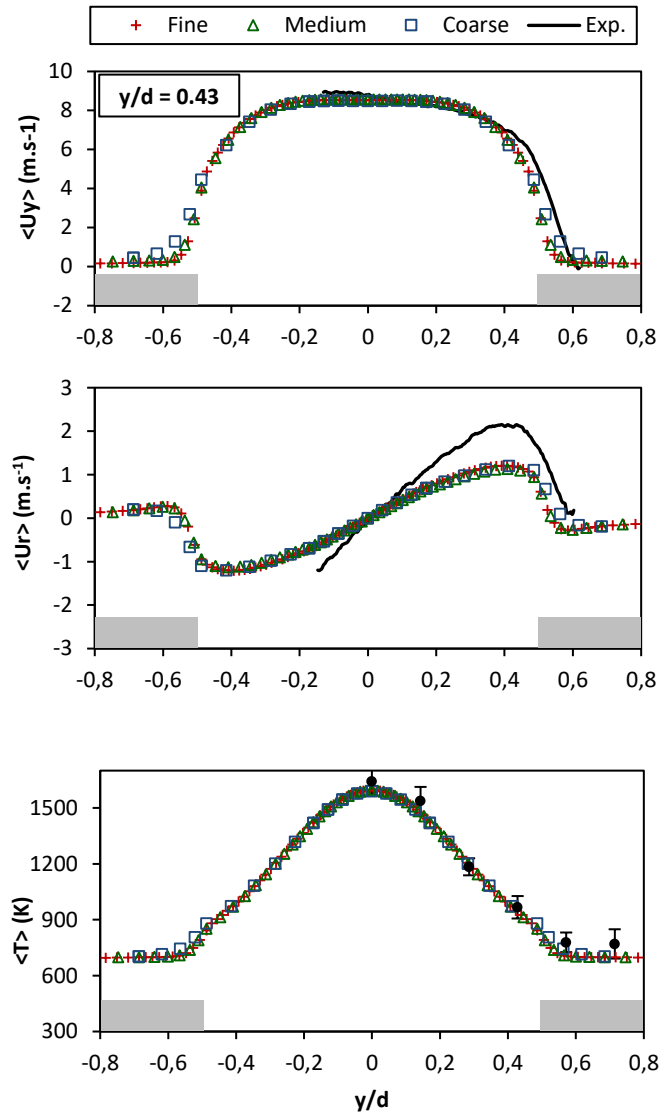


Figure 4-18 : Profils des vitesses axiales (U_y) et radiales (U_r) et des températures, 2 mm en aval du tube de flamme.

La Figure 4-19 présente la sensibilité du calcul à la finesse du maillage. On observe qu'il y a très peu d'impact de la finesse du maillage sur la vitesse axiale dans la zone de stagnation. Ce bon accord dans la zone de stagnation est étonnant, car le rapport de la taille des mailles Coarse/Fine est de dix. Pour le domaine du jet pariétal, il faut distinguer deux zones, une très proche de la paroi avec un gradient important et l'autre au-delà du maximum situé à environ $y/d=0.04$. Dans cette dernière zone, on observe une légère différence pour la vitesse radiale, de l'ordre de 20%, entre les résultats obtenus avec les maillages fin et grossier. Par contre dans la zone très proche paroi ($y/d < 0.04$), il faut utiliser un maillage fin si on souhaite résoudre correctement le gradient de vitesse radiale.

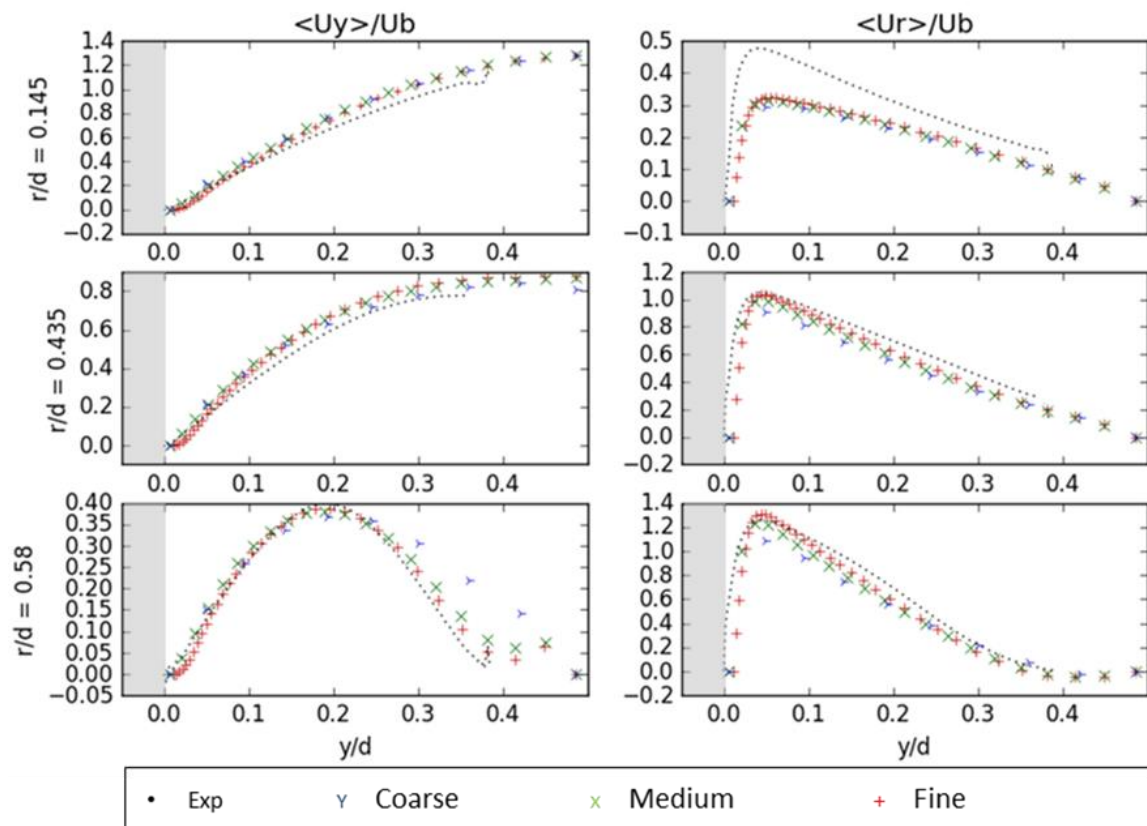


Figure 4-19 : Vitesses axiale et radiale en proche paroi.

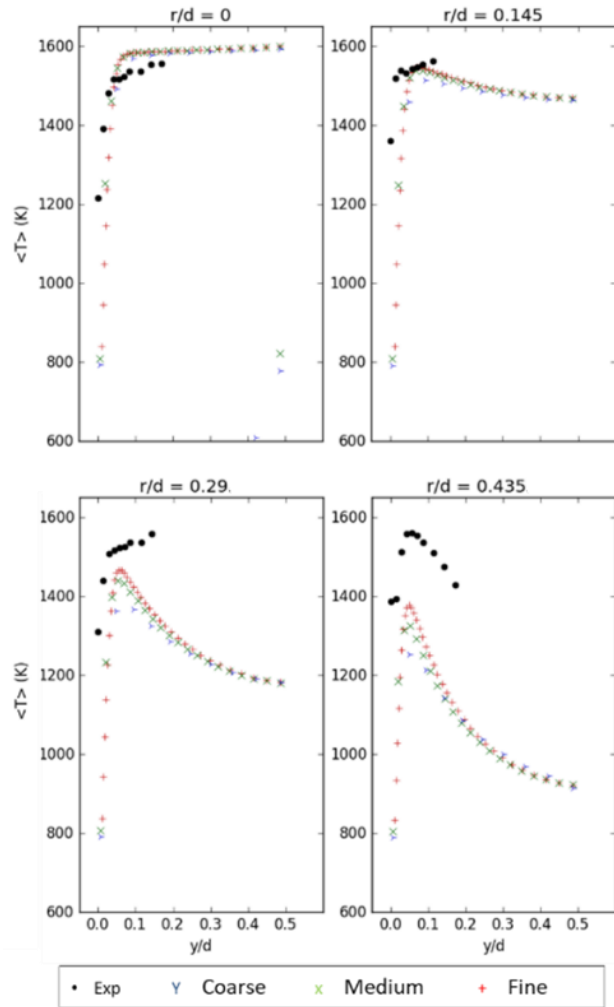


Figure 4-20 : Température en proche paroi.

Les profils de température mesurées et calculées numériquement avec les différents maillages sont reportés sur la Figure 4-20. On retrouve un accord satisfaisant, indépendamment du maillage utilisé dans la zone de stagnation, c'est-à-dire pour $r/d < 0.5$. Par exemple, la simulation sous-estime la température de près de 12% aux abords de la zone de jet pariétal pour $r/d = 0.435$. Cette différence est vraisemblablement due à une mauvaise simulation du mélange avec l'air extérieure au bord de jet, ce qui a déjà été constaté pour les vitesses radiales. Il est également possible que cela soit dû à la température de l'air extérieure entraînée par le jet, qui a été prise égale à 400K, ce qui est peut-être sous-estimée.

La Figure 4-21 représente les résultats de calcul pour les flux thermiques radiatifs, convectifs et totaux à la paroi, en fonction du maillage utilisé. Concernant le flux total sur la face impactée, on remarque une différence de l'ordre de 20 % entre les résultats obtenus avec les maillages Coarse et Medium. Par contre, l'utilisation du maillage Fine ne montre pas de différence significative avec les résultats obtenus pour le maillage Medium, moins de 5% de différence en moyenne. Les maillages Medium et Fine possèdent respectivement quatre et vingt mailles dans la couche limite thermique, le maillage Coarse n'en possède que deux ce qui engendre une sous-estimation du flux

convectif. Pour le maillage fin, on remarque que le maillage structuré utilisé à la sortie du tube de flamme induit une déformation des contours iso-flux à ± 45 degrés par rapports aux axes x et z . Cette déformation des contours est une conséquence de la déformation de l'écoulement le long de la plaque. Le maillage Medium semble donc idéal, avec 4 mailles dans la couche limite.

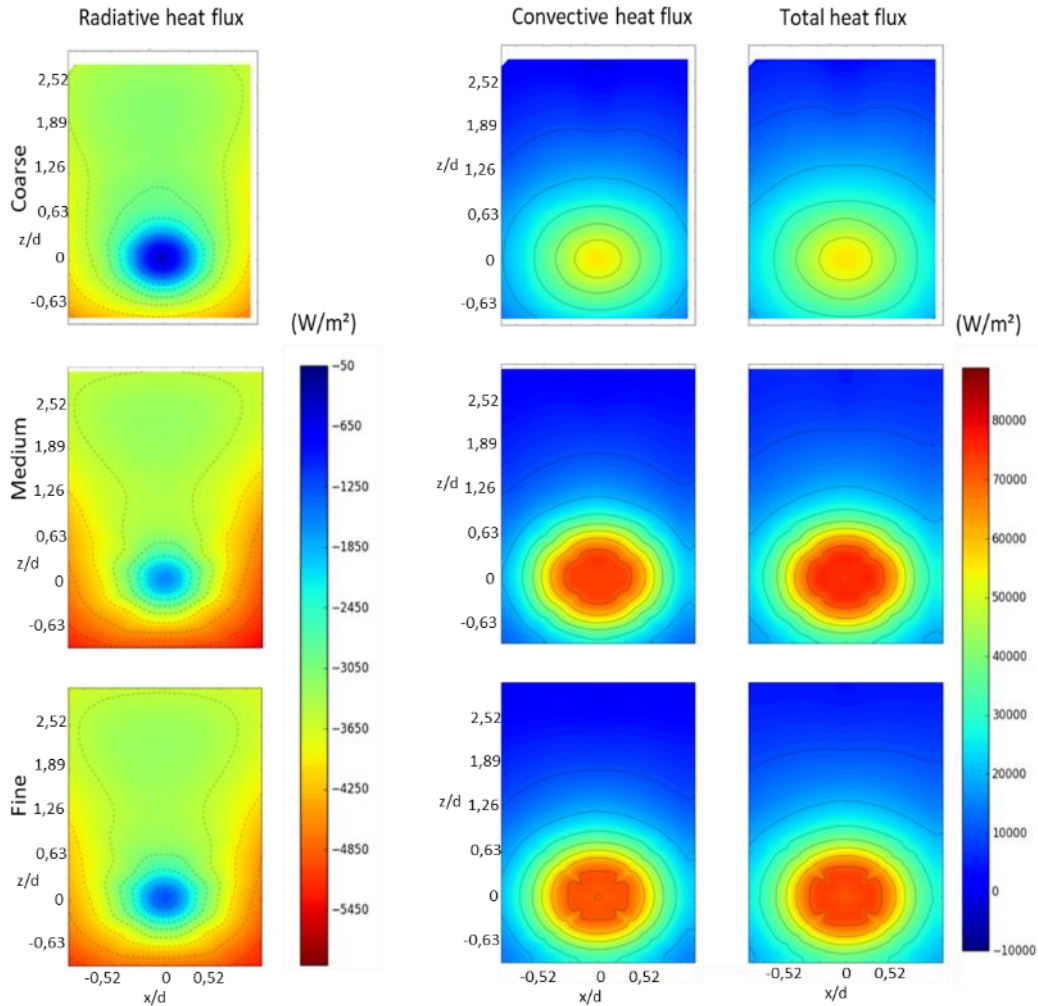


Figure 4-21 : Valeurs des flux en face avant pour les différents maillages étudiés.

A l'équilibre, le flux total sur la face exposée est d'environ 70 kW.m^{-2} , ce qui est inférieur à la condition initiale de flux 106 kW.m^{-2} . Le flux radiatif est donné par $\dot{q}'''_r = \alpha \dot{q}'''_i - \dot{q}'''_{em}$ où \dot{q}'''_i est le rayonnement incident \dot{q}'''_{em} le flux réémis par la surface. Quel que soit le maillage utilisé, le flux radiatif est négatif, le rayonnement émis par la paroi chauffée est supérieur au flux radiatif absorbé. Les graphiques montrés sur les Figure 4-22 et Figure 4-23 permettent de regarder plus en détail les variations des flux le long d'une droite passant par l'axe de symétrie du brûleur en $z/d = 0$. En face avant, le flux convectif est un ordre de grandeur au-dessus du flux radiatif total (Figure 4-22), en face arrière les flux convectif et radiatif sont négatifs et du même ordre de grandeur (Figure 4-23). La densité d'énergie dissipée à l'arrière de la plaque par convection est relativement élevée, entre 5 et 10 kW.m^{-2} pour $r/d < 0,5$. Cela est dû à la formation de structures tourbillonnaires en face arrière, qui sont visibles sur la Figure 4-16. La puissance dissipée par

rayonnement sur les bords de la plaque représente 86 W avec une densité de flux moyenne de 11.5 kW.m⁻², le transfert de chaleur vers les bords de la plaque acier n'est donc pas négligeable.

Sur la Figure 4-22, on s'intéresse particulièrement à la variation du flux total sur la partie de la plaque en regard du tube de flamme ($r/d < 0,5$). Sur la majeure partie de cette surface, le flux total est pratiquement constant et la différence entre les bords de la surface exposée et la valeur sur l'axe est de l'ordre de 14%.

On s'aperçoit qu'il est donc préférable, si on veut agresser un matériau avec un flux relativement constant, d'utiliser un diamètre d'exposition du même ordre de grandeur que celui du tube de flamme. C'est ce qui a été fait par la suite lors des tests avec les composites.

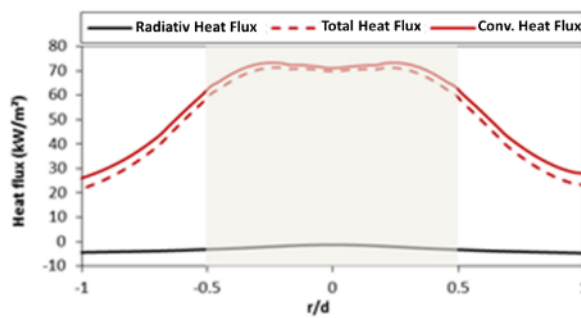


Figure 4-22 : Flux radiatif, convectif et total en face avant pour le maillage Medium, le long d'une droite $z/d=0$.

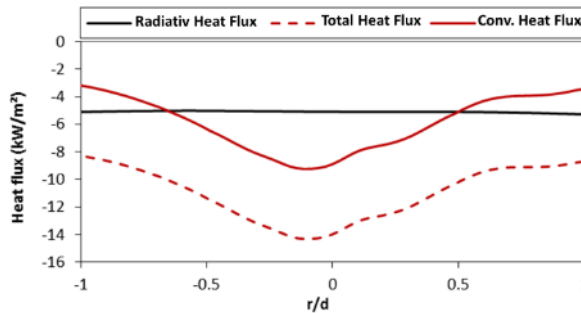


Figure 4-23 : Flux radiatif, convectif et total en face arrière pour le maillage Medium, le long d'une droite $z/d=0$.

En face avant, au point d'arrêt, le nombre de Nusselt calculé est de 30.45 ce qui est proche de la valeur déduite des mesures expérimentales avec le fluxmètre Gardon (23.1, voir partie 4.1).

La température sur la face exposée est sensible à la valeur considérée de l'émissivité du matériau, mais aussi au flux radiatif provenant du brûleur. La Figure 4-24 montre l'évolution de la température calculée dans le solide à 3 mm du bord de la plaque pour une variation de plus ou moins 20% du flux rayonné par le brûleur et pour une variation d'émissivité de surface entre 0.4 et 0.9. Cette étude met en évidence l'influence de l'émissivité de surface sur le bilan thermique. En revanche, le rayonnement incident du brûleur n'a qu'une faible influence sur la température à

l'équilibre puisqu'une variation de 20% du flux rayonné ne provoque qu'une variation de la température de surface de l'ordre de 0.5%. Comme l'a montrée l'étude analytique du rayonnement issu du brûleur (paragraphe 4.1.3), la puissance rayonnée par le brûleur sur la plaque est faible à cause de la très faible section du tube de flamme. En comparaison, la surface totale de la plaque acier est 37 fois plus grande. Enfin, la différence entre la température mesurée par thermocouple dans la plaque (580°C) et la température calculée au même point est entre 7 et 13 %.

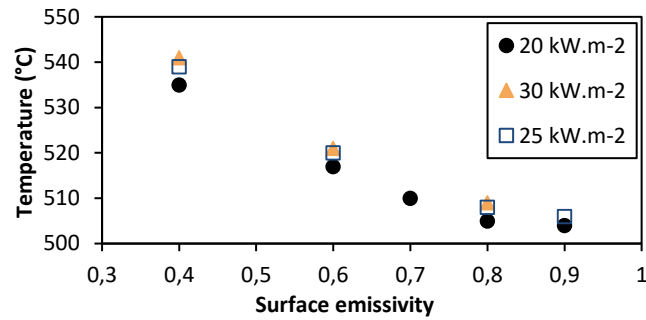


Figure 4-24 : Température du solide au point TC1 en fonction de l'émissivité de surface et du flux rayonné par le brûleur.

4.3 Bilan du chapitre 4

Dans la première partie de ce chapitre, des mesures de densités de flux thermiques au moyen d'un fluxmètre de type Gardon ont permis de d'estimer les parts radiative et convective du flux. Le combustible propane produisant peu de suie, une part rayonnée faible était attendue. Cependant, les mesures ont mis en évidence une part radiative étonnamment élevée, 21% du flux total. Des calculs de radiosité par la méthode des facteurs de formes nous ont permis de montrer que ce rayonnement est très majoritairement dû aux parois chaudes du brûleur.

Pour caractériser le flux convectif, des mesures de vitesses et de températures en sortie du tube de flamme ont été entreprises. Celles-ci montrent un profil de températures suivant une loi exponentielle (voir Figure 4-4.e). Le profil est décrit par l'équation 4-13, avec une température de 1600 K au centre du jet et 700 K au bord. La vitesse débitante est de l'ordre de 8 m.s⁻¹. Ces mesures permettent d'estimer par le calcul le coefficient de transfert thermique au centre du jet. Avec les hypothèses suivantes : jet isotherme, non visqueux et régime de turbulence transitionnel, le coefficient de transfert thermique calculé est de $h=58 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Nous avons également remarqué que les hypothèses de jet complètement laminaire ou turbulent conduisent à une surestimation du coefficient de transfert convectif.

L'hypothèse d'un régime de transition est cohérente avec le nombre de Reynolds de 1500. En revanche, le profil de températures en sortie du jet semble contradictoire avec l'hypothèse de jet isotherme. Les températures élevées conduisent à une viscosité dynamique de l'ordre de $5.10^{-5} \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$. Des mesures de températures par thermocouple ont permis de montrer que, en proche paroi, la température du jet est relativement homogène. La couche limite thermique est également très fine, inférieure à 1 mm. Concernant le terme de viscosité, les mesures de vitesses en proche paroi ont été comparées avec deux modèles analytiques, l'un considérant le terme de viscosité, le second négligeant ce terme. Le résultat de cette comparaison est que le modèle négligeant le terme de viscosité est en meilleur accords avec les vitesses mesurée.

Des mesures de vitesses à la surface d'un matériau composite à différents stades de décomposition thermique ont également été entreprises. Celles-ci montrent que le dégagement des gaz de pyrolyse n'a aucun effet sur l'écoulement du jet chaud.

Enfin, un modèle numérique est proposé avec le solveur chtMultiRegionFoam pour le calcul de flux dans le cas du jet chaud impactant une paroi non réactive. Ce modèle numérique nous a permis de valider la résolution du maillage nécessaire pour un calcul satisfaisant des flux pariétaux. Il semble important de préciser que le maillage le plus grossier permet un bon accord entre la simulation et les mesures en termes de vitesses et de températures. Cependant, le calcul de flux avec un modèle WALE nécessite un maillage très fin proche de la paroi, avec plusieurs mailles dans l'épaisseur de la couche limite thermique (moins de 1 mm). Pour rappel, cette première approche représente une étape indispensable pour la simulation présentée dans le chapitre suivant, qui prend en compte la pyrolyse dans la phase solide.

Chapitre 5 : Dégradation au feu des matériaux composites

1. Effets des conditions limites sur la dégradation des petits échantillons.....	97
2. Comparaison de la résistance au feu des résines époxy et PPS.....	101
3. Influence de l'épaisseur et du flux thermique sur la dégradation de composite carbone/PPS.....	116
4. Influence de l'orientation des fibres et du flux thermique sur la dégradation de composite carbone/époxy.....	125
5. Simulations numériques.....	130
6. Bilan du chapitre.....	139

La première partie du chapitre présente les résultats obtenus pour les essais de dégradation de différents matériaux composites avec le banc d'essais présenté dans le chapitre 3. Le banc est composé du brûleur, du porte échantillon monté sur un peson pour les mesures de masses et d'une caméra thermique pour les mesures de températures en face arrière.

Dans un premier temps, les résultats de masses et de températures en face arrière pour différents montages des échantillons dans le porte échantillon seront étudiés. L'objectif de cette étude est de documenter de façon précise les effets des conditions aux bords des échantillons, en termes de serrage et d'isolation thermique, sur les mesures de masses et de températures.

Ensuite, une étude comparative a été menée sur différents matériaux composites à renforts en fibres de carbone et à résine époxy ou PPS [135]. Cette étude est basée sur les résultats de masses et de températures mesurées in-situ. De plus, des coupes post-mortem ont également été pratiquées afin d'effectuer des clichés au microscope optique. Ces clichés ont ensuite été exploités au moyen d'analyses d'images pour mesurer les fractions des différents constituants et la position du front de pyrolyse. Sur les matériaux carbone/PPS, les paramètres de flux thermique, de durée d'exposition et d'épaisseur des échantillons ont été étudiés. Pour les échantillons carbone/époxy, l'étude porte sur les influences du flux thermique et de l'orientation des fibres sur la cinétique de dégradation.

La dernière partie du chapitre présente un volet d'analyse numérique. Celle-ci permet de simuler l'agression thermique que subit un échantillon de carbone/époxy impacté par le jet de gaz chauds du brûleur. Le modèle numérique présenté dans ce chapitre permet également de simuler le transfert thermique dans le matériau composite et les réactions de pyrolyse. La comparaison des résultats expérimentaux et numériques en termes de températures et de masses a été entreprise dans l'objectif d'expliquer les évolutions des différents constituants et des températures.

5.1 Effets des conditions de bord sur la dégradation des petits échantillons

Des essais préliminaires ont été effectués dans le but de valider la géométrie du porte échantillon. En effet, le choix de faire les mesures de résistance au feu sur des échantillons de petites dimensions (50 mm x 50 mm) pose le problème des conditions de bords. En particulier, lorsque l'épaisseur de l'échantillon est importante, le transfert thermique et l'éjection des gaz de pyrolyse par le bord de l'échantillon ne sont plus nécessairement négligeables devant les phénomènes surfaciques.

Pour évaluer ces effets de bords, quatre échantillons identiques ont été testés dans des conditions de flux et de températures identiques mais avec différentes configurations de porte échantillon. Les échantillons ont tous été soumis à un flux thermique de 106 kW.m^{-2} pendant une durée de 300 s. Les trois premiers tests avaient pour objet l'étude de la réponse du composite en fonction de la pression de serrage sur les bords. Il s'agit, dans ce cas, de vérifier si une pression de serrage élevée peut modifier le chemin préférentiel d'échappement des gaz de pyrolyse et affecter ainsi la réponse du matériau à l'agression thermique. La pression de serrage est régie par le couple de serrage des vis permettant la fermeture du porte échantillon. Une clé dynamométrique a été utilisée pour contrôler les serrages de 1 N.m, 2 N.m et 3 N.m. La pression sous la vis est estimée à une dizaine de MPa, la faible épaisseur du montage ne permettant pas un serrage plus important sans induire de déformations. Le quatrième test était consacré à évaluer la nécessité d'isoler thermiquement les bords de l'échantillon dans le but de contrôler les conditions aux bords d'un point de vue thermique. Pour cet essai, une bande d'isolant faite de fibres minérales haute température (Kaowool®) borde l'échantillon qui est placé dans le porte échantillon (voir Figure 5-1).

Le matériau utilisé est un stratifié monolithique de résine époxy à renforts unidirectionnels en fibres de carbone d'une épaisseur de 4 mm. Ce matériau est choisi pour son épaisseur importante qui permet d'accentuer les effets de bords par rapport à un échantillon plus fin.

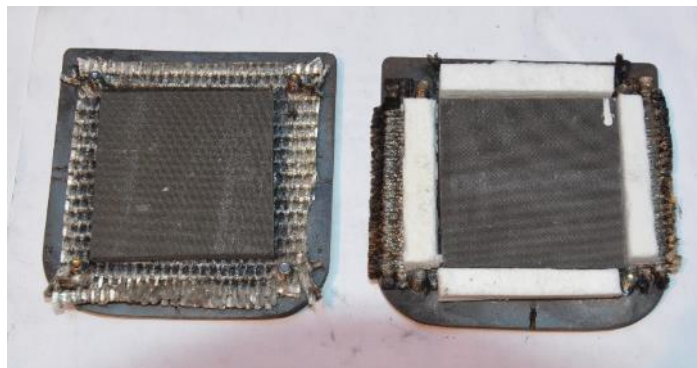


Figure 5-1 : Montage du porte échantillon : sans isolation du bord (gauche) et avec isolation (droite).

Au cours des trois premiers tests, sans isolation du bord et avec des pressions de serrage différentes, aucune différence significative n'est observée sur le plan qualitatif. On observe dans les trois cas une flamme provenant du bord de l'échantillon après 20 à 50 secondes d'essai. Un exemple est visible Figure 5-2.a. Cet échappement est prévisible au vu des faibles pressions de serrage mises en œuvre alors que la pression des gaz internes est estimée à plusieurs Mpa dans

un composite semblable [30]. Après l'isolation (4eme test), aucune flamme n'est visible en début d'essai sur les bords. Cependant un important dégagement de gaz est visible en face arrière, après 100 secondes environ ces gaz s'enflamment en face arrière (voir Figure 5-2.b).

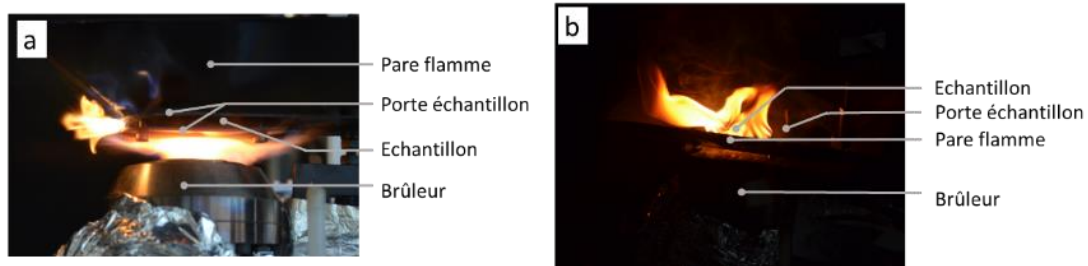


Figure 5-2 : Photographie des gaz de pyrolyse s'enflammant : (a) sans isolant, (b) avec isolant.

Des photographies de la face arrière et des bords d'échantillons prises après les essais sont présentées dans la Figure 5-3. Sur l'échantillon dont les bords étaient isolés, on remarque un gonflement en face arrière de 150% alors que les échantillons sans isolation subissent un gonflement de l'ordre de 50%. De plus, l'échantillon gonflé présente d'importantes fissures en face arrière (repérées par des ellipses oranges sur la Figure 5-3.a).

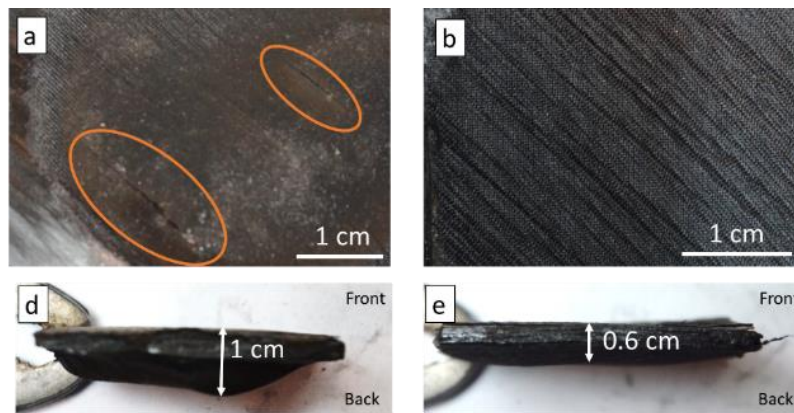


Figure 5-3 : Photographie des échantillons post essai. Avec isolation des bords (a et d) et sans isolation (b et e).

Ce gonflement ainsi que les fissures observées sont attribuables à une forte augmentation de pression au sein de l'échantillon isolé thermiquement puis à une rupture des plis en face arrière. En effet, l'isolation bloque mécaniquement l'évacuation des gaz de pyrolyse sur les bords de l'échantillon, empêchant l'apparition de flamme sur ces bords. La rétention des gaz produit le gonflement puis les fissurations lorsque la contrainte est devenue importante. Ces gaz s'enflamment ensuite en raison de la température élevée en face arrière. On peut logiquement supposer que, dans les quatre configurations, des gaz s'échappent aussi en face avant. Cependant, la présence de la flamme du brûleur ne permet pas de visualiser ceux-ci. De plus, l'inflammation de la face arrière de l'échantillon ne provient que tardivement (après 150 s), c'est-à-dire lorsque

la courbe de MLR (Figure 5-5) est décroissante. A partir de cet instant, il n'y a plus de résine en face avant mais des résidus subsistent en face arrière. De plus, la surface arrière de l'échantillon a été rendue particulièrement perméable par la formation de fissures. Ces observations apportent des nombreuses indications concernant l'influence d'une couche d'isolation sur le bord et l'influence de la pression de serrage. Afin de quantifier les effets observés, des mesures de masse et de température au cours du temps sont présentées dans les Figure 5-4 à Figure 5-6.

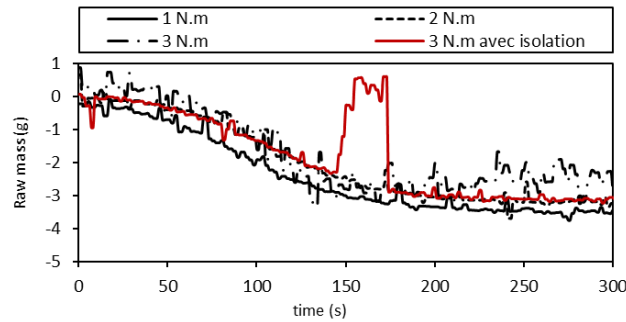


Figure 5-4: Mesure de masse pour différentes configurations de porte échantillon.

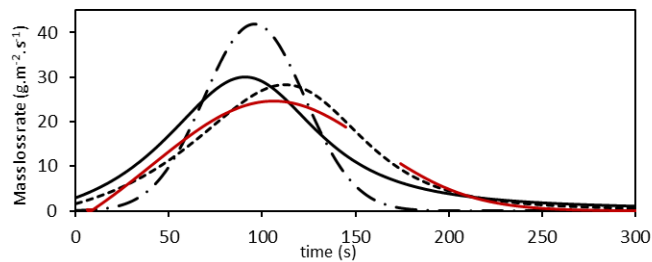


Figure 5-5 : Taux de perte de masse en fonction de la configuration du porte échantillon.

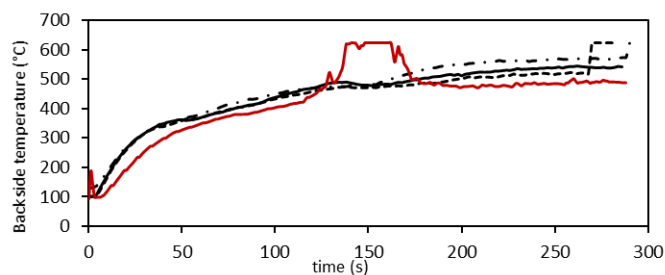


Figure 5-6 : Mesures de température pour différentes configurations de porte échantillon.

Les mesures de masses et de températures pour les trois échantillons sans isolation ne montrent pas de différence significative. On peut conclure de ces mesures que les pressions de serrage appliquées ici ont un effet faible sur la cinétique de dégradation.

La courbe de perte de masse pour l'essai avec isolation présente un pic entre 100 et 150 secondes correspondant à l'apparition de la flamme sur la face arrière. Cette inflammation est susceptible de créer un effet de poussée sur le porte échantillon, affectant la mesure de masse. En effet, les

courbes de pertes de masse ne présentent pas de différences notables en ce qui concerne la vitesse de perte de masse ou la perte de masse finale, indiquant que le pic n'est pas associé à une variation brutale de masse. Cette hypothèse est renforcée par la concordance du pic de température et du pic de masse. La température en face arrière est en revanche affectée par la présence d'isolant sur le bord, la température étant plus faible de 50 °C en fin d'essai. Cette différence peut être expliquée par le gonflement rapide de l'échantillon avec isolant, créant ainsi un volume gorgé de gaz dont le coefficient de transfert thermique effectif est plus faible que celui du composite dégradé, réduisant ainsi le transfert thermique et la température sur la face arrière.

En conclusion, ces mesures montrent que la faible pression exercée par le porte échantillon sur les bords de l'échantillon n'empêche pas l'échappement des gaz de pyrolyse. En revanche, l'ajout d'une isolation en fibre de kaolin bloque mécaniquement les gaz de pyrolyse sur le bord de l'échantillon. Le blocage de ces gaz entraîne un gonflement important de la face arrière puis une inflammation en face arrière qui perturbe les mesures de masses et de températures. La mesure de masse indique que l'isolation des bords d'échantillon et donc, le chemin d'échappement des gaz, n'ont pas d'effets significatifs sur la cinétique de dégradation. Le choix sera fait pour la suite du travail de privilégier la configuration sans isolation sur le bord et avec un serrage constant de 1 N.m.

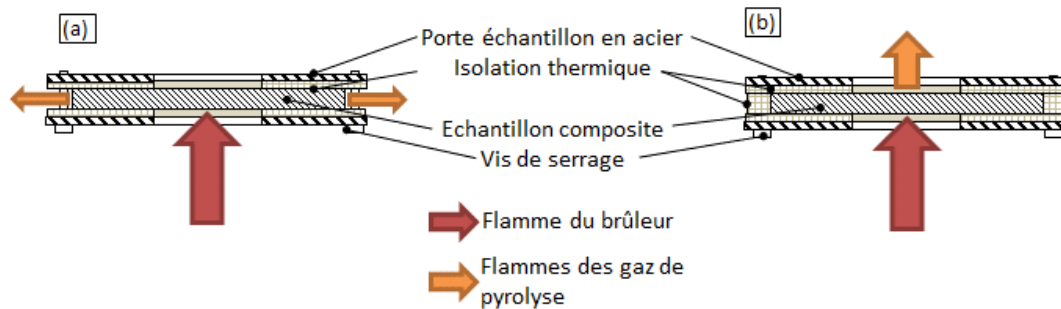


Figure 5-7 : Influence des conditions aux bords sur la cinétique des gaz de pyrolyse : a) sans isolation des bords, b) avec isolation des bords.

La Figure 5-7 résume de manière schématique l'influence que peuvent avoir les conditions aux bords de l'échantillon sur les débits de gaz de pyrolyse, le blocage des gaz sur les bords de l'échantillon forçant le dégazage vers la face arrière.

5.2 Comparaison de la résistance au feu des résines époxy et PPS

5.2.1 Matériaux étudiés

Les matériaux composites étudiés pour cette comparaison sont découpés sous forme de coupons de 50 x 50 mm² dans une plaque de 2 mm d'épaisseur. Cette épaisseur est typique des applications aérospatiales dans lesquelles la réduction de poids est essentielle [136]. Le choix d'étudier la dégradation d'un matériau composite à matrice PPS est justifié par sa bonne résistance aux hautes températures. En effet, les pièces de l'environnement du moteur et de la nacelle sont régulièrement soumises à des températures de l'ordre de 120 °C.

Avant d'étudier plus en détail le comportement d'échantillons de carbone/PPS dans différentes configurations d'agressions, il semble intéressant de comparer les performances du composite thermoplastique avec celle d'un carbone/époxy. En effet, la résine époxy à renforts en fibres de carbone est un matériau utilisé dans les pièces de structures aéronautiques depuis plus de 40 ans et fait office de référence. En revanche, l'usage des composites à résines thermoplastiques, comme le PPS, est plus récent dans le domaine de l'aéronautique. Le premier travail consiste donc à comparer des échantillons carbone/PPS avec des échantillons de carbone/époxy de même architecture. Les deux matériaux sont constitués de la même séquence d'empilement de sept plis tissés selon un motif en satin de 5. Les matrices PPS (Cetex TC1100) et époxy (8552 epoxy matrix) sont fournis respectivement par les entreprises Toray et Hexcel. Les plis de carbone (T300 3K) sont orientés selon la séquence d'empilement suivante :

[(0/90°),(±45°),(0/90°),(±45°),(0/90°),(±45°),(0/90°)]. La fraction massique de fibre est de 58% dans les stratifiés carbone/PPS et 74% pour les carbone/époxy. Ce qui correspond à une fraction volumique de fibres est de 69% pour le carbone/époxy et de 54% pour le carbone/PPS.

Tableau 5-1 : Températures caractéristiques de la dégradation des composites à fibre de carbone.

Matériau	T _g (°C)	T _f (°C)	T _{onset} (°C)	T _{oxy} (°C)
Fibre de carbone	-	4000 [35]		600 [18]
Résine PPS (TC1100)	90 [36]	280 [36]	480 [18]	550 [18]
Résine époxy (8552)	155-120 [10]	-	350-400 [18]	450 [18]

Des analyses thermogravimétriques ont été effectuées afin de caractériser les différents matériaux. Les analyses ont été effectuées sur des échantillons de 10 mg sous une atmosphère inerte (azote). Les résultats de TGA présentés Figure 5-8.a montrent une masse résiduelle proche de 75% similaire pour les deux matériaux composites. Afin de s'affranchir du biais de mesure dû à la différence de masse volumique entre les deux résines, à l'état vierge et à l'état de char, la Figure 5-8.b présente une analyse de la masse résiduelle de polymère uniquement. L'hypothèse est faite que la masse de fibres de carbone reste invariante en atmosphère inerte. Cette analyse montre un taux de carbonisation de 15% pour le carbone/époxy alors que l'échantillon à base de PPS montre une masse résiduelle de polymère de 33%. Ces résultats d'ATG mettent en évidence la capacité de la résine PPS à produire une quantité de résidu carboné supérieure à celle de la résine époxy.

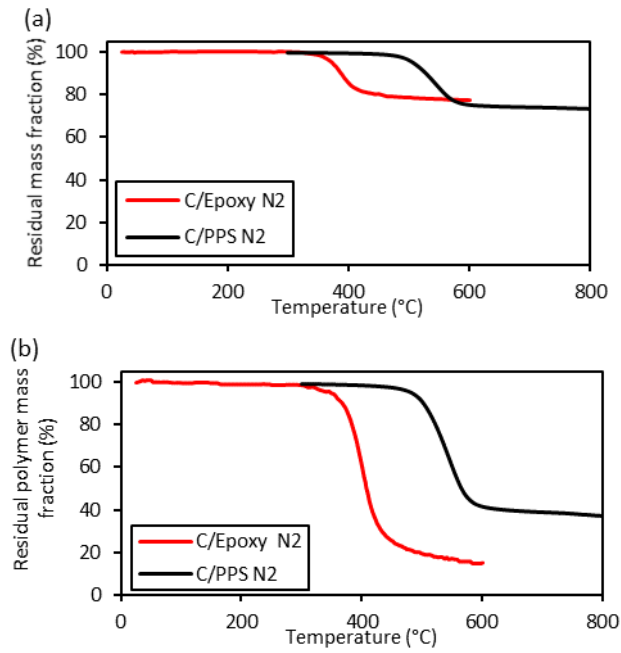


Figure 5-8 : Analyse thermogravimétrique : a) masse résiduelle pour le matériau composite, b) masse résiduelle de polymère.

La Figure 5-9 représente la dérivée de la masse en fonction de la température (DTG). Sous atmosphère non oxydante, la dégradation thermique du carbone/époxy commence à se produire autour de la température de $T_{onset} = 320$ °C et le pic du taux de perte de masse (T_{peak}) se situe à la température de 390°C. Cette température correspond à la première étape de décomposition [77]. Dans le cas du composite à résine PPS, le début de la dégradation thermique se produit à $T_{onset} = 480$ °C et une perte de masse significative est observée pour $T_{peak} = 550$ °C [18].

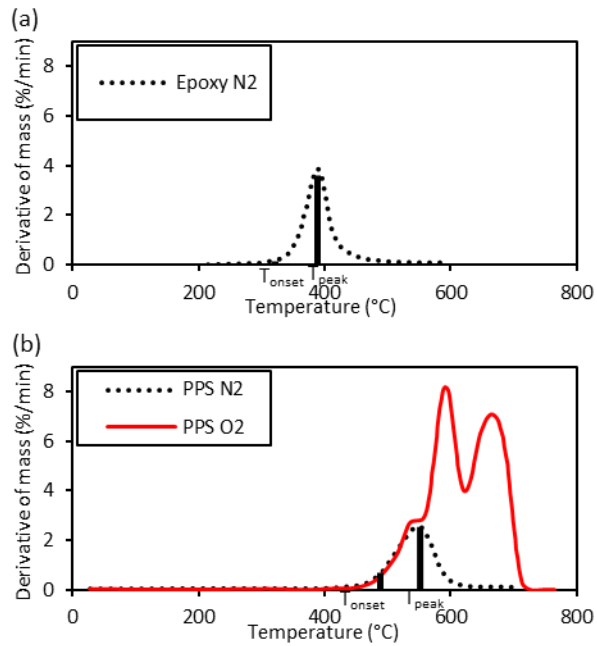


Figure 5-9 : Taux de perte de masse : a) carbone/époxy sous atmosphère inerte, b) carbone/PPS sous atmosphère inerte et oxydante.

Une autre analyse TGA réalisée sur un composite à base de PPS sous atmosphère oxydante montre un comportement différent car la courbe de taux de perte de masse révèle un processus en trois étapes. Par rapport à une atmosphère sous N₂, il apparaît pour des températures élevées une oxydation de la matrice dégradée et des fibres après 550 °C, ce qui explique cette modification des résultats d'ATG.

Il est cependant justifié de penser que l'essai réalisé sous atmosphère inerte est plus proche des conditions rencontrées en cas d'incendie. En effet, des travaux antérieurs [18] ont montré que la carbonisation de la matrice dans le cas de composites similaires à base de PPS et d'époxy avait un effet protecteur contre l'oxydation des fibres. De plus Hull et Kandola [137] observent que l'ATG sous N₂ est plus représentative de la perte de masse survenant après inflammation. Cette observation peut être la conséquence du faible taux d'oxygène disponible à la surface du composite car celui-ci est consommé par la réaction de combustion. McKinnon et al. [33] ont approfondi l'étude de l'oxydation des composites en réalisant des essais spécifiques. Les résultats présentés dans la Figure 5-10 leur permettent de conclure que l'oxydation joue un rôle négligeable dans la dégradation d'un carbone /époxy soumis à un flux de 60 kW.m⁻². Cette faible influence de l'apport en oxygène sur la cinétique de dégradation serait due à la faible perméabilité du stratifié carbone/époxy étudié.

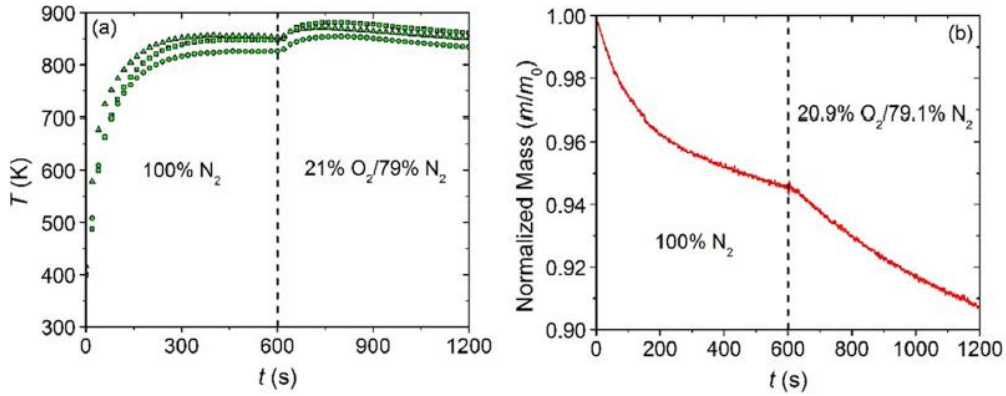


Figure 5-10 : Composite carbone/époxy soumis à un flux radiant de 60 kW.m^{-2} avec 600s seconde d'azote puis 600s d'air : a) température interne, b) masse résiduelle. [33]

5.2.2 Mesure de perte de masse

Ce paragraphe est consacré à l'étude des matériaux C/PPS et C/époxy soumis à un flux de 106 kW.m^{-2} au moyen du brûleur propane présenté dans le chapitre 3.

L'évolution de la masse résiduelle est présentée Figure 5-11 pour les échantillons à matrice époxy et PPS. Les mesures montrent une répétabilité satisfaisante pour la perte de masse, les valeurs présentées Figure 5-12 résultent d'une moyenne d'ensemble sur trois mesures pour chaque matériau.

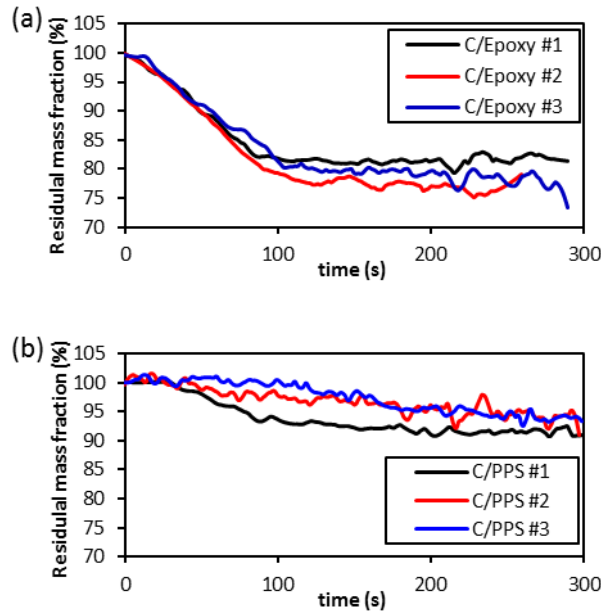


Figure 5-11 : Mesures de masse résiduelle lors d'une agression thermique de 106 kW.m^{-2} : a) pour du carbone/époxy, b) pour du carbone/PPS.

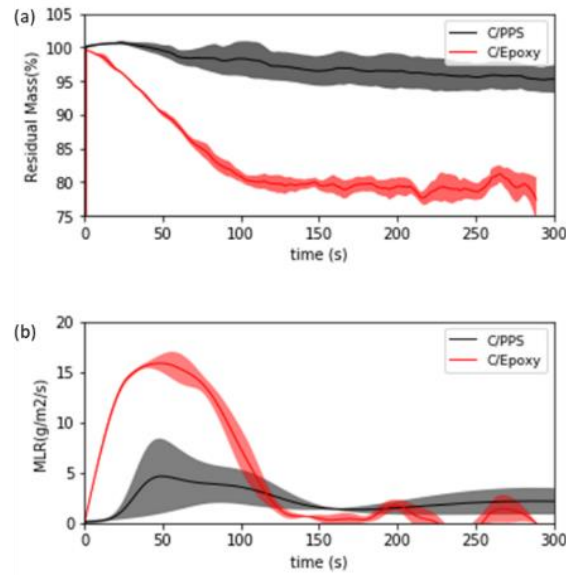


Figure 5-12 : Analyse de la perte de masse pour du carbone/époxy et du carbone/PPS : a) masse résiduelle, b) taux de perte de masse (moyenne et écart type).

Les mesures de pertes de masse montrent que la combustion est terminée au bout de 150 s pour les échantillons carbone/époxy. La perte de masse totale est de 22% soit approximativement la masse de matrice initiale. Ces résultats sont en bon accord avec les observations de Zhang pour des matériaux similaires [40]. L'hypothèse de perte de masse négligeable au sein des fibres de carbone permet de supposer une combustion complète de la résine avec une masse de résidu charbonné négligeable. En effet, il a été démontré par analyse thermogravimétrique que les fibres de carbone T300 ne se détériorent pas dans une atmosphère non oxydante, même au-delà de 600 °C [45], [138]. On remarque que ce résultat (consommation complète de la résine époxy à l'issue du test) a également été observé sous d'autres conditions d'agressions : avec un appareil ATG [18], [139] ou un brûleur propane avec un flux de 116 kW.m^{-2} [44].

Par rapport au cas du carbone/époxy, les stratifiés carbone/PPS perdent beaucoup moins de masse après 300 secondes, avec une perte de masse totale d'environ 6%. Ces mesures effectuées sur des matériaux à base de PPS diffèrent de celles des travaux précédents [18] car la perte de masse totale observée après dégradation au moyen d'un appareil d'ATG est d'environ 25% sous N₂. Le matériau semble donc être moins endommagé par la flamme que lors de l'analyse thermogravimétrique. Cette différence résulte de l'écart de taille entre l'échantillon de 10 mg utilisé pour l'ATG et l'échantillon utilisé dans cette étude. On montre dans la suite de l'étude que l'apparition de larges porosités dans l'épaisseur de l'échantillon carbone/PPS joue un rôle important dans la dégradation du matériau. De plus, l'ATG fournit un chauffage plus homogène du matériau par rapport au brûleur propane. On remarque également que la matrice PPS produit une quantité de char supérieure à celle de la matrice époxy et conduit également à des mécanismes de dégradation différents, ces mécanismes de dégradation à l'échelle macroscopique sont détaillés dans le paragraphe 5.2.4.

5.2.3 Mesure de température en face arrière

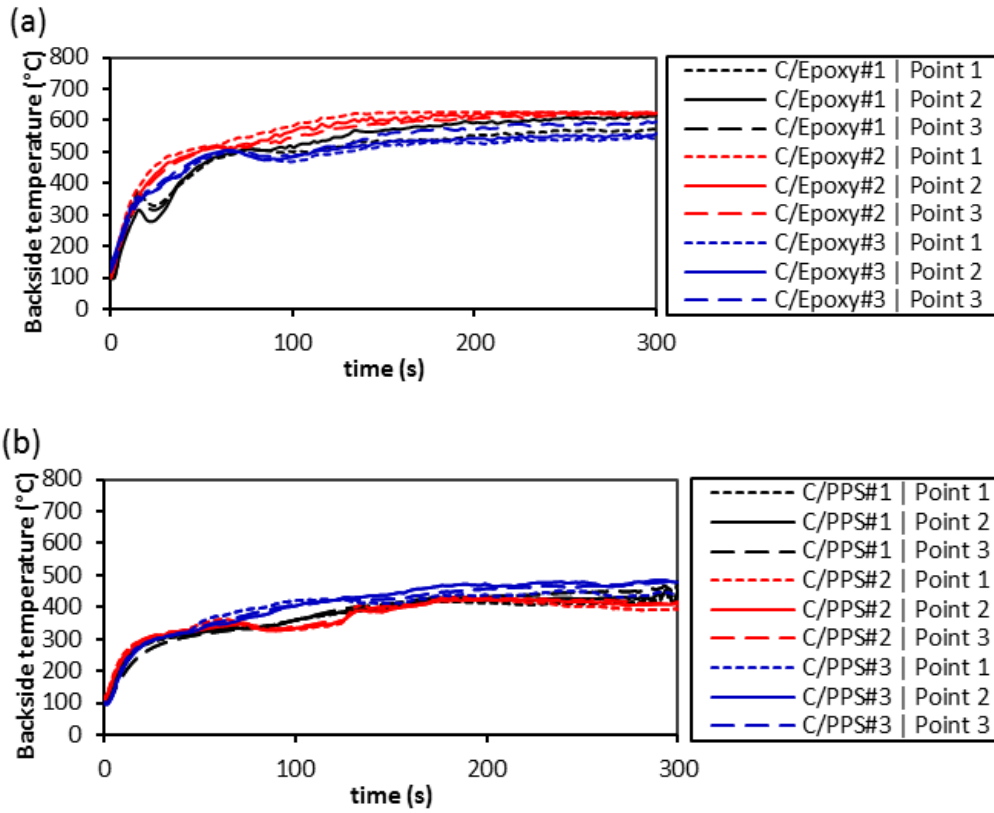


Figure 5-13 : Mesures de température en face arrière pour trois points sur trois échantillons : a) carbone/époxy, b) carbone/PPS.

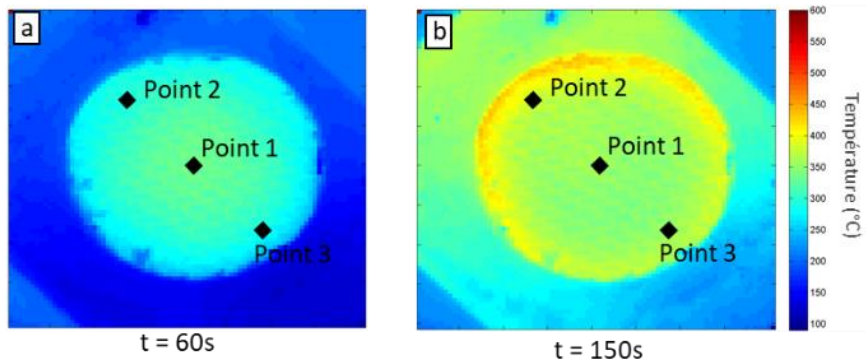


Figure 5-14 : Température en face arrière d'un échantillon carbone/PPS #3 : a) pour $t= 60s$, b) pour $t=150s$.

Les températures mesurées en face arrière avec la caméra infrarouge sont rapportées Figure 5-13 en fonction du temps d'exposition. Les Figures présentent la température pour trois échantillons différents avec trois points de mesures, la position de ces points de mesures sur l'échantillon est rapportée sur la Figure 5-14.

La première portion de la courbe de température indique une conduction thermique rapide à travers l'épaisseur de l'échantillon pour les matériaux à base de PPS et d'époxy. Lors de la phase de 0 s à 20 s, la variation temporelle de température en face arrière atteint 12.5 K.s^{-1} pour le carbone/époxy. L'augmentation de la température est plus lente lors de cette première phase pour le composite PPS (autour de 8 K.s^{-1}). La différence observée en face arrière lors de la phase de conduction thermique entre les matériaux à base d'époxy et de PPS peut être expliquée par le taux de fibre de carbone et la différence de conductivité thermique entre les deux polymères. En effet, pendant les 20 premières secondes, la perte de masse est faible (voir Figure 5-12), on peut donc comparer les deux matériaux en les considérant faiblement dégradés. La conductivité est de l'ordre de $0,288 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$ [82] pour le PPS et de $0,363 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$ pour l'époxy [82]. De plus il y a plus de fibres dans l'époxy, ce qui augmente fortement la conductibilité du mélange fibre/résine, favorisant le transfert thermique vers la face arrière.

Au cours de cette étape, le gradient de température entre la face avant et la face arrière est très élevé, ce gradient engendre des contraintes mécaniques importantes dans le matériau. Ces contraintes entraînent la formation de microfissures au sein de la matrice et un décollement entre les plis. Ce phénomène sera renforcé après 20 s, quand la matrice commence à être très ramollie par la température.

Pour le carbone/époxy :

Après 20 secondes, la température dans l'échantillon est élevée mais son augmentation ralentit. De plus, pour les échantillons carbone/époxy #1 et #3, le ralentissement est brutal. La plage de température concernée se situe entre $350 \text{ }^\circ\text{C}$ et $500 \text{ }^\circ\text{C}$, ce qui correspond à la décomposition thermique de la matrice observée Figure 5-9 lors de l'analyse thermogravimétrique. L'allure générale des courbes de température reportées sur la Figure 5-13 correspond bien à celle également observée par Tranchard [44].

La température de l'échantillon C/Epoxy#1 chute de manière significative de $350 \text{ }^\circ\text{C}$ à $280 \text{ }^\circ\text{C}$ après 20 s d'exposition au feu. Comme indiqué section 5.2.4 cette observation est associée à la présence de fissures dans l'échantillon engendrées par les contraintes thermomécaniques importantes [24], [77]. Ces fissures, qui apparaissent de façon brutale, agissent comme une barrière thermique et affectent donc la conduction thermique à travers l'échantillon. Du fait de la température élevée de la face arrière de l'échantillon, les pertes thermiques par rayonnement sont importantes et induisent un refroidissement temporaire. Ces variations brutales de température en face arrière ont aussi été observées par Tranchard [44] avec un brûleur fonctionnant au propane (116 kW.m^{-2}) et avec des échantillons plus grands ($15 \times 15 \text{ cm}$).

Pour les échantillons C/époxy #1 et #3, la température augmente jusqu'à $540 \text{ }^\circ\text{C}$ puis un léger refroidissement intervient aux alentours 80 s. Ce refroidissement peut très probablement être expliqué par une délamination se produisant de façon plus progressive que dans l'échantillon C/Epoxy#1. Ce laps de temps, compris entre 60 et 80 secondes, correspond également à la formation de « bulles » de résine dégradée (Figure 5-15) sur la face arrière de l'échantillon et à une faible émission de fumée. Ce type de dégradations sur la surface arrière peut également entraîner un changement d'émissivité et induire une diminution artificielle de la mesure de température par thermométrie infrarouge, comme le montre les mesures de Boulet et al. (voir

Tableau 5-2) [66]. Après 120 secondes, la température se stabilise autour de 600 °C et augmente lentement à une vitesse de chauffe moyenne de 0.17 K/s.

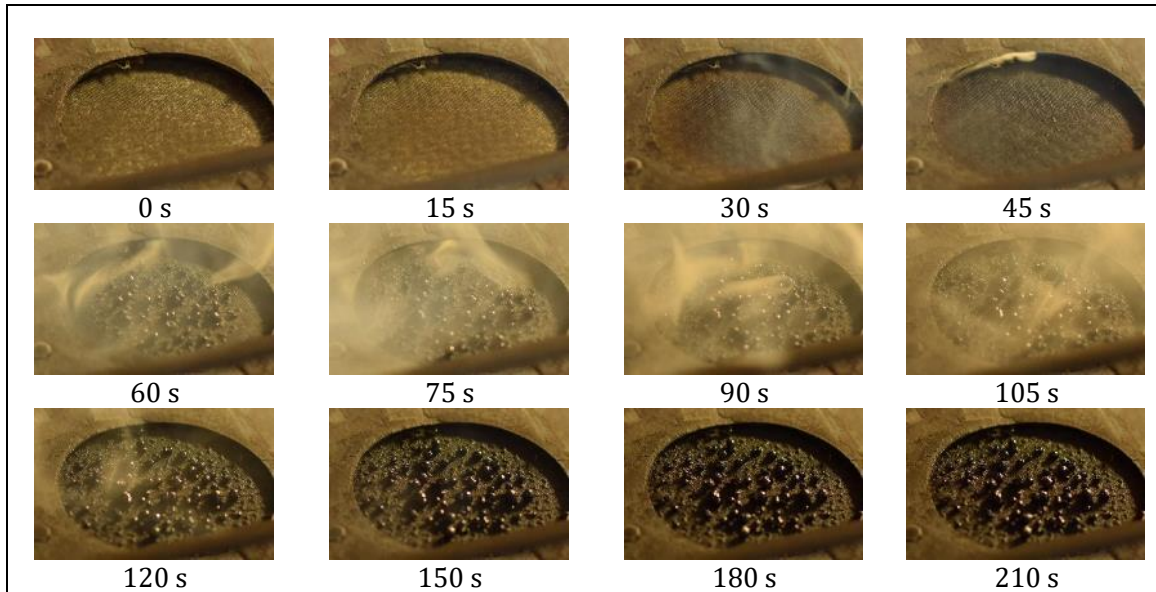


Figure 5-15 : Face arrière de l'échantillon C/époxy soumis à un flux de 106 kW.m⁻² à différents instants.

Tableau 5-2 : Emissivité mesurée à la température ambiante pour un composite à fibre de carbone soumis à différents temps d'exposition. [66]

Etat de dégradation	Vierge	65 kW.m ⁻² , 30s	65 kW.m ⁻² , 50s	65 kW.m ⁻² , 80s	65 kW.m ⁻² , 100s
ε @ T = 400 K	0.86	0.94	0.91	0.85	0.84

Pour le PPS :

La température de la face arrière restant inférieure à $T_{onset} = 480$ °C, la matrice PPS ne se décompose pas en surface. Cette hypothèse de non dégradation sera confirmée par les observations post agression, comme le montrent les Figure 5-17 et Figure 5-18.b. Les échantillons ne montrent quasiment aucune fuite de gaz à l'arrière, ce qui entraîne la formation de grandes poches gazeuse dans l'échantillon, comme le montrent les observations microscopiques (section suivante). La formation de ces poches gazeuses peut s'expliquer par une relative étanchéité de la couche de polymère en face arrière. La formation de ces poches gazeuses se manifeste pendant l'essai par un gonflement rapide de l'échantillon entre 50 et 80 s. Comme pour les échantillons carbone/époxy, la courbe de température de la Figure 5-13 présente un ralentissement lors de la formation de ces poches gazeuse entre 20 et 100 s et une inflexion pour l'échantillon #2 après 70s (Figure 5-13.b).

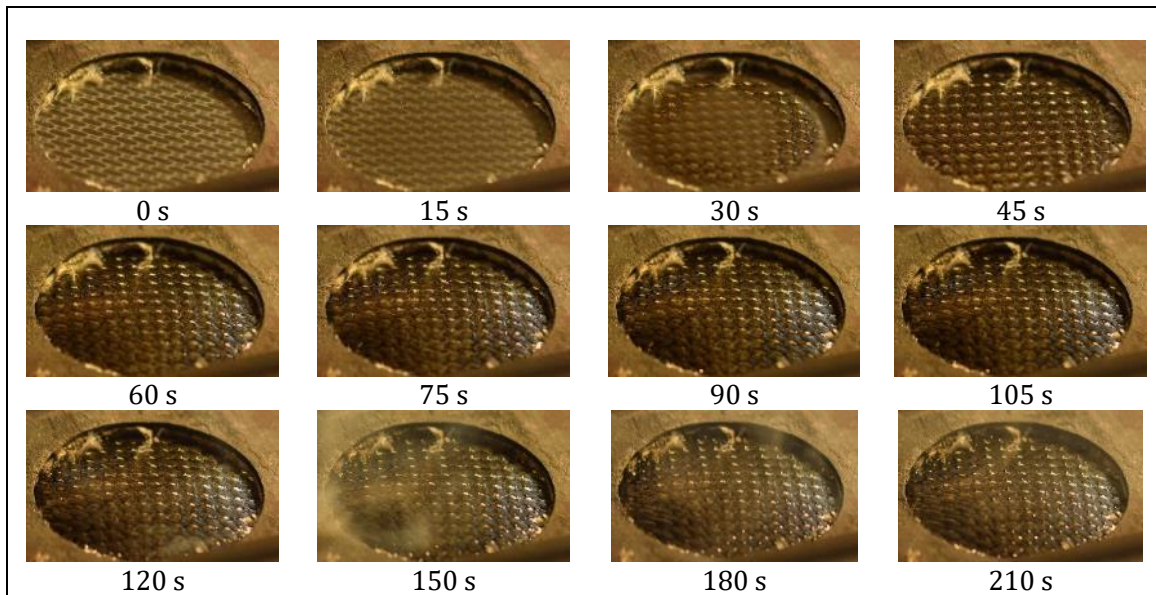


Figure 5-16 : Face arrière de l'échantillon C/PPS soumis à un flux de 106 kW.m^{-2} à différents instants.

5.2.4 Observations après agression thermique

Les mesures présentées ci-dessus sont effectuées sur les matériaux en cours de dégradation et sont indispensables pour la caractérisation du point de vue macroscopique. Cependant, ces mesures ne sont pas suffisantes pour comprendre les cinétiques de dégradation de la matrice et les mécanismes de formation des porosités. Ce paragraphe présente les résultats des observations post-mortem, c'est-à-dire après dégradation thermique. L'observation de l'échantillon après l'agression peut fournir des informations importantes sur le processus de dégradation sous un flux thermique élevé. Il est à noter que la face arrière de l'échantillon carbone/époxy présente des bulles de matrice décomposée (Figure 5-15), il n'y a plus de matrice après 300 s d'agression mais les torons de fibres ne semblent pas être endommagés et aucun pli n'est décollé (Figure 5-18.a). L'échantillon à base de PPS présente une couche uniforme de matrice fondue et re-solidifiée sur la face arrière (Figure 5-16 et Figure 5-18.b), la face avant présente une couche carbonée sombre. À la fin de l'expérience, les échantillons de carbone/époxy ont une épaisseur moyenne de 3,5 mm et les échantillons à base de PPS une épaisseur moyenne de 9,3 mm.

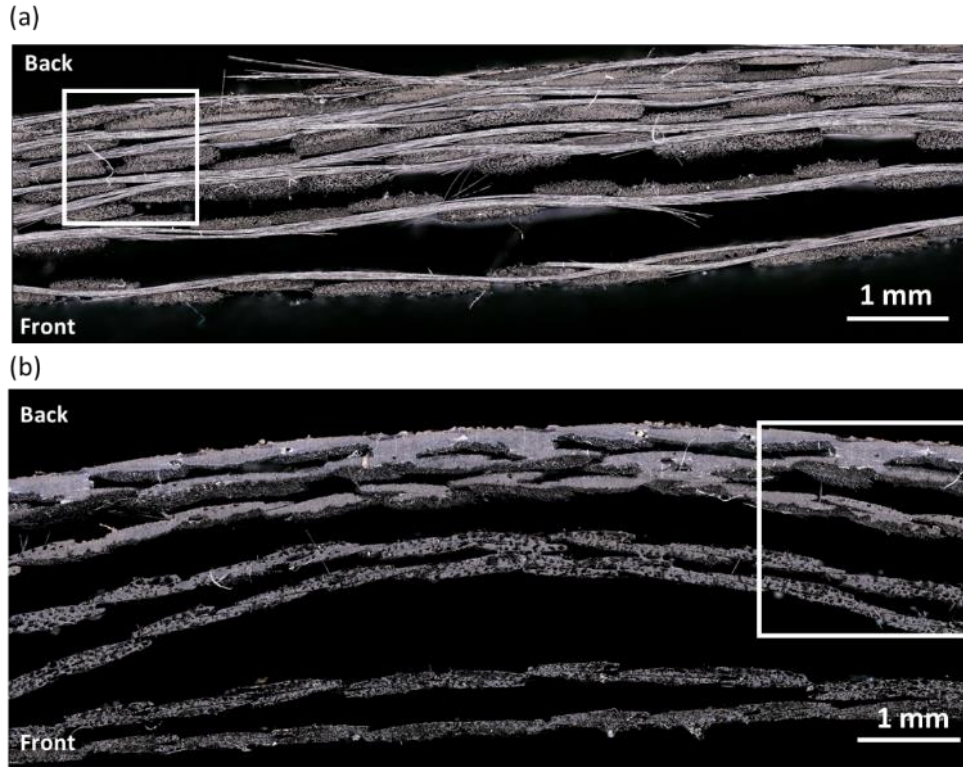


Figure 5-17 : Images de microscopie pour des échantillons d'épaisseur 2 mm exposés pendant 300 s à un flux de 106 kW.m⁻² : (a) C/époxy, (b) C/PPS.

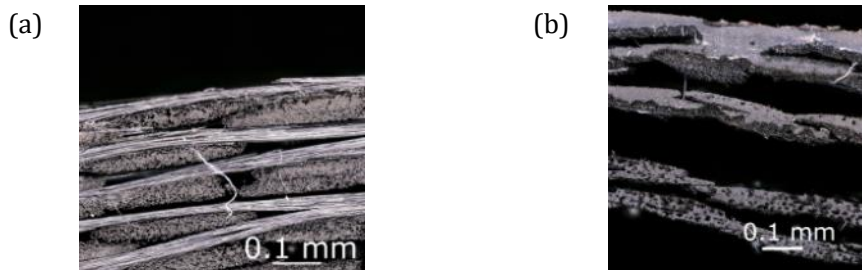


Figure 5-18 : Images de microscope optique sur des coupes après agression à 106 kW.m⁻² pendant 300 s : (a) C/époxy, (b) C/PPS.

Pour expliquer plus précisément les évolutions de la température et de la masse, des échantillons supplémentaires ont été soumis à la flamme (106 kW.m⁻²) sur des durées inférieures. Ces durées d'agressions thermiques sont fixées en fonction des courbes de température et de perte de masse à 30 secondes, 60 secondes et 90 secondes. Pour cette analyse post-mortem, l'hypothèse est faite que la réaction s'interrompt quasiment instantanément après le retrait du jet chaud. Comme on a pu le constater sur la Figure 5-13 et la Figure 5-14, la hausse de température pendant les 20 premières secondes est principalement gouvernée par la conduction thermique à travers l'épaisseur de l'échantillon pour les deux matériaux et la plus grande partie de la perte de masse se produit entre 20 et 100 s pour le C/époxy. Une analyse micrographique est ensuite effectuée

sur des coupes transversales pratiquées au milieu des échantillons exposés pendant différentes durées. Les images ainsi obtenues sont présentées Figure 5-19 et Figure 5-20. Elles ont été ensuite transformées par une série de traitements numériques (Figure 5-21), dans le but de mener une étude plus quantitative du processus de décomposition.

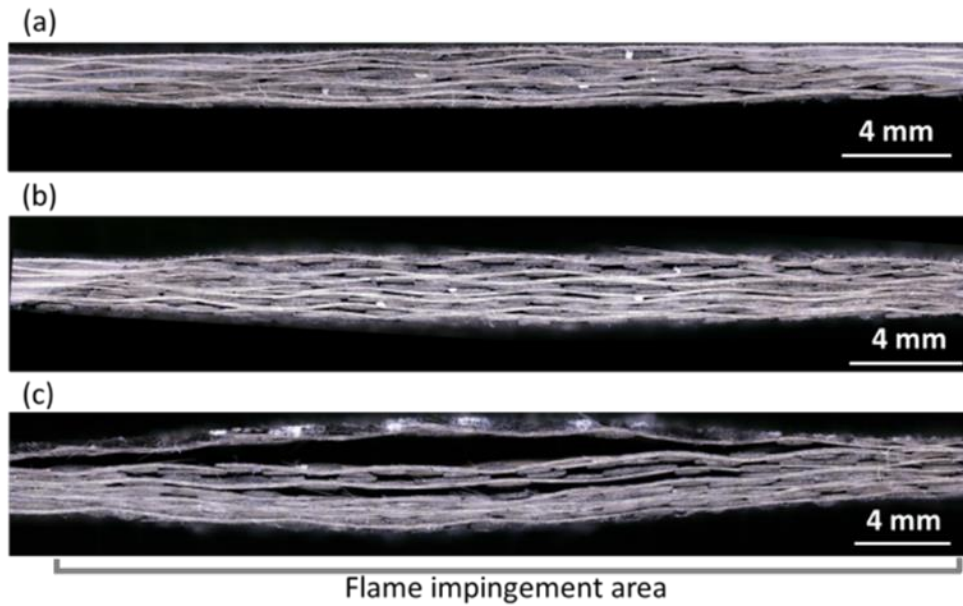


Figure 5-19 : Images au microscope de trois échantillons C/époxy après différents temps d'exposition : 30 s, 60 s et 90 s.

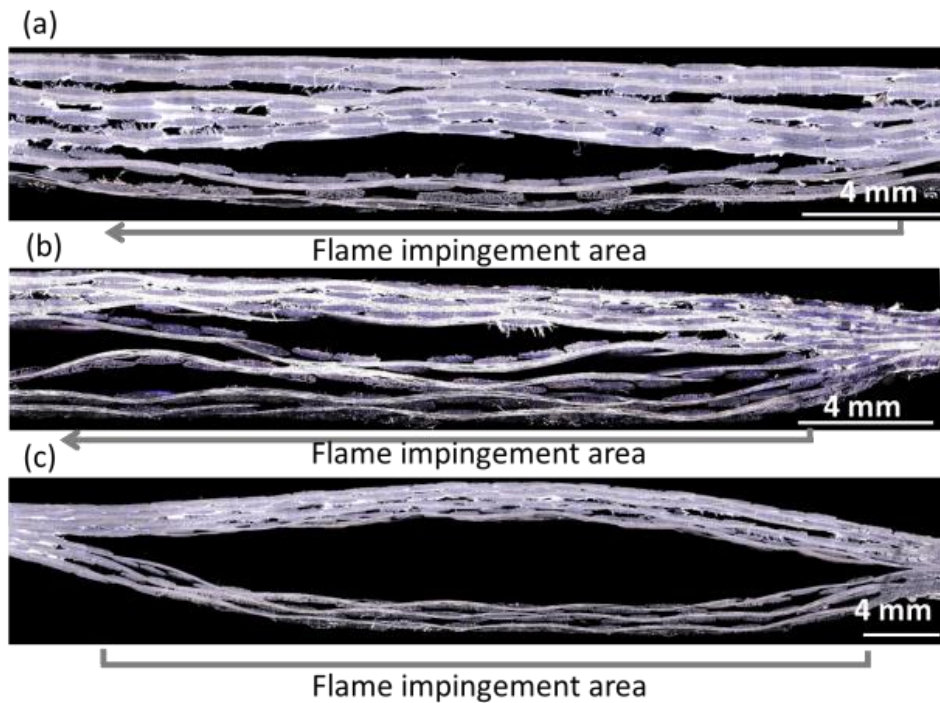


Figure 5-20 : Images au microscope de trois échantillons C/PPS après différents temps d'exposition : 30 s, 60 s et 90 s.

Pour le C/époxy exposé au feu pendant 30 s, la Figure 5-19.a montre une dégradation importante allant de l'ensemble de la surface exposée jusqu'à partie centrale de la face arrière ainsi que quelques fissures dans les coins supérieur gauche et droit de l'échantillon. A 60 s, la dégradation s'est étendue dans toute l'épaisseur sous la surface exposée et il ne reste aucune résine au centre de l'échantillon. A 90 s, la Figure 5-19.c indique la formation d'un délaminage significatif en face arrière de l'échantillon, avec un pli complètement décollé, créant ainsi une cavité qui parcourt l'échantillon de gauche à droite.

La Figure 5-20.a présente l'échantillon de carbone/PPS après une exposition au feu de 30 s. Le schéma de dégradation est complètement différent de celui observé pour le carbone/époxy. Les deux premiers plis de carbone/PPS sont partiellement dégradés ; ils révèlent l'existence de petites porosités dans les torons de fibres. Celles-ci sont encore plus visibles à 60 s (Figure 5-20.b). Une grande cavité est créée près de la surface agressive. Cette cavité agit comme une barrière thermique efficace protégeant les plis supérieurs du flux thermique. Ainsi, ces couches supérieures présentent des décollements et des fissures, mais la matrice reste bien agrégée autour des torons de fibres. A 90 s, la dégradation de la matrice s'est étendue dans l'épaisseur sous la surface exposée et le gonflement s'est accentué. La Figure 5-20.c met en évidence le gonflement soudain de l'échantillon à matrice PPS et la formation d'une cavité importante au milieu de l'échantillon. Les gaz de pyrolyse sont piégés à l'intérieur du matériau et entraînent une croissance rapide de la délamination.

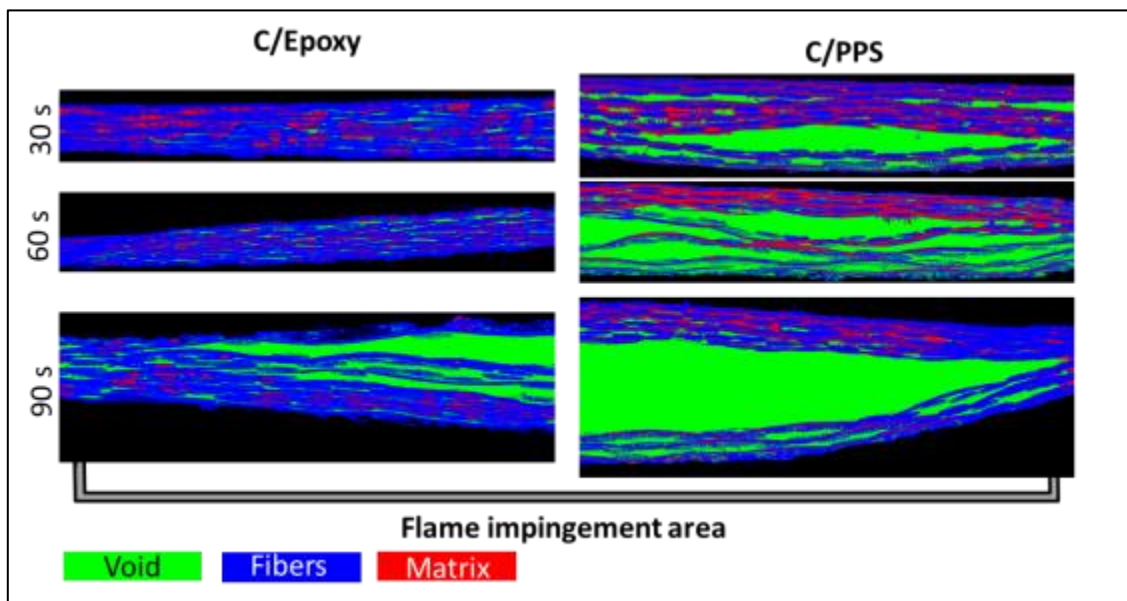


Figure 5-21 : Analyse numérique des images de microscopes sur les échantillons C/époxy et C/PPS.

La Figure 5-21 illustre les résultats de l'analyse d'image réalisée sur les échantillons présentés Figure 5-19 et Figure 5-20. Cette analyse a été effectuée sur des demi-images d'échantillons sans prendre en compte la partie protégée par le porte-échantillon. Sur ces images, la surface détectée comme étant des cavités ou des porosités est représentée en vert. Les fibres sont représentées en bleu et la matrice en rouge. La surface équivalente de chaque composant est ensuite calculée en fonction du nombre de pixels de l'image correspondant à chaque catégorie. Le rapport

fibre/matrice et le taux de porosité sont représentés en fonction du temps d'exposition et reportés Figure 5-22.

Il est important de noter que le traitement d'image proposé n'est pas capable de distinguer la matrice dégradée et la matrice vierge, ainsi le terme « matrice » désigne à la fois la matrice vierge et le char. Le stratifié à matrice époxy contient initialement 51,2%_{vol} de fibres et le stratifié à base de PPS contient 67,8%_{vol} de fibres. Le taux de porosité est inférieur à 2% pour les deux stratifiés à l'état vierge.

Les tendances qui résultent de l'analyse d'image présentée dans la Figure 5-22 sont en bon accord avec la perte de masse mesurée pendant l'agression thermique. Pour le composite à matrice PPS, la mesure de perte de masse et le ratio fibre/matrice décrivent une dégradation progressive et lente de la matrice entre 0 et 90 s. Pour le composite à matrice époxy, la dégradation de la matrice suit une croissance rapide de 0 à 90 s.

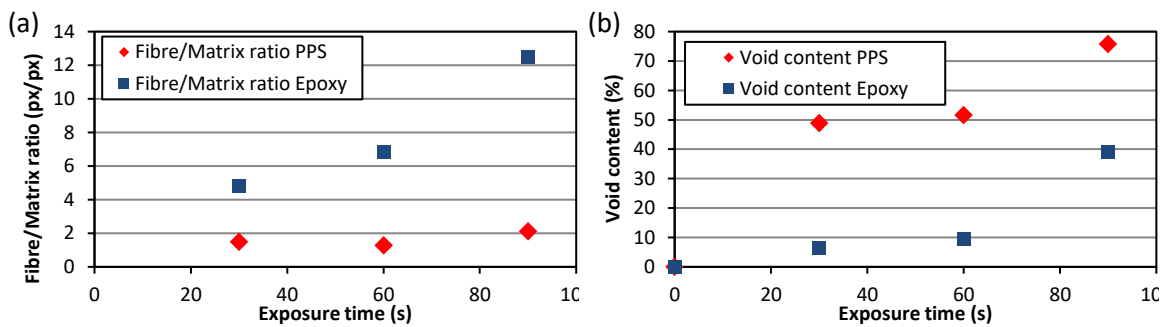


Figure 5-22 : a) Ratio fibre/matrice, b) Taux de porosité pour les composites PPS et époxy.

L'analyse d'images met également en évidence le rôle joué par les cavités. Le taux de gaz est plus élevé dans le matériau à base de PPS que dans le matériau à base d'époxy. L'emplacement et la forme des cavités jouent également un rôle important dans la formation de la barrière thermique. Comme expliqué dans le chapitre 2, les mécanismes de dégradation thermique incluent la décomposition de la matrice, la formation de char et de pores, la fissuration et le délaminage de la matrice. Cependant, les composites thermoplastiques et thermodurcissables ne se comportent pas de la même manière. La Figure 5-23 expose les différents types d'endommagements rencontrés dans l'épaisseur des polymères à renforts en fibres de carbone en fonction de la nature de la matrice.

La Figure 5-23.a propose un schéma de dégradation spécifique pour un stratifié carbone/époxy de 2 mm d'épaisseur et la Figure 5-23.b pour le comportement spécifique observé sur un stratifié carbone/PPS, après 150 s d'agression thermique.

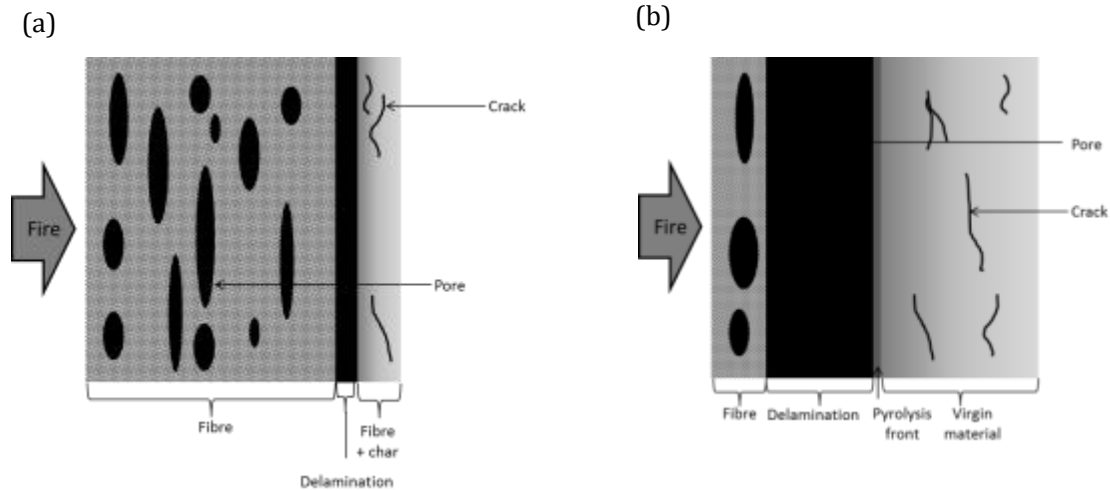


Figure 5-23 : Après 150s d'exposition au feu : (a) C/époxy, (b) C/PPS.

Bilan pour le C/époxy :

La face avant du matériau carbone/époxy, forme rapidement une couche de fibres sèches. Ainsi, la liaison au sein des plis, entre les plis mais également à l'intérieur des faisceaux de fibres n'est plus assurée. On remarque tout de même que, malgré la température élevée de la flamme, les fibres de carbone ne s'oxydent pas. Dans le cas présent, cela est dû à la faible concentration en oxygène du jet impactant et à la durée relativement courte de l'agression par le feu.

Dans l'épaisseur de l'échantillon, la matrice est partiellement dégradée, ce qui entraîne la formation d'une zone très poreuse contenant des fibres et des produits carbonés. Cette structure est observée sur les Figure 5-19.a et Figure 5-19.b pour un temps d'exposition inférieur à 90 s. La température élevée induit une pression à l'intérieur des pores couplée à d'importantes contraintes thermomécaniques. Ces phénomènes conduisent à la propagation des fissures inter-laminaires. On peut observer une délaminatation complète des trois plis de la face arrière sur la Figure 5-19.c. Cette observation est partagée par les travaux précédents de Tranchard et al. [44], dont les images de tomographie sont présentées Figure 5-24, et Leplat et al. [24]. On observe des fissures (entourées sur les images) qui apparaissent dès 40 s.

Après 100 s d'exposition, la température se stabilise en face arrière et l'épaisseur de l'échantillon n'évolue plus. La matrice époxy est alors entièrement dégradée, la perte de masse étant proche de zéro (Figure 5-11.a), la perméabilité du matériau est fortement augmentée et les gaz parviennent à s'échapper plus facilement. En conséquence, la porosité atteint un état d'équilibre et ne croît plus.

On remarque que la délaminatation des composites carbone/époxy se produit préférentiellement en face arrière après que la matrice a été complètement dégradée. De plus, le gonflement est relativement modéré avec une augmentation de $75 \pm 7\%$. Sur les images de tomographie de Tranchard et al. (Figure 5-24.d), après 300 s, l'ensemble des plis sont décollés et de larges cavités semblables à celles observées Figure 5-19 se forment, préférentiellement en face arrière.

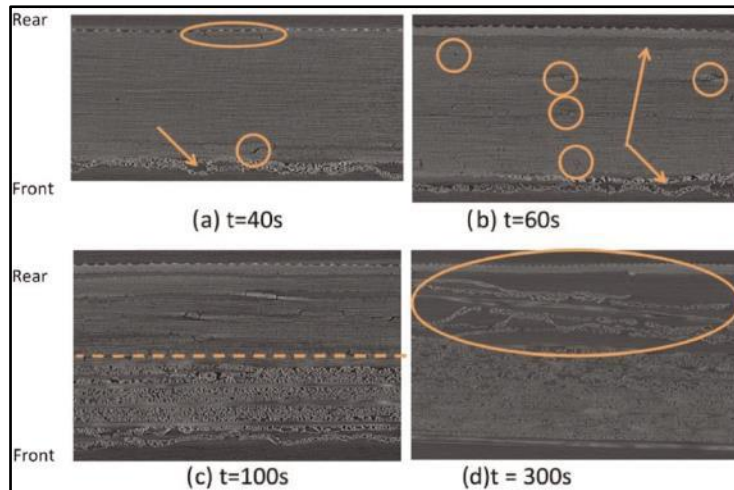


Figure 5-24 : Imagerie par microscope de composite carbone/époxy soumis à une flamme de flux 116 kW.m^{-2} [44].

Bilan pour le PPS :

L'analyse des photographies de coupes pour les composites à matrice PPS (Figure 5-20) montre un comportement différent. La résine PPS ayant une température de transition vitreuse faible (autour de 90 °C), le ramollissement de la matrice intervient dès les premiers instants de l'agression thermique. La perte des propriétés mécaniques causée par la transition vitreuse de la matrice associée aux contraintes thermomécaniques crée des fissures inter-laminaires directement sous la zone agressée. Dans les premiers plis, la matrice fond dès 280 °C puis se décompose thermiquement autour de 480 °C. La matrice se décompose rapidement en gaz volatils formant une couche de fibres et char très poreuse dans les deux ou trois premiers plis. Contrairement au carbone/époxy qui présente des fibres « sèches » sur la face agressée, les composites à matrice thermodurcissable présentent un réseau de fibres recouvertes de char. La capacité des thermoplastiques à se liquéfier sous l'effet de la chaleur permet une redistribution par capillarité et par gravité du char visqueux permettant de maintenir une certaine cohésion entre les fibres. Cette formation d'une couche constituée de fibres et de char visqueux, qui peut être observée Figure 5-20.b, empêche les gaz de décomposition de fuir vers la surface arrière de l'échantillon.

Les gaz de décomposition peuvent atteindre des pressions élevées entraînant la formation de fissures inter-laminaires très instables qui évoluent en macroporosités dans les premiers plis.

Les travaux de Florio et al. [30] ont mis en évidence une pression dix fois supérieure à la pression atmosphérique dans une résine phénolique à renforts en fibres de verre. Bien que la résine phénolique soit une résine thermodurcissable, elle présente un comportement thermique similaire à celui du PPS, avec une température de transition vitreuse inférieure à 150 °C, un début de dégradation autour 350 °C et un taux de résidu charbonné élevé.

Une pression de plusieurs atm dans le composite à résine PPS peut expliquer un gonflement qui atteint $365 \pm 13\%$ de l'épaisseur initiale. Enfin la génération de macroporosités emplies de gaz de pyrolyse représente une barrière thermique importante qui explique les températures en face arrière bien plus faible pour le composite carbone/PPS que pour le composite carbone/époxy.

5.3 Influence de l'épaisseur et du flux thermique sur la dégradation de composites carbone/PPS

Après avoir mis en avant des différences notables dans le comportement au feu des matériaux à résines époxy et PPS, ce paragraphe s'intéresse plus en détail au composite carbone/PPS. On présente ici une étude de l'influence que peuvent avoir l'épaisseur et le flux thermique sur la dégradation de ce matériau. Cette étude a pour objectif de vérifier si la redistribution de la matrice et la formation de larges porosités observées dans le paragraphe 5.2 se produisent de la même façon dans des échantillons plus épais et à différents flux.

En complément des échantillons d'épaisseur 2 mm précédemment étudiés, d'autres échantillons ont été découpés dans des plaques d'épaisseur 3.5 mm constituées de 12 plis de carbone/PPS (Cetex TC1100) d'orientation [0, 45, -45, 90]_{3s}. La fraction massique de fibre est de 74% pour les carbone/PPS. Dans un premier temps, les conditions d'agression thermique sont les mêmes que pour l'étude des échantillons de 2 mm, c'est à dire 106 kW.m^{-2} . L'influence du flux thermique sera ensuite étudiée avec des essais à 185 kW.m^{-2} .

5.3.1 Influence de l'épaisseur

La Figure 5-25 montre que, pour une agression d'une durée de 300 s avec un flux de 106 kW.m^{-2} , la perte de masse est relativement faible comparativement aux résultats obtenus à l'ATG, comme cela a été observé pour les échantillons de 2 mm. La perte de masse totale est de $7.7 \pm 1\%$, pour les échantillons d'épaisseur 3.5 mm et de $9.3 \pm 0.7\%$ pour les échantillons plus fins. L'épaisseur de matière supplémentaire protège logiquement de l'agression thermique. L'épaisseur des éprouvettes est également mesurée à la fin de chaque essai. Avec un gonflement moyen de 365% après 300s d'agression, les échantillons fins se dilatent plus que les échantillons épais qui gonflent en moyenne de $136 \pm 3\%$.

On remarque que les mesures de pertes de masse présentées dans la Figure 5-25 présentent une portion de courbe ascendante entre 0 et 75 secondes pour l'essai #4. Cette masse croissante est due à des difficultés de mesures en raison d'un échauffement de l'appareil de pesée et ne doit pas être interprétée autrement.

Des essais sur échantillons épais ont également été réalisés avec des durées d'exposition de 900 s afin d'étudier des durées d'expositions plus longues que lors des essais précédents (paragraphe 5.2). Les courbes de pertes de masse et de MLR (Figure 5-25 et Figure 5-26) montrent les mêmes tendances : une croissance rapide du taux de perte de masse puis une décroissance plus lente. En revanche, le pic de MLR se situe entre 50 et 150 s pour les échantillons de 2 mm et plus tardif (entre 150 et 200 s) pour les échantillons de 3.5 mm. La comparaison des courbes de MLR (Figure 5-26) et de températures en face arrière (Figure 5-27) montre que les pics de MLR correspondent au premier plateau de température.

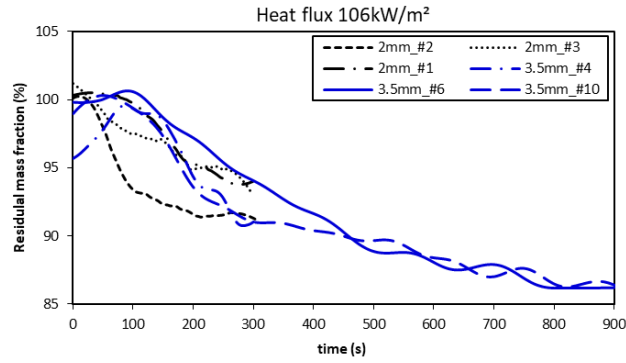


Figure 5-25 : Courbes de masse résiduelle C/PPS 2 mm et C/PPS 3.5 mm soumis à un flux de 106 kW.m⁻².

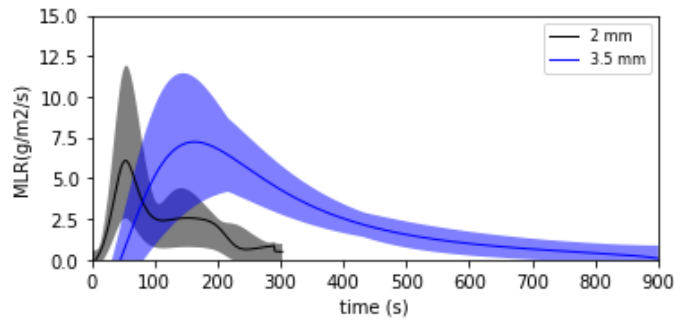


Figure 5-26 : Courbes de taux de perte de masse pour les échantillons carbone/PPS de différentes épaisseurs soumis à un flux de 106 kW.m⁻² (moyenne et écart standard à la moyenne).

Les essais de 900 s secondes montrent une décroissance très lente de la courbe de MLR au cours du temps, avec une perte de masse de l'ordre de 1 à 2 g.m⁻².s⁻¹ à la fin de l'essai. Pour rappel, cette perte de masse totale est toujours validée après essai par une mesure à l'aide d'une balance de précision. La fraction massique de fibre initiale étant de 58% et les fibres n'étant pas dégradées de façon notable au cours des essais précédents, on peut en déduire que 31% de la masse de matrice est consommée à 900i s pour les échantillons épais. A 300 s, 14% de la résine est consommée indépendamment de l'épaisseur du stratifié.

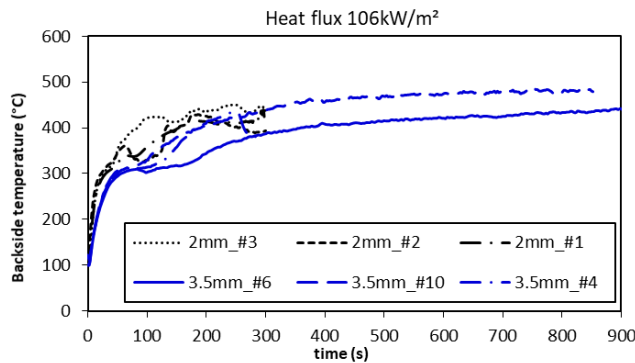


Figure 5-27 : Courbes de température en face arrière pour du C/PPS 2mm et du C/PPS 3.5mm.

Dans la suite de ce travail, les courbes de températures ne présentent que la valeur mesurée au centre de l'échantillon, ce qui correspond au point #1 sur la Figure 5-14. L'analyse des courbes de températures en face arrière permet d'identifier un échauffement plus lent en face arrière avec 5 K.s^{-1} pour les échantillons de 3.5 mm contre 8 K.s^{-1} pour les échantillons de 2 mm. Un premier plateau de température est visible autour de $320 \text{ }^\circ\text{C}$ dans les deux cas. On s'aperçoit, comme pour la perte de masse, que ce plateau commence vers 30 s pour la faible épaisseur, alors qu'il démarre vers 80 s pour les échantillons épais. En revanche, les variations rapides de température, attribuées à l'apparition brusque de délaminations dans le paragraphe précédent, n'apparaissent que sur l'échantillon épais #4 à 250 s. Dans le cas des échantillons fins, la température en face arrière atteint un équilibre thermique autour de 150 s, cet équilibre n'est atteint qu'au bout de 350 s pour les échantillons épais. La température en face arrière est de l'ordre de 380 à $450 \text{ }^\circ\text{C}$ à l'équilibre, indépendamment de l'épaisseur.

Afin d'examiner l'évolution structurelle des échantillons d'épaisseur 3.5 mm (fissures, porosités), des essais complémentaires ont été menés avec des temps d'expositions de 300 s, 600 s et 900 s. Les échantillons sont ensuite découpés au jet d'eau afin de faire des clichés au microscope optique puis un traitement numérique de ces images est réalisé. Les clichés obtenus au microscope optique sont présentés Figure 5-28.

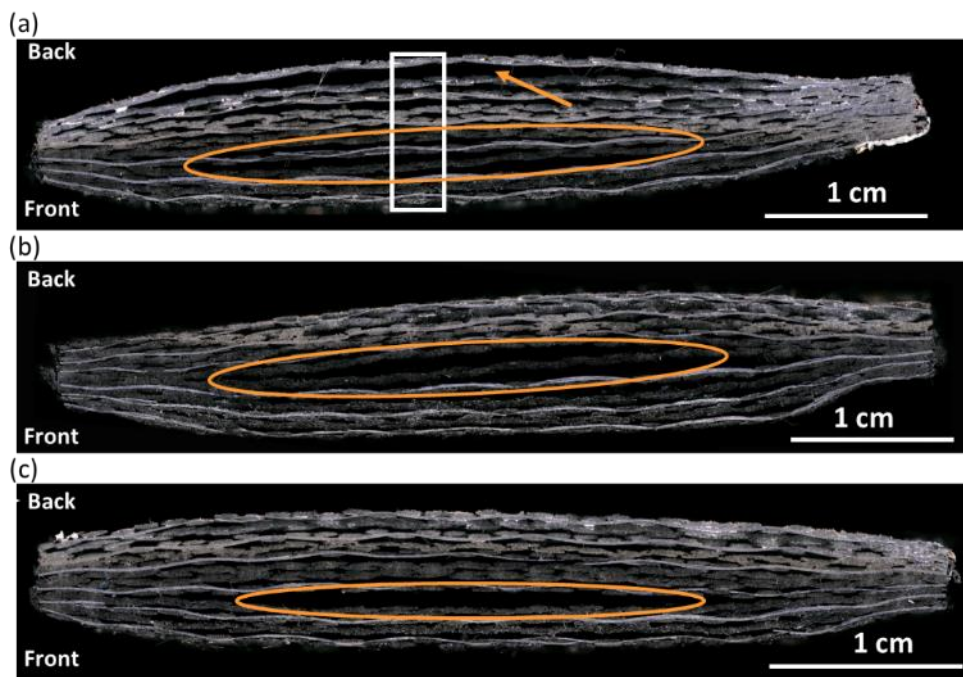


Figure 5-28 : Images de microscopie optique des échantillons carbone/PPS de 3.5mm soumis à un flux de 106 kW.m^{-2} pour différentes durées d'expositions : a) 300 s, b) 600 s, c) 900 s.

On remarque une zone centrale de forte délamination qui est repérée par des ellipses orange sur les coupes de la Figure 5-28. Cette délamination centrale est semblable à ce qui a été observé pour les échantillons de 2 mm d'épaisseur (Figure 5-18.b). L'échantillon de 3.5 mm exposé pendant 300 s présente également une forte délamination en face arrière, celle-ci est marquée par une flèche sur la Figure 5-28. La Figure 5-29 montre en détail les modifications subies par le composite. On définit le front de pyrolyse qui se situe entre les zones de résine et les zones de fibres sèches.

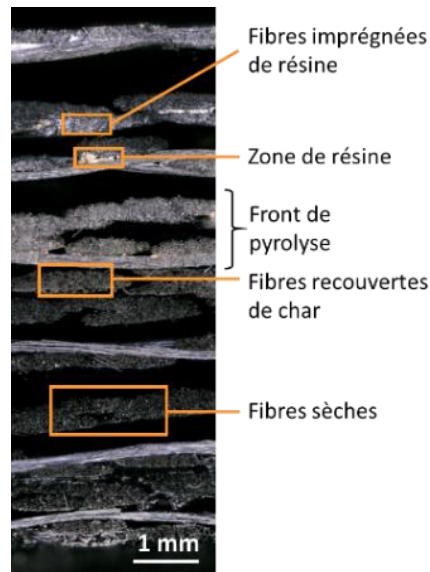


Figure 5-29 : Détails de l'image de microscopie d'un échantillon de C/PPS de 3.5mm après 300 s d'exposition (détail de la figure 5-28.a).

L'utilisation d'échantillons d'une épaisseur de 3.5 mm permet de réaliser une analyse numérique des images plus fine que pour les échantillons de 2 mm. Il est alors possible de suivre le front de pyrolyse et le gonflement des échantillons en fonction de la position le long de la tranche. Ces analyses numériques sont présentées dans la Figure 5-30, le front de pyrolyse est tracé en blanc. On retrouve, sur la Figure 5-30, les importantes cavités, surtout au centre des échantillons. Bien que l'échantillon exposé pendant 300 s présente déjà des cavités dans toute l'épaisseur, on remarque qu'il reste des résidus de résine et des paquets denses de fibres imprégnées de résine derrière le front de pyrolyse, comme le montre la Figure 5-29. Cette zone où il reste de la résine représente environ la moitié arrière de l'échantillon à 300s d'exposition. Sur les images prises après 600 s d'exposition, cette zone de résine représente environ quatre plis sur douze. On ne remarque pas d'évolution des porosités entre 600 s et 900 s, le front de pyrolyse semble également peu évoluer.

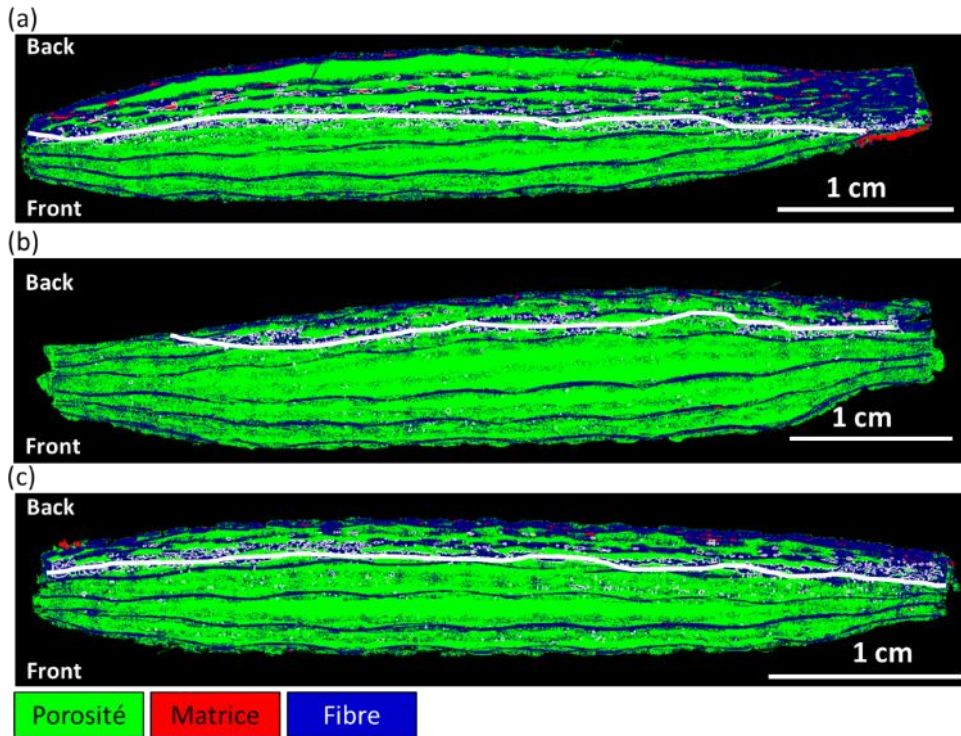


Figure 5-30 : Images en fausses couleurs présentant les porosités, les fibres, la matrice et le front de pyrolyse pour les échantillons de carbone/PPS de 3.5mm soumis à un flux de 106 kW.m^{-2} pour différentes durées d'exposition : a) 300 s, b) 600 s, c) 900 s.

La Figure 5-31 représente le gonflement relatif $(l_f - l_i)/l_i$ où l_i et l_f sont respectivement les écarts mesurés entre deux plis successifs pour un composite vierge et après exposition au flux de chaleur. Ces mesures permettent de confirmer le fait que le gonflement se fait principalement au milieu de l'échantillon, entre 1 et 2 mm. On retrouve également le gonflement observé en face arrière de l'échantillon exposé pendant 300 s.

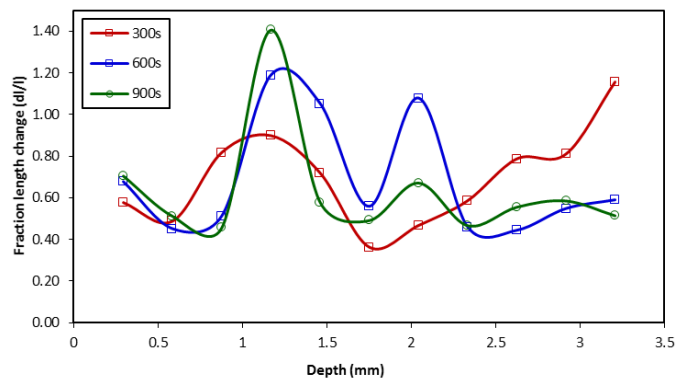


Figure 5-31 : Gonflement relatif des plis mesuré sur les images de microscopie pour différentes durées d'exposition.

En conclusion de ces essais, on retient que le comportement des échantillons épais est très similaire à celui des échantillons plus fins. Cela signifie que l'on retrouve, à $t = 300 \text{ s}$ pour les deux

épaisseurs, quelques plis en face arrière qui contiennent de la matrice fondue permettant encore la cohésion des torons de fibres. Ces plis cohésifs représentent trois plis sur sept pour les échantillons fins et quatre sur douze pour les échantillons épais. Les courbes de masses résiduelles et de températures en face arrière sont également similaires car, à 300 s, les échantillons ont une masse résiduelle de l'ordre de 90% et une température de 380 à 420 °C quelle que soit l'épaisseur. On peut conclure des températures en face arrière que l'épaisseur initiale de l'échantillon semble avoir une faible influence sur la capacité de barrière thermique du composite dégradé.

L'exposition au feu pendant 900 s pour les échantillons épais montre une phase qui semble stationnaire. C'est-à-dire que la température reste stable en face arrière et la position du front de pyrolyse ne bouge plus entre 600 et 900 s. On remarque que la masse résiduelle ne continue à diminuer que très lentement, autour de 1 à 2 g.m⁻².s⁻¹ après 400 s.

5.3.2 Influence du flux thermique

La série d'essais qui est présentée dans ce paragraphe vise à étudier le comportement des stratifiés carbone/PPS d'épaisseur 3.5 mm en fonction du flux thermique. Pour cela, une série de tests a été réalisée à un flux de 185 kW.m⁻² contre 106 kW.m⁻² précédemment, avec un temps d'exposition de 600 s. Les mesures de perte de masse et le MLR, pour les deux flux, sont comparés dans les Figure 5-32 et Figure 5-33. On remarque que les essais #7 et #8 avec un flux de 185 kW.m⁻² présentent une perte de masse très similaire à celle des essais à 106 kW.m⁻². Seul l'essai #11 montre une perte de masse rapide durant les 200 premières secondes. En conséquence, les taux de perte de masse moyennés sont eux aussi très similaires avec un maximum entre 100 et 200 secondes. On mesure une faible différence de masse résiduelle après 600 s avec 82±1% de masse résiduelle pour un flux de 185 kW.m⁻² et de 87±3% pour un flux de 106 kW.m⁻². Les mesures suggèrent un effet relativement faible d'une augmentation de flux sur la perte de masse.

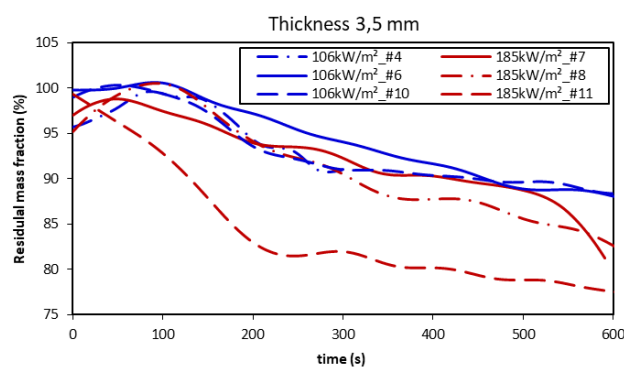


Figure 5-32 : Comparaison de la masse résiduelle pour les échantillons de C/PPS d'épaisseur 3.5mm soumis à deux flux : 106 et 185 kW.m⁻².

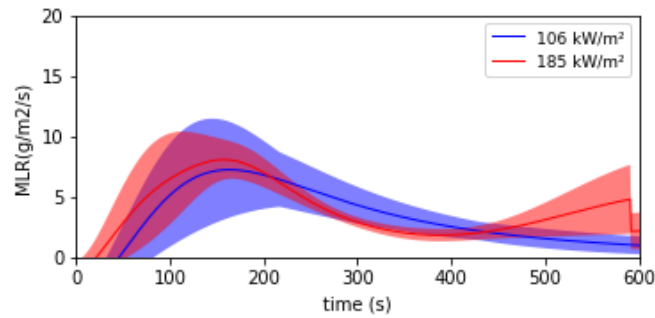


Figure 5-33 : Comparaison du MLR pour les échantillons de C/PPS d'épaisseur 3.5mm soumis à deux flux : 106 et 185 kW.m⁻² (moyenne et écart standard).

Les températures mesurées en face arrière (au centre de chaque échantillon) sont reportées dans la Figure 5-34. Dans la phase de montée en température, entre 0 et 30 s, les pentes dT/dt observées en face arrière sont quasiment les mêmes, indépendamment du flux imposé en face avant. Deux phénomènes permettent d'expliquer cette observation qui est, a priori, contre intuitive. D'une part, avec un flux élevé en face avant, la décomposition significative du matériau débute plus tôt, dès 20 s pour 185 kW.m⁻² au lieu de 50 s environ pour 106 kW.m⁻². On ne peut donc pas qualifier cette phase de purement conductive si le flux est important. D'autre part, le matériau composite étant thermiquement épais, la température en face arrière ne dépend pas linéairement du flux imposé en face avant.

On remarque également que deux des essais à 185 kW.m⁻² (#7 et #11) présentent des portions de courbes décroissantes entre 120 et 180 s. Comme expliqué précédemment, ces chutes rapides de température sont attribuées à l'apparition brusque de délaminations. Les mesures précédentes ont mis en avant ces chutes brusques de températures pour les essais à 106 kW.m⁻² sur des échantillons de 2 mm d'épaisseur. L'apparition de ce type de délaminations et leur influence sur la température en face arrière est difficile à quantifier avec un nombre d'essai restreint, mais avec un plus grand nombre de mesures, cela pourrait faire l'objet d'un traitement statistique étant donné son caractère qui semble aléatoire.

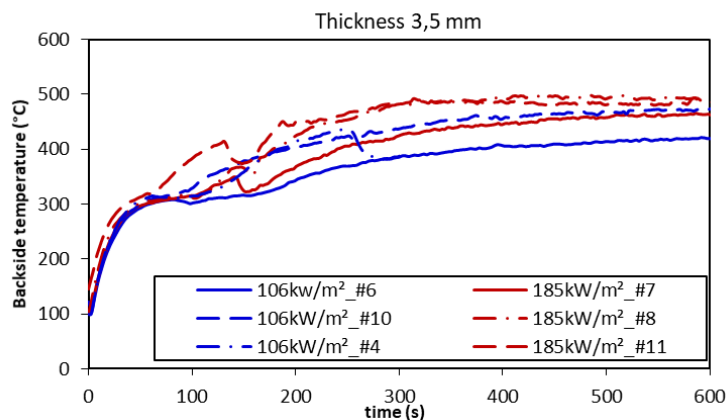


Figure 5-34 : Comparaison des températures en face arrière pour du C/PPS 3.5mm, entre un flux de 106 et de 185 kW.m⁻².

Les images faites au microscope optique sur les coupes post-mortem d'échantillons sont présentées Figure 5-35. Elles ne montrent pas de grandes différences dans la structure des échantillons en fonction du flux thermique. Cette observation est confortée par l'analyse numérique des images (Figure 5-36). Les deux échantillons présentent, près de la face exposée à la flamme, des fibres avec peu de char résiduel et de larges cavités entre les neuf à dix premiers plis. Les deux ou trois plis en face arrière (en haut des images) présentent de nombreuses cavités non coalescentes. Les torons qui composent ces plis sont maintenus par de la résine résiduelle dans les deux cas. L'analyse qui est reportée dans la Figure 5-36 montre que le front de pyrolyse se situe à la même position dans les deux cas.

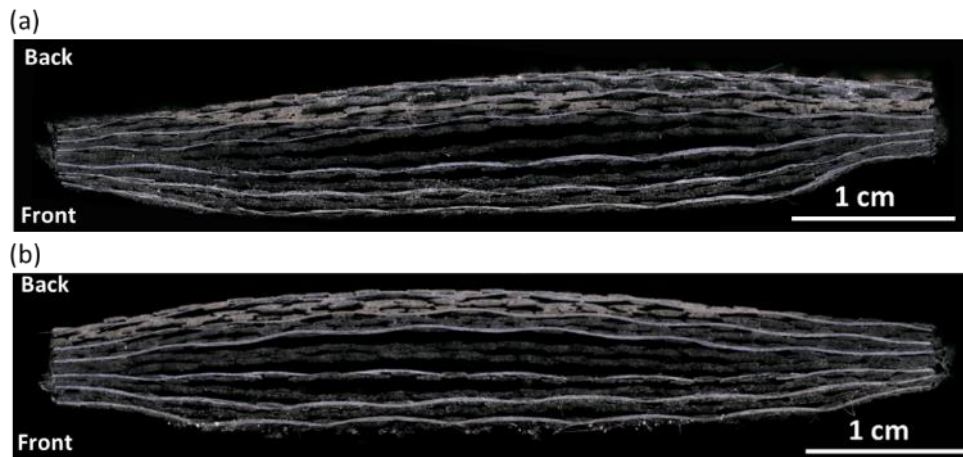


Figure 5-35 : Image au microscope d'échantillons de carbone/PPS soumis à deux flux thermiques différents pendant 600 s : a) 106 kW.m^{-2} , b) 185 kW.m^{-2} .

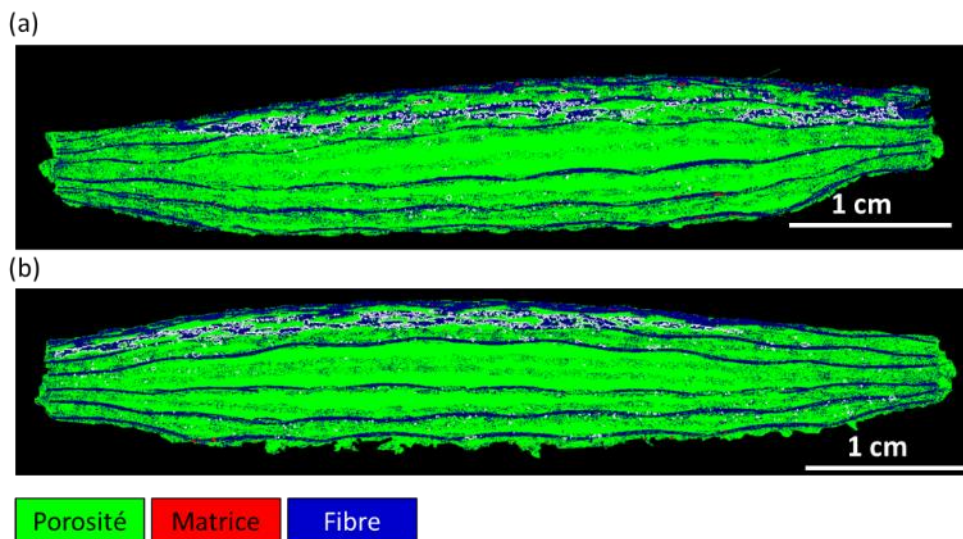


Figure 5-36 : Analyse numérique présentant porosités, fibre, matrice et front de pyrolyse pour les échantillons de carbone/PPS exposés pendant 600 s : a) 106 kW.m^{-2} , b) 185 kW.m^{-2} .

La comparaison des comportements de composites carbone/PPS à différentes épaisseurs montre que les mécanismes de dégradation sont les mêmes pour une exposition de 300 s. Dans les deux cas, on retrouve la présence de larges cavités au centre de l'échantillon qui agissent comme une barrière thermique. En conséquence, la température en face arrière est sensiblement la même, indépendamment de l'épaisseur, et inférieure à la température de pyrolyse de la résine PPS qui est de 480 °C. Les deux types d'échantillons présentent donc entre 2 et 4 plis dégradés mais encore imprégnés de résine fondue en face arrière. Les autres plis n'étant composés quasiment que de fibres sèches. On peut raisonnablement supposer de cette observation que les propriétés mécaniques résiduelles sont aussi sensiblement les mêmes, indépendamment du nombre de plis initial.

A épaisseur constante, une variation du flux thermique n'entraîne pas de différences majeures dans la structure pour une exposition longue. En revanche, les phénomènes de délamination brusques, qui sont caractérisés par une brusque chute de température en face arrière, semblent favorisés par un flux important en face avant.

L'augmentation du nombre de plis (entre 7 et 12) ou du flux (entre 106 et 185 kW.m⁻²) a une importance sur la tenue au feu du point de vue de la température en face arrière et de la décohésion des plis, mais uniquement pendant les premières secondes de l'agression.

5.4 Influence de l'orientation des fibres et du flux thermique sur la dégradation de composites carbone/époxy

Les mesures présentées dans ce paragraphe ont pour objectif l'étude de stratifiés couramment utilisés dans l'industrie aéronautique. Pour cela, deux stratifiés carbone/époxy de même composition, nommés CFRP ISO et CFRP UD, ont été étudiés. La différence entre les deux types d'échantillons étant l'orientation des fibres. Les plis des échantillons CFRP ISO sont orientés de façon quasi-isotrope, les échantillons CFRP UD sont unidirectionnels. Dans les deux cas, l'épaisseur des échantillons est de l'ordre de 4.5 mm. Pour des raisons de confidentialité, les références des résines et des fibres ainsi que l'orientation des plis ne peuvent pas être divulguées dans ce travail. Il est cependant essentiel de préciser que ces informations ne sont pas indispensables pour l'analyse qui va suivre.

Bien que de nombreuses études soient disponibles concernant le comportement de stratifiés carbone/époxy à des flux jusqu'à 75 kW.m^{-2} [33], [40], peu d'études considèrent des flux élevés [24], [44]. Les mesures réalisées permettent d'étudier l'influence d'un flux thermique supérieur à 100 kW.m^{-2} .

5.4.1 Influence de l'orientation des plis

Les résultats présentés dans ce paragraphe sont fournis par des tests réalisés sur les échantillons de types UD et ISO. Le flux thermique est de 116 kW.m^{-2} et la température du jet est de 1100 °C . Chaque essai est répété trois fois, et le graphique de la Figure 5-37 représente la valeur moyenne (lignes en trait plein) et l'écart type (bande de couleur).

Les deux types d'échantillons suivent quasiment la même courbe de température. On peut remarquer dans les deux cas un plateau autour de $T = 380 \text{ °C}$. Une température stationnaire est atteinte autour de $T = 460 \text{ °C}$ pour les échantillons ISO et 500 °C pour les échantillons UD. Dans le cas des échantillons UD, le premier plateau se produit après 60 s et l'état stationnaire est atteint après 180 s environ. Dans le cas des éprouvettes de type ISO, ces deux événements parviennent avec un retard de 30 s environ par rapports aux éprouvette UD. On remarque également une légère diminution de la température en face arrière entre 70 s et 100 s pour les échantillons UD contrairement aux échantillons ISO qui ne présentent aucune diminution de température. En fin d'essai, les échantillons ISO et UD présentent un faible écart de température (40 °C). Tranchard [44] observe les mêmes tendances pour des échantillons C/époxy ISO et UD. En revanche, les valeurs observées sont différentes, en particulier en fin de test : 300 °C pour la référence [44] et 500 °C dans cette étude. Ceci peut être expliqué par les différentes méthodes de mesures de la température, avec thermocouple collé pour la référence [44] et avec caméra IR dans cette étude.

Cette différence dans le comportement thermique entre composites UD et ISO est justifiée par une différence de conductivité thermique du stratifié en fonction de l'orientation des plis de carbone comme le montre Scott [127] pour des températures entre 25 °C et 125 °C . Cette différence de conductivité thermique dans l'épaisseur du matériau dépend également du taux de porosité résultant du procédé de fabrication. Or les travaux de la référence [127] montrent qu'une configuration ISO favorise l'apparition de porosités entre les plis lors de la consolidation. De plus, lors de l'agression thermique, une configuration ISO génère des contraintes thermomécaniques plus grandes en raison de l'anisotropie des fibres (contraction dans le sens de la longueur et extension dans le sens transverse). Ces contraintes thermomécaniques sont susceptibles de générer des fissures interlaminaires réduisant encore le coefficient de transfert thermique. On

observe le résultat de ces fissures interlaminaires sur la température en face arrière avec la légère diminution de température entre 70 et 100 s pour les échantillons UD.

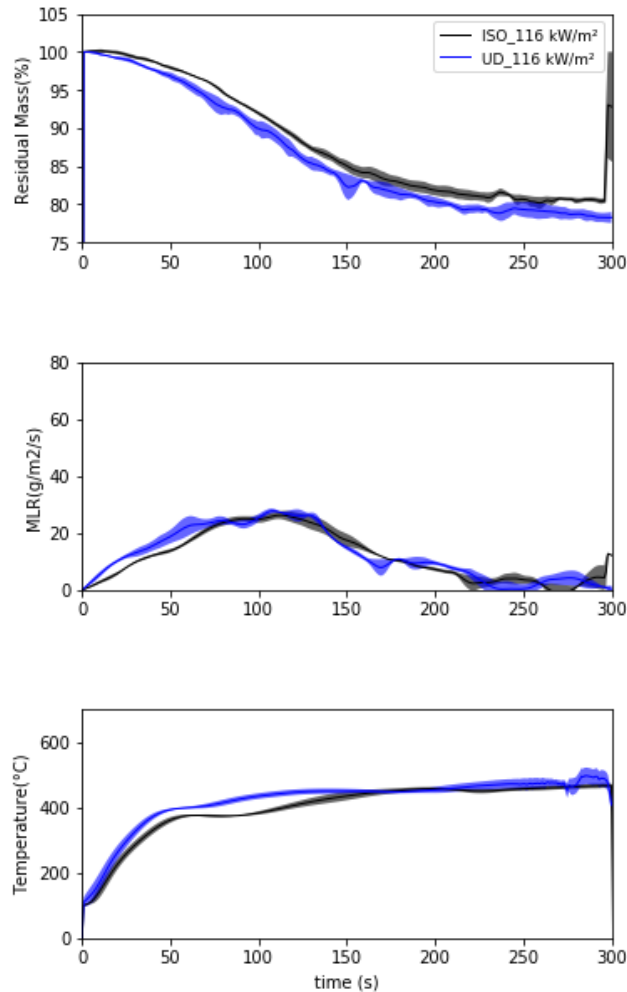


Figure 5-37 : Masse résiduelle, MLR et température en face arrière pour les CFRP ISO et CFRP UD soumis à un flux de 116 kW.m^{-2} .

La différence de températures en face arrière est accompagnée par une dégradation légèrement plus rapide des échantillons de type UD. Le maximum de MLR est atteint autour de 75 s et se maintient jusqu'à environ 130 s pour les UD. Dans le cas des échantillons ISO, ce maximum est atteint légèrement plus tard et se maintient jusqu'à 130 s également. Le taux de perte de masse maximum est sensiblement le même pour les deux types d'échantillons. De même, la perte de masse totale est proche pour les deux types d'échantillons avec $22.4 \pm 0.1\%$ pour les UD et $22.6 \pm 0.4\%$ pour les ISO.

La Figure 5-38 présente des clichés de la face arrière d'un échantillon CFRP ISO en cours de dégradation pour un flux thermique de 116 kW.m^{-2} . Aucune différence majeure n'est observée lors de la dégradation des échantillons de type UD pour les mêmes conditions de flux thermiques. Dans les deux cas, des « cloques » assez localisées apparaissent à la surface de l'échantillon autour

de 60 s à 100 s puis se transforment progressivement en striage généralisé de la surface. Ces déformations de la surface s'accompagnent d'un gonflement des éprouvettes. Un faible dégagement de fumées a lieu entre les instants $t=100$ s et $t=180$ s avec un maximum autour de 140 s. Aucune différence visible n'est à signaler lors de l'agression des échantillons UD dans les mêmes conditions de flux et de température.

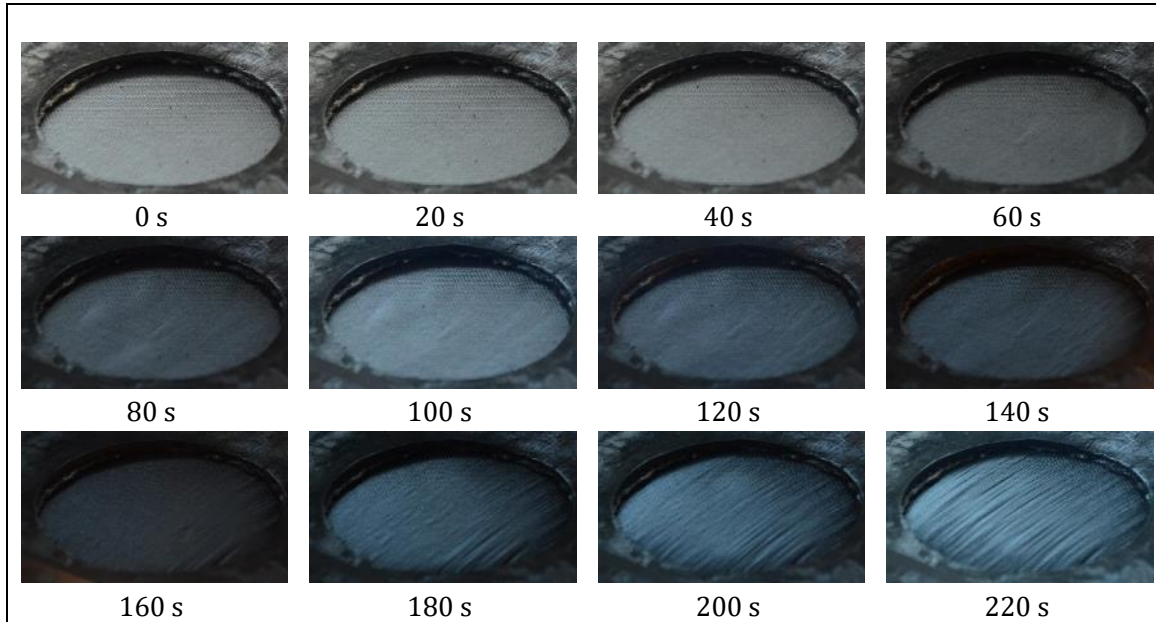


Figure 5-38 : Face arrière d'un échantillon CFRP ISO soumis au flux de 116 kW.m^{-2} .

5.4.2 Influence du flux thermique

Les résultats présentés dans ce paragraphe sont issus de tests réalisés sur les échantillons de types UD uniquement, afin d'étudier la réponse du matériau pour un flux de 200 kW.m^{-2} . Ces essais sont répétés deux fois. Les résultats de ces mesures sont comparés aux résultats précédents pour une agression thermique de 116 kW.m^{-2} .

La Figure 5-39 présente les mesures de masses résiduelles, le taux de perte de masse et la température pour les deux flux. Pour le flux de 200 kW.m^{-2} , on remarque en début d'essai, sur la courbe de masse résiduelle, une portion ascendante. Cette masse croissante est due à des difficultés de mesure en raison d'un échauffement de l'appareil de pesée et ne doit pas être interprétée autrement. La mesure de température pour le flux de 200 kW.m^{-2} est également affectée par un biais de mesure en fin de test, la caméra thermique saturant au-delà de $600 \text{ }^\circ\text{C}$.

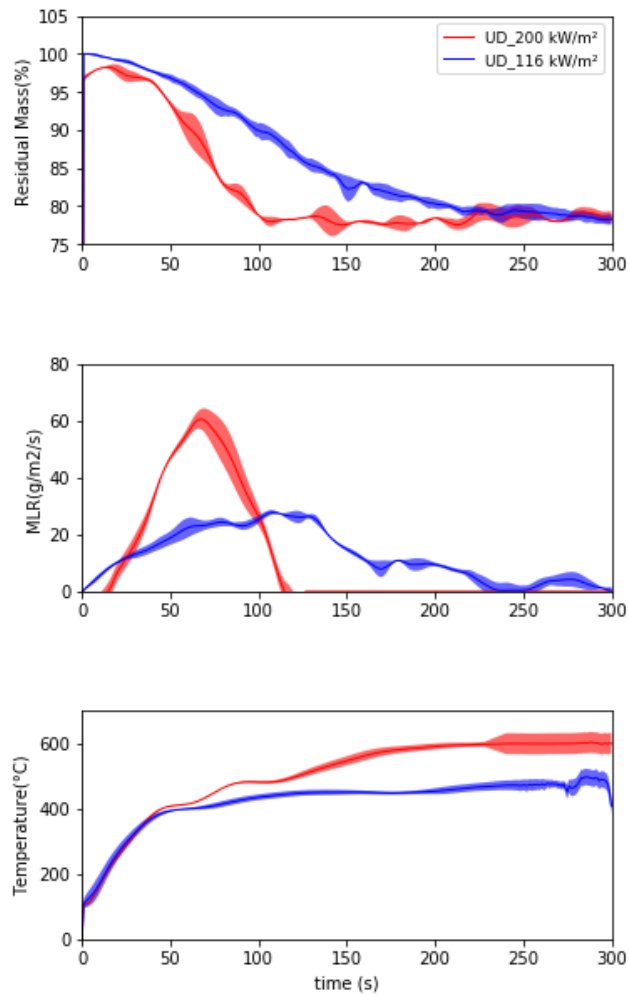


Figure 5-39 : Masse résiduelle, MLR et température en face arrière pour les échantillons CFRP UD soumis aux flux de 116 kW.m⁻² et 200 kW.m⁻².

Les courbes de masses résiduelles et de MLR montrent une dégradation bien plus rapide avec le flux de 200 kW.m⁻² par rapport au flux de 116 kW.m⁻². A fort flux, le pic de MLR est à 60 s et son maximum (avec 60 g.m⁻².s⁻¹) est bien plus important que le pic observé à 116 kW.m⁻². Les deux courbes de masses résiduelles atteignent la valeur de 77.5±0.4%. Cela s'explique par le fait que l'ensemble de la résine est dégradé en fin d'essai pour les deux flux. Avec 200 kW.m⁻², la masse résiduelle finale est atteinte dès 110 s alors que pour un flux de 116 kW.m⁻², la perte de masse se poursuit jusqu'à 220 s.

Les trente premières secondes des tests sont qualifiées de phase purement conductive pour le flux de 116 kW.m⁻² car le taux de perte de masse est encore faible et la température croît rapidement en face arrière. Cependant, on remarque que la montée en température est pratiquement la même pour la période de 0 à 30 s, indépendamment du flux imposé en face avant. De plus, les taux de perte de masse durant cette période atteignent 15 g.m⁻².s⁻¹, il semble donc pertinent qu'une part non négligeable de l'énergie thermique soit consommée par les réactions endothermique durant cette phase.

Après 30 s, les courbes de températures présentent des différences notables en fonction du flux thermique de l'agression. Les plateaux de dégradations à 400 °C puis 480 °C sont de courtes durées pour le flux de 200 kW.m⁻² et la température d'équilibre est plus élevée avec plus de 600 °C en face arrière en fin d'essai. L'apparition du premier plateau est attribuée à l'apparition de fissures interlaminaires combinées à une consommation d'énergie thermique par les réactions de pyrolyse. Ce plateau correspond temporellement au pic de MLR et il correspond également à la température de décomposition de l'époxy.

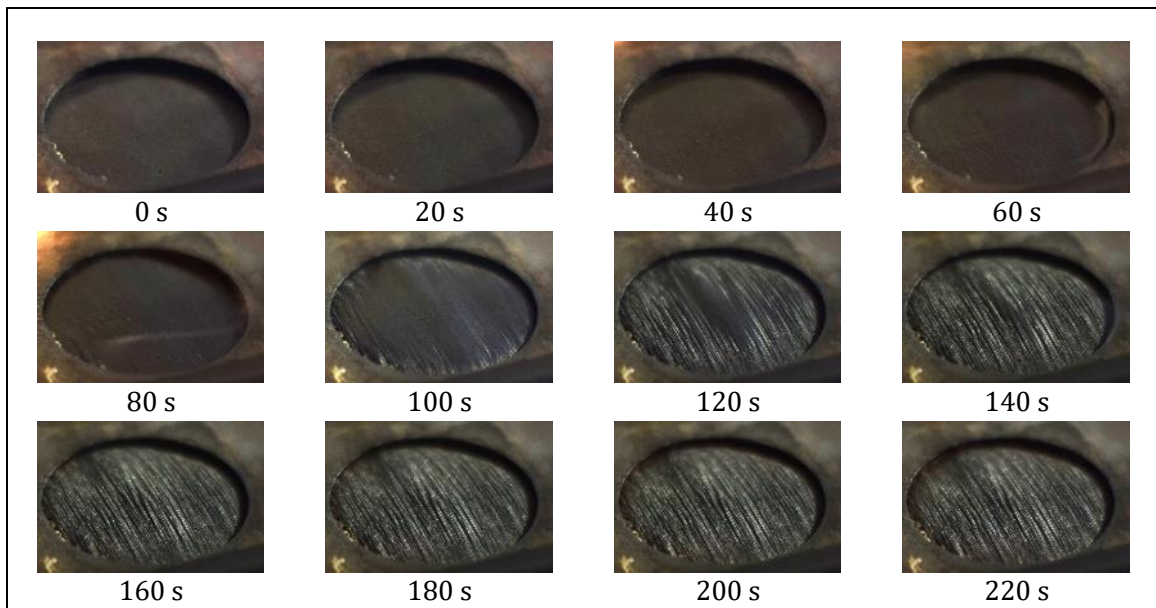


Figure 5-40 : Face arrière d'un échantillon CFRP UD soumis au flux de 200 kW.m⁻².

Les images de la face arrière acquises au cours de l'essai (Figure 5-40) montrent le même comportement que celui observé dans la Figure 5-38. L'apparition des endommagements sur la face arrière intervient plus tôt avec le flux de 200 kW.m⁻².

5.5 Simulations numériques

La modélisation multi-physique a été utilisée dans cette section afin d'analyser le comportement des matériaux composites soumis à la flamme du brûleur propane. Pour cette analyse, nous avons reproduit l'essai conduit sur les échantillons de carbone/époxy d'épaisseur 2 mm avec un flux thermique de 106 kW.m⁻².

Le solveur utilisé pour faire la simulation du transfert thermique en phase gaz couplé avec la pyrolyse est fireFOAM. Ce code de CFD open source est développé par la compagnie FM Global, il est basé sur la plateforme OpenFOAM et inspiré du solveur présenté précédemment chtMultiRegionFoam (Chapitre 4.2). fireFOAM permet de simuler les écoulements aux grandes échelles pour la modélisation de la propagation et de l'extinction des incendies.

5.5.1 Modélisation de la dégradation thermique des matériaux composites

La décomposition thermique est modélisée par une loi d'Arrhenius d'ordre n. Ce modèle correspond à l'option « irreversibleArrheniusSolidReaction » dans fireFOAM. Il décrit les réactions au moyen de quatre constantes que sont le coefficient préexponentiel A, la température d'activation T_a, l'ordre de réaction n et la température critique T_{crit} (équation 5-4). Le coefficient stœchiométrique de chaque réaction est fonction des densités des réactifs et des produits. Il est calculé par l'équation 5-8 afin de garantir la conservation de la masse.

La conduction thermique et la décomposition chimique dans le solide sont modélisées par une loi de conduction linéaire 1D suivant l'épaisseur, qui sera noté x, décrite par l'équation 5-2.

$$\text{Réactif} \rightarrow v \text{ Résidu solide} + (1 - v) \text{ Gaz de pyrolyse} \quad \begin{array}{l} \text{Réaction} \\ \text{solide} \end{array} \quad 5-1$$

$$\frac{\partial}{\partial t} (\bar{\rho} \bar{c}_p T) = \frac{\partial}{\partial x} \left(\bar{k} \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \sum_i \dot{m}'''_i \Delta H_i \quad \begin{array}{l} \text{Conservation} \\ \text{de l'énergie} \end{array} \quad 5-2$$

$$\dot{m}'''_{\text{gaz}} = \frac{\partial}{\partial t} (\bar{\rho} Y_{\text{réactif}}) \quad \begin{array}{l} \text{Conservation} \\ \text{de la masse} \end{array} \quad 5-3$$

$$\dot{m}'''_{\text{gaz}} = (\bar{\rho} Y_{\text{réactif}})_0 \left(\frac{\bar{\rho} Y_{\text{réactif}}}{(\bar{\rho} Y_{\text{réactif}})_0} \right)^n A \exp \left(\frac{-T_a}{T} \right); T > T_{\text{crit}} \quad \begin{array}{l} \text{Avancement} \\ \text{de la réaction} \end{array} \quad 5-4$$

Le solveur fireFOAM n'utilise pas une énergie d'activation mais une température d'activation qui est définie comme T_a = E_a/R. Les grandeurs $\bar{\rho}$, \bar{c}_p et \bar{k} sont décrites par une loi de mélange parallèle :

$$\bar{\rho} = \sum_{i=1}^M Y_i \rho_i \quad 5-5$$

$$\bar{c}_p = \sum_{i=1}^M Y_i c_{p,i} \quad 5-6$$

$$\bar{k} = \sum_{i=1}^M Y_i k_i \quad 5-7$$

On note que ce type de lois de mélanges est certainement précis en ce qui concerne la densité et la capacité calorifique, mais son application à la conductivité thermique peut être discutée. Les propriétés thermodynamiques et l'émissivité des constituants sont indépendantes de la température dans ce modèle. Les grandeurs k et ΔH_{pyro} pour la résine vierge et pour les fibres sont issues de la littérature [40], [140], le Tableau 5-3 résume celles-ci. La valeur de conductivité thermique pour le char est artificiellement réduite pour prendre en compte la formation des porosités rendant le matériau très peu conducteur. La valeur d'émissivité ε est extraite de la littérature, 0.9 correspondant généralement à la valeur d'émissivité à température ambiante pour le carbone/époxy, cette valeur est supposée inchangée après dégradation. Cette hypothèse est cohérente avec les observations de Boulet [63] faites à température ambiante sur des échantillons dégradés. Cependant, aucune mesure n'est disponible concernant l'émissivité en fonction de la température au-delà de 400 °C. Une attention particulière a été apportée à l'estimation des densités ρ_i et des coefficients stœchiométriques v , qui sont défini par l'équation 5-8, dans le but de retrouver, par le calcul, les masses mesurées avant les essais puis en fin d'essais.

$$v = \frac{\rho_{résidu}}{\rho_{réactif}} \quad 5-8$$

Tableau 5-3 : Propriétés thermodynamiques pour les constituants d'un composite carbone/époxy.

	Epoxy 8552	Fibre de carbone	Char	Gaz
Y_0	0.26	0.74	0	-
ρ (kg/m ³)	985	1215	150	1
k (W/m ² /K)	0.7	1	0.1	0.03
c_p (J/kg/K)	1300	950	1400	1000
ΔH_{pyro} (J/kg)	-822 000	-822 000	-422 000	-
ε	0.9	0.9	0.9	-

La dégradation de la matrice est décrite par une réaction en deux étapes et la dégradation des fibres de carbone par une réaction unique. Le schéma réactionnel est donné dans le Tableau 5-4.

Tableau 5-4 : Schéma réactionnel utilisé pour la décomposition du composite carbone/époxy.

k	Schéma réactionnel
1	Résine → 0.152 Char + 0.848 Volatiles
2	Char → Volatiles
3	Fibres → 0.989 Char + 0.011 Volatiles

Les constantes d'Arrhenius, données dans le Tableau 5-5, sont déterminées à partir de résultats d'ATG sous N₂ pour différentes vitesses de chauffe. Ces paramètres cinétiques sont déterminés par une méthode itérative afin de minimiser l'écart entre les résultats expérimentaux et le modèle 0D. La Figure 5-41 présente ces résultats pour des vitesses de chauffe de 5, 10 et 20 K.min⁻¹.

Tableau 5-5 : Constantes d'Arrhenius pour la dégradation du composite carbone/époxy (8552).

Réactif	Produits	A (s-1)	Ea (J/mol)	Ordre
Résine	Char + Gaz	2,79.10 ¹⁰	1,62.10 ⁵	4
Char	Gaz	2,08.10 ⁷	1,81.10 ⁵	1.28
Fibre	Gaz	4,37.10 ¹⁴	3,21.10 ⁵	1

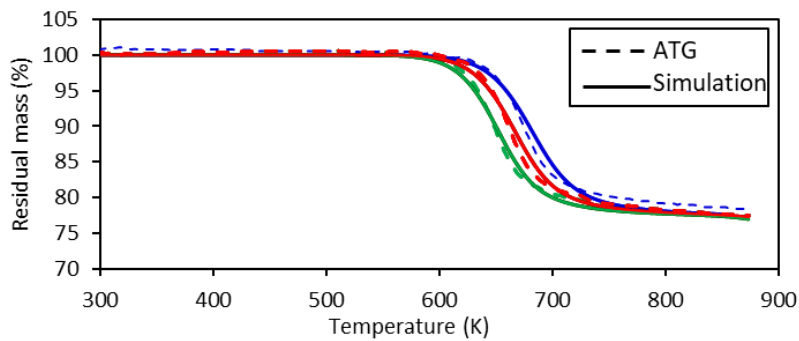


Figure 5-41 : Courbes de perte de masse en ATG sous N₂ et simulation 0D : (vert : 5 K.min⁻¹, rouge : 10 K.min⁻¹, bleu : 20 K.min⁻¹).

Dans ce modèle, on suppose que le transfert thermique avec l'extérieur ne se fait que par les faces avant et arrière du solide. La faible épaisseur du matériau permet, en effet, de supposer des échanges négligeables d'énergie par les côtés. Comme cela a été détaillé dans le paragraphe 4.2, le flux sur les faces extérieures du solide n'est pas imposé mais il est calculé au moyen d'un couplage du type Neumann-Dirichlet à l'interface fluide-solide. Le flux rayonné à la paroi est calculé par un modèle fv-DOM et le flux convectif est calculé directement en utilisant un maillage fin près de la paroi et un modèle de turbulence WALE. Ce type de configurations a été utilisé précédemment dans différents travaux avec le solveur fireFoam [116], [117].

Les mesures expérimentales faites par PIV proche de la paroi ne montrent aucune différence entre les profils de vitesses avec la plaque acier et avec l'échantillon de composite (voir paragraphe 4.1), il n'y a donc pas d'influence significative du dégazage sur l'écoulement. De plus les pertes de masse constatées pour les échantillons de 2 mm d'épaisseur sont au maximum de 0.025 g/s, en comparaison, le débit de gaz du brûleur est de plus de 3 g/s. Ceci nous permet de considérer que l'éjection des gaz de pyrolyse en face avant du composite peut être négligée du point de vue des échanges convectifs avec le fluide. Le choix est donc fait de négliger la combustion des gaz de pyrolyse, ce qui présente l'avantage d'accélérer les calculs (la prise en compte de la combustion turbulente en phase gazeuse ralentirait considérablement la simulation).

5.5.2 Modèle géométrique et maillage

La géométrie du domaine de calcul est semblable à celle présentée dans le paragraphe 4.2 pour la simulation du jet chaud impactant une plaque en acier. Les conditions limites appliquées au domaine défini dans la Figure 5-42 sont les mêmes que pour la simulation du cas non réactif. La différence majeure entre le modèle non réactif (plaque en acier) et le modèle réactif réside dans la modélisation de la dégradation du solide. Le modèle de pyrolyse implémenté dans le code de calcul fireFoam considère un transfert thermique unidirectionnel dans l'épaisseur du solide, les équations du modèle de CFD dans le domaine fluide sont résolues pour les trois dimensions comme le montre la Figure 5-42. Les interfaces entre le fluide et le solide permettent un transfert thermique conjugué sur les faces supérieures et inférieures, les bords de l'échantillon composites sont supposés adiabatiques. L'échantillon d'épaisseur 2 mm est discrétisé selon l'épaisseur en 10 cellules d'épaisseur $\Delta y = 0.2$ mm. La résolution spatiale du maillage dans le domaine fluide a fait l'objet d'une étude dans le cas non réactif. Cette étude a montré que le maillage nommé Medium donne de bons résultats pour le flux thermique avec un temps de calcul raisonnable.

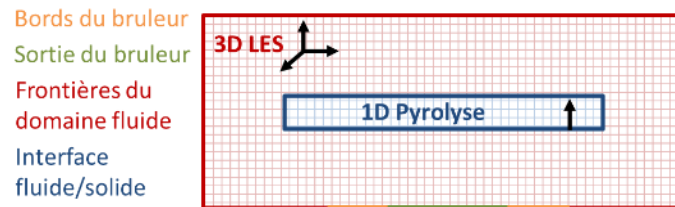


Figure 5-42 : Schéma des domaines de calcul et des frontières.

5.5.3 Application

La simulation numérique du transfert thermique conjugué et de la dégradation est faite pour une exposition de 100 s au jet impactant. La Figure 5-43 montre le champ de vitesses instantanées dans le jet impactant et la fraction massique de char pour un temps d'exposition de 10s. On retrouve les caractéristiques du jet impactant décrites dans le chapitre 4.

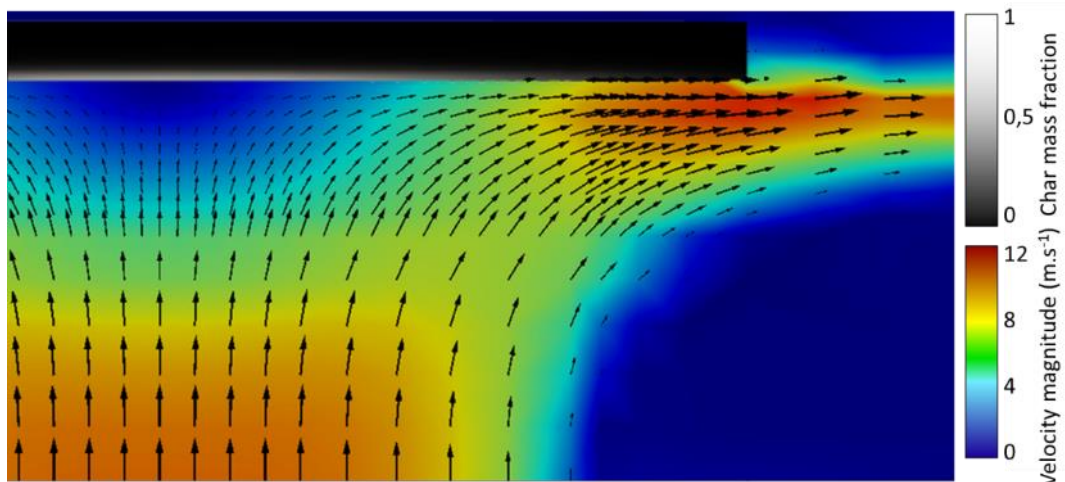


Figure 5-43 : Simulation numérique à $t = 10s$. Champs de vitesse instantanée et fraction massique de char.

Cette section présente les résultats obtenus dans le cas d'un composite carbone/époxy de 2 mm d'épaisseur avec un flux de 106 kW.m⁻². Le calcul est effectué sur une durée de 100 s. On a montré dans le chapitre 4 que le flux thermique net à la paroi peut s'exprimer : $q_{net} = \alpha q_i + h(T_j - T_w) - \sigma \epsilon_w T_w^4$ avec q_i le flux radiatif incident, T_j la température du jet et T_w la température de la paroi. Au sein du matériau, l'évolution de température est décrite par l'équation 5-2. Pour rappel, la combustion des volatiles est négligée dans cette simulation.

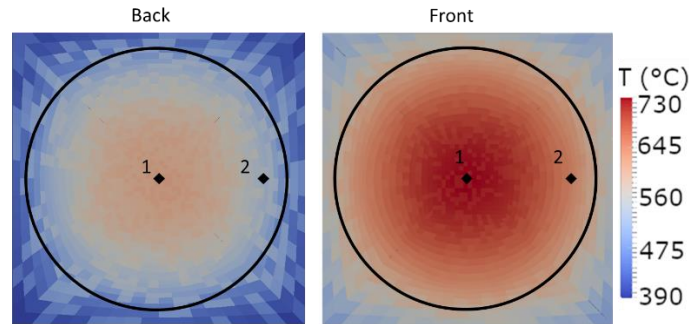


Figure 5-44 : Températures calculées en face avant et arrière d'un échantillon carbone/époxy pour $t=100s$.

L'analyse qui suit est faite en suivant l'évolution des températures en quatre points localisés sur les faces avant et arrière de l'échantillon (front1, front2, back1 et back2 sur la Figure 5-47). La position de ces points est représentée sur la Figure 5-44 avec les champs de température après 100 s d'agression. Les cercles noirs représentent les limites du porte échantillon.

La Figure 5-45 montre les températures mesurées et calculées au centre des échantillons en face arrière. La Figure 5-46 montre les températures en face arrière, au bord de l'échantillon. Sur la première figure, on retrouve le comportement décrit dans le paragraphe 5.2.3, c'est-à-dire une phase principalement conductive de 0 à 15 s suivie d'un premier plateau de 15 à 45 s. De 50 à 60 s la température calculée augmente rapidement au centre de l'échantillon, avant de se stabiliser autour de 610 °C. Cette température d'équilibre est légèrement surestimée par rapport à la valeur expérimentale qui est entre 500 et 600 °C. Cette différence est attribuable au modèle de conduction thermique qui ne considère pas la formation des pores qui jouent un rôle de barrière thermique. Néanmoins, pour compenser, une conductivité thermique très faible a été choisie pour le constituant char (voir Tableau 5-3). Cela permet de simuler avec un écart relativement faible l'évolution des températures en face arrière à l'équilibre thermique.

En comparant, sur la Figure 5-45 et sur la Figure 5-46, les courbes de températures au centre et au bord de l'échantillon, on remarque que les températures mesurées sont assez homogènes radialement alors que la simulation montre un gradient radial de l'ordre de 80 K.cm⁻¹. Ce gradient est également visible sur la Figure 5-44. Cette légère différence est due à l'utilisation d'un modèle 1D qui ne prend pas en compte les transferts dans le plan de l'échantillon, en particulier dus à la haute conductibilité thermique des fibres. Cette redistribution dans le plan de la température est mise en évidence expérimentalement dans la référence [140]. L'utilisation d'une source de chaleur homogène sur la surface exposée permet de réduire ce biais.

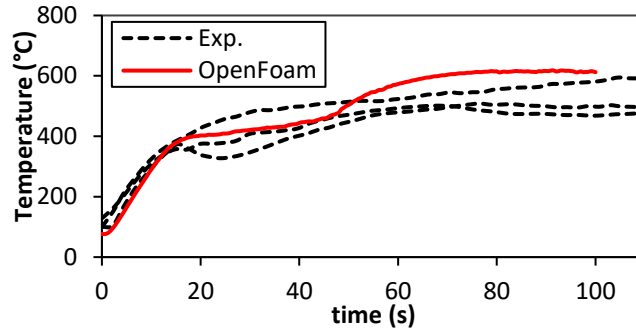


Figure 5-45 : Courbes de température en face arrière, au centre (Point 1).

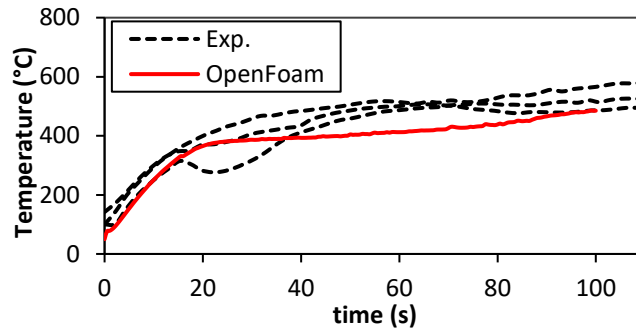


Figure 5-46 : Courbes de température en face arrière, au bord (Point 2).

La Figure 5-45 représente la température calculée au centre de la face arrière. Elle présente un plateau qui est suivi d'une augmentation de température entre 50 et 60 s. Cela est souvent expliqué par les réactions de pyrolyse endothermiques (plateau) suivit d'un dégagement de volatiles qui s'enflamment en face avant [44], dégageant de la chaleur (augmentation). Le modèle utilisé dans ce travail ne considère pas l'inflammation des gaz de pyrolyse, une autre explication de ce comportement est donc nécessaire. De plus, la température calculée sur le bord de l'échantillon ne présente pas ce comportement. La Figure 5-47 présente la température calculée en différents points sur les faces avant et arrière de l'échantillon. La Figure 5-48 donne les valeurs calculées et expérimentales des masses résiduelles et la Figure 5-49 les valeurs des taux de perte de masse surfacique. La comparaison de ces figures permet une étude détaillée du comportement thermique du composite lors de sa dégradation. On remarque que le plateau de température calculé entre 15 et 45 s, montré sur la Figure 5-45, correspond à un taux de perte de masse supérieur à $20 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ (voir Figure 5-49). On peut supposer que, durant cette phase, on a atteint un équilibre entre le flux de chaleur reçu en face avant et la chaleur consommée par la pyrolyse au sein du matériau. En conséquence, la température augmente en face avant mais quasiment pas en face arrière, ce qui entraîne un gradient thermique dans l'épaisseur. Quand la matrice est entièrement consommée dans l'épaisseur à $t = 45 \text{ s}$, la température augmente alors rapidement en face arrière. Après 60 s, l'équilibre est retrouvé et la température se stabilise. Sur le bord de l'échantillon, entre les points front 2 et back 2, le flux est plus faible (voir chapitre 4) et l'on n'observe donc pas ce phénomène de plateau puis d'augmentation.

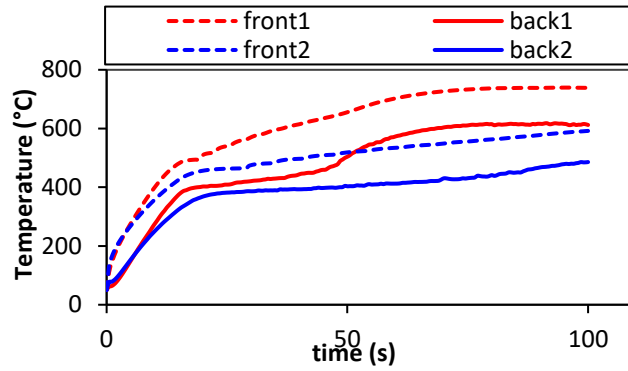


Figure 5-47 : Température calculée numériquement en différents points des faces avant et arrière de l'échantillon.

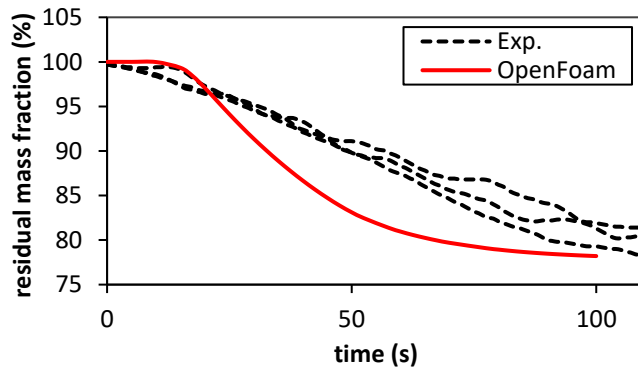


Figure 5-48 : Masse résiduelle calculée et expérimentale d'un carbone/époxy de 2 mm soumis à un flux thermique de 106 kW.m^{-2} .

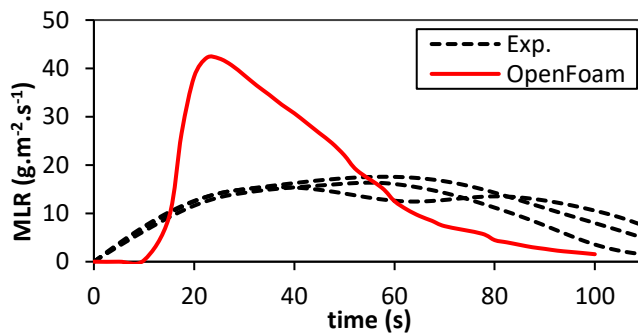


Figure 5-49 : MLR calculé et mesuré d'un carbone/époxy de 2 mm soumis à un flux thermique de 106 kW.m^{-2} .

Figure 5-48, le calcul de la masse résiduelle en fin d'essai correspond à la valeur mesurée. En revanche, l'évolution de cette masse au cours du temps et sa dérivée (Figure 5-49) présentent un écart relativement important avec les mesures expérimentales. Cet écart entre la mesure et la simulation est imputable au modèle de pyrolyse. En effet, les constantes cinétiques A , E_a et n sont issus de mesures d'ATG faites avec des vitesses de chauffe de l'ordre de 10 K.min^{-1} . Or les vitesses

de chauffe sont de l'ordre de 1000 K.min⁻¹ au début en face avant et de l'ordre de 100 K.min⁻¹ en face arrière pendant l'essai, comme le montre la Figure 5-50.

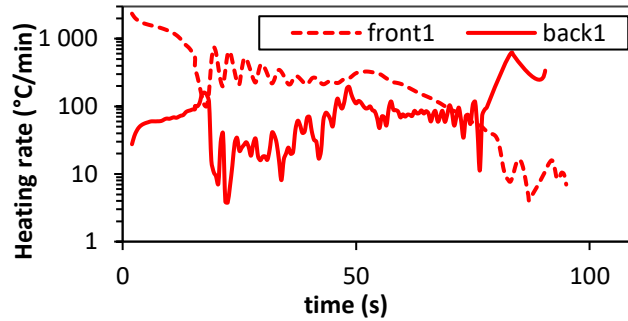


Figure 5-50 : Vitesse de chauffe pour les points front 1 et back 1.

La Figure 5-51 montre l'effet de la vitesse de chauffe sur la cinétique de pyrolyse pour un composite carbone/PPS.

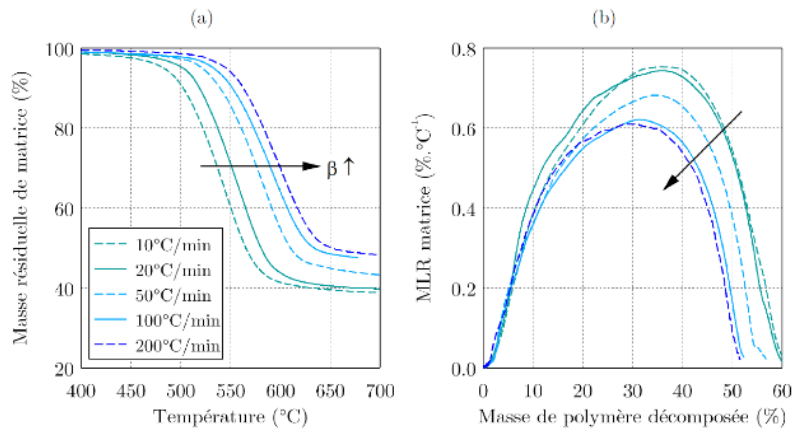


Figure 5-51 : Influence de la vitesse de chauffe sur la décomposition du C/PPS sous N₂ : a) masse résiduelle de matrice en fonction de la température, b) vitesse de décomposition de la matrice en fonction de sa masse décomposée [15].

La Figure 5-52 expose, pour des temps d'exposition de 30 s, 60 s et 90 s, l'évolution du front de pyrolyse calculée et les coupes d'échantillons avec le front tracé en rouge. Globalement, on observe un bon accord entre l'évolution du front calculée et les observations expérimentales. On remarque tout de même une différence à 30 s puisque le front n'a pas atteint la face arrière sur la simulation, alors que c'est le cas lors de l'expérience.

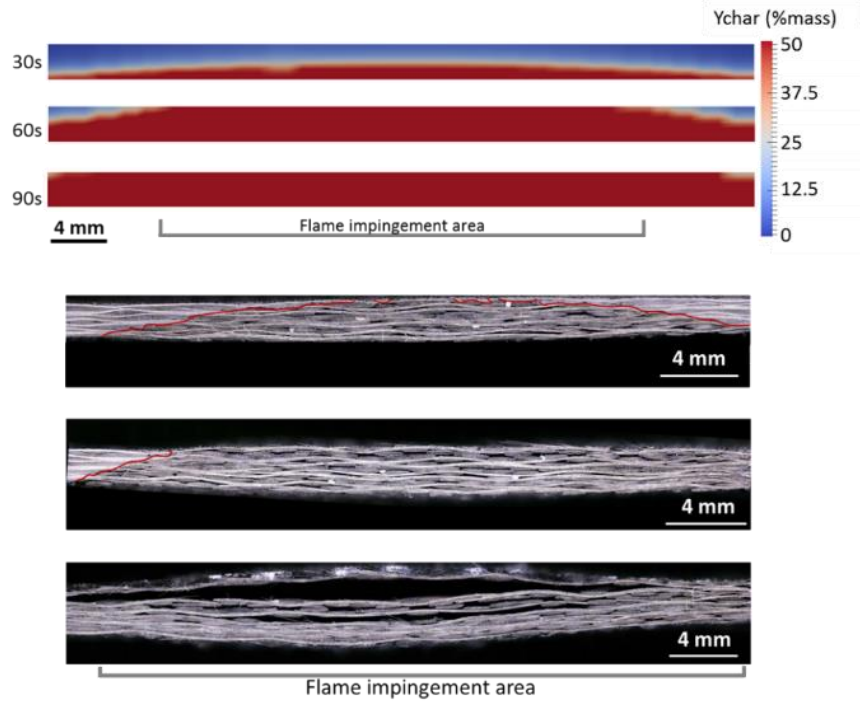


Figure 5-52 : Evolutions du front de pyrolyse calculées et observées expérimentalement.

5.6 Bilan du chapitre 5

La première partie de ce chapitre présente des essais effectués dans l'objectif de comprendre l'impact de différentes conditions imposées aux bords de l'échantillon en termes de serrage et d'isolation thermique. Lors des essais sans isolation thermique des bords, un échappement de gaz inflammables est observé sur la tranche des échantillons. Concernant le serrage de l'échantillon, les pressions exercées par les vis de serrage étant relativement faibles, aucune différence n'a été observée pour les différents essais. En revanche, l'isolant thermique semble jouer un rôle de barrière étanche pour les gaz de pyrolyse. En présence de l'isolant sur les bords, aucun dégazage n'est observé sur les bords. La rétention des gaz de pyrolyse amplifie le gonflement de l'échantillon. Finalement, la face arrière de l'échantillon se fissure, les gaz de pyrolyse s'échappent par la face arrière et ils s'enflamment. Étonnamment, la perte de masse ne semble que très peu affectée par cet enchaînement de réactions : rétention des gaz puis inflammation en face arrière. Cette expérience montre qu'il est important d'étudier la résistance au feu des assemblages et pas uniquement des matériaux seuls. En effet dans ce cas, la seule présence d'une isolation thermique sur le bord déclenche une inflammation de la face arrière par effet de blocage des gaz de pyrolyse.

La seconde partie du chapitre détaille l'étude comparative menée sur différents matériaux composites à résines époxy et PPS [135]. Cette étude est basée sur les mesures de pertes de masse, de températures et sur les observations au microscope des coupes post-mortem. Concernant le matériau à résine époxy, ce travail permet de confirmer, pour des renforts tissés 2D, les mécanismes de dégradations déjà observés pour des composites non tissés [21], [24], [140]. Ce travail permet également de mettre en évidence des mécanismes différents lors de la dégradation de composites à matrice PPS. On observe, par exemple le maintien de la résine fondue au sein des torons en face arrière même pour des niveaux d'agression très élevés (185 kW.m^{-2}), confirmant des observations déjà faites pour des flux plus faibles [18]. De plus, à l'échelle macroscopique, on observe la formation de grandes porosités au sein des composites carbone/PPS. La zone de résine résiduelle joue un rôle majeur dans la rétention des gaz de pyrolyse et dans la formation de larges porosités. À l'issue de ces tests, nous sommes capables de proposer des schémas de dégradation spécifiques à chaque matériau (voir Figure 5-23).

Des essais complémentaires ont été effectués avec des échantillons de carbone/PPS plus épais et avec des flux plus importants. Ces essais ont permis de conclure que l'augmentation d'épaisseur de 2 mm à 3,5 mm n'a une influence sur la température en face arrière que pendant les premières secondes de l'agression thermique. À la fin des essais, les échantillons atteignent quasiment la même température d'équilibre en face arrière.

Pour une même épaisseur, l'augmentation de flux thermique conduit logiquement à une dégradation plus rapide. En fin d'essai, la température est également plus élevée en face arrière. Pour les deux types de résines étudiées, l'augmentation du flux thermique conduit à une accentuation des délaminations thermomécaniques. Ces délaminations provoquent des courtes baisses de températures en face arrière.

Enfin, les essais effectués avec différentes orientations de fibres pour le carbone/époxy confirment les observations déjà faites dans les références [44], [127]. Une orientation ISO favorise l'apparition de délaminations thermomécaniques.

La simulation numérique présentée dans ce chapitre permet d'apporter des informations complémentaires concernant l'évolution des températures et des différents constituants dans le matériau. Malgré les limitations du modèle utilisé qui est unidirectionnel et qui ne permet pas le calcul direct des porosités. Le choix d'une conductivité thermique volontairement faible pour l'élément char permet de modéliser les porosités qui jouent un rôle majeur dans le comportement thermique du matériau. La comparaison des résultats numériques avec l'expérience est encourageante. Les températures calculées en face arrière correspondent aux températures mesurées et l'évolution du front de pyrolyse est représentative des images de microscopie. Cependant, la perte de masse simulée est plus rapide que ce qui a été mesuré. Un effort doit encore être porté sur la simulation de la cinétique chimique. On peut penser que l'utilisation de courbes de TGA faites avec des vitesses de chauffes plus grandes permettrait un meilleur accord entre mesures et simulations pour des flux thermiques élevés.

Conclusions et perspectives

L'objectif principal de ce travail était la caractérisation des matériaux composites soumis au feu. Pour déterminer les facteurs clés de cette caractérisation, une étude bibliographique a été menée. Celle-ci a permis de conclure sur l'intérêt d'effectuer des mesures à une échelle intermédiaire avec des échantillons de quelques centimètres. Les simulations numériques jouent également un rôle majeur dans les différentes étapes de conception des matériaux. Pour ce travail, une confrontation entre mesures et simulations a donc été envisagée afin de vérifier le comportement thermo-chimique prédit par les modèles.

Le brûleur utilisé pour effectuer les essais a été prêté par l'institut Pprime et a déjà été utilisé dans le cadre du projet européen AircraftFire. Lors de ces essais, les mesurandes relevées étaient la masse et la température. Il nous a semblé également primordial de s'intéresser à l'allure des dégradations au sein du matériau. Pour cela, nous avons choisi de procéder à des coupes post-mortem sur les échantillons dégradés puis à des observations au microscope.

La compréhension du phénomène de dégradation des matériaux composites nécessite une détermination précise des flux thermiques appliqués à la surface du matériau et, en particulier, une quantification des parts radiative et convective du flux pariétal. Pour cela, il a été choisi de procéder à des mesures de vitesse par PIV et de température par thermocouple fin.

Enfin, l'étude bibliographique nous a permis d'identifier le logiciel OpenFoam qui a été utilisé dans le volet numérique de ce travail. Ce logiciel open source permet de modéliser les transferts de masse et de chaleur entre les domaines fluide et solide en considérant les réactions chimiques de pyrolyse dans le solide.

Avant d'entamer les mesures de dégradation des matériaux composites, nous avons entrepris une caractérisation fine du jet chaud généré par le brûleur (mesure des vitesses, des températures et du flux thermique de l'écoulement). Ces mesures permettent, notamment, de déterminer les parts radiative et convective du flux pariétal. A l'issue de ces mesures, nous pouvons conclure que, pour un flux de 106 kW.m^{-2} , la part rayonnée est de 21%. Ce flux rayonné provient majoritairement du rayonnement des parois chaudes du brûleur. Dans la configuration étudiée, le coefficient de transfert convectif est de l'ordre de $65 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Ces informations sont particulièrement importantes pour les simulations. En effet, le développement de modèles numériques performants est conditionné par l'application des bonnes conditions limites thermiques.

Des mesures de vitesses par PIV à la surface de différents matériaux composites en cours de décomposition ont ensuite été réalisées. Ces mesures ont montré que les gaz de pyrolyse n'ont pas d'influence significative sur l'écoulement du jet en proche paroi. Cette observation permet d'affirmer que, dans une configuration de flamme de jet impactant, l'éjection de gaz de pyrolyse vers la surface impactée ne modifie pas le flux thermique.

Dans une première approche, nous avons modélisé numériquement le dispositif d'agression à l'aide du solveur chtMultiRegionFoam de OpenFoam. Les calculs de flux dans le cas du jet chaud impactant une paroi non réactive donnent des résultats en accord satisfaisants avec les mesures. En effet, cette simulation permet de retrouver, par le calcul, les profils de vitesses et de températures expérimentaux. Il permet également de calculer les flux radiatif et convectif à la

paroi. Ce dernier point nécessite néanmoins de porter une attention particulière au modèle de paroi utilisé. Le modèle de turbulence WALE combiné avec un maillage fin en proche paroi a été utilisé ici. Il est recommandé de placer au moins quatre mailles dans la couche limite thermique.

Dans la configuration choisie pour les travaux expérimentaux, le flux thermique est appliqué sur l'ensemble de l'échantillon. Ce choix présente un inconvénient car il est difficile de maîtriser parfaitement les conditions sur la tranche des échantillons. Pour comprendre l'influence des flux de chaleur et de masse sur la tranche, nous avons procédé à des expériences avec et sans isolation thermique des bords. Ces expériences montrent que l'isolant joue surtout un rôle de barrière pour les gaz de pyrolyse. Ce blocage déclenche un gonflement de l'échantillon puis une inflammation de la face arrière. Étonnamment, la perte de masse ne semble que très peu affectée par cet enchaînement de réactions.

Une étude a été menée sur différents matériaux composites à résines époxy et PPS. Elle a permis de mettre en évidence des mécanismes différents lors de la dégradation de composites à matrice PPS et époxy. On observe, par exemple, le maintien de la résine fondue au sein des torons en face arrière même pour des niveaux de flux très élevés ($185 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$) pour le carbone/PPS. La zone de résine résiduelle joue un rôle majeur dans la rétention des gaz de pyrolyse et dans la formation de larges porosités. Nous avons également remarqué que l'augmentation de l'épaisseur du matériau n'a que très peu d'influence sur le comportement thermique du carbone/PPS. En fin d'essai, la température en face arrière est la même pour les deux épaisseurs. Enfin, les essais effectués avec différentes orientations de fibres pour le carbone/époxy confirment les observations déjà faites dans les références [44], [127]. On observe qu'une orientation ISO favorise l'apparition de délaminations thermomécaniques.

La simulation numérique effectuée avec une paroi inerte a d'abord été développée pour ensuite inclure une paroi réactive. Nous avons reproduit par le calcul un essai fait sur un échantillon de composite carbone/époxy. Les modèles de conduction thermique et de pyrolyse considérés sont réduits à une dimension dans le solide. Ils permettent une bonne approximation des températures dans le matériau et une bonne prédiction concernant l'avancement du front de pyrolyse. Ces bons résultats sont conditionnés par l'application de conditions limites mesurées précisément. En revanche, le modèle utilisé produit des résultats améliorables concernant la perte de masse.

En conclusion, l'ensemble des mesures effectuées sur les matériaux composites montre l'intérêt de ce type de bancs d'essais. Il permet de conduire des études paramétriques en explorant différentes densités de flux représentatives des conditions de feux qui peuvent être rencontrées dans l'aéronautique, jusqu'à $200 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$.

L'étude du PPS à renforts en fibres de carbone dans des conditions adverses, faible épaisseur et flux thermique élevé, montre son efficacité comme barrière au feu. Dans les cas étudiés, le matériau présente une température en face arrière inférieure à la température de pyrolyse de la résine, contrairement aux matériaux à résine époxy.

Des efforts ont été apportés pour caractériser finement l'écoulement de jet avec une métrologie optique avancée. D'une part, cela a permis de confirmer l'influence limitée des gaz de pyrolyse sur l'écoulement. D'autre part, cela a permis de comparer les mesures pour la dégradation thermiques avec la simulation en vérifiant la justesse des conditions limites imposées.

Conclusions et perspectives

Ce travail de thèse présente des résultats encourageants et ouvre la voie à différentes perspectives que l'on peut classer en deux catégories : expérimentale et numérique.

Sur le plan expérimental, le montage utilisé présente plusieurs axes d'améliorations. La position verticale du brûleur rend la mesure de masse relativement compliquée, d'autant plus que les pertes de masses sont faibles. La mesure de température en face arrière n'est possible que via un miroir. Il serait donc judicieux de positionner le brûleur horizontalement.

Le choix du propane comme combustible apporte une facilité d'usage mais peut être sujet à débat. Le développement d'un brûleur de dimensions semblables fonctionnant avec du kérozène a donc été envisagé pour les prochains travaux [119].

L'étude bibliographique et les observations faites au cours de ce travail montrent que les aspects thermiques et mécaniques de la dégradation sont fortement liés. L'étude des matériaux sous contraintes thermomécaniques semble donc indispensable. Les expériences du paragraphe 5.1 montrent également l'influence des conditions limites sur le résultat des essais. Cela permet de supposer que les techniques d'assemblage ont une influence majeure sur la résistance au feu d'une pièce en composite.

Pour les futurs essais de résistance au feu, un compromis doit donc être trouvé entre des essais relativement complexes qui prennent en compte un assemblage soumis à des contraintes thermiques et mécaniques comme celui de la référence [141] et des essais à petite échelle permettant une bonne maîtrise des conditions expérimentales.

Concernant la simulation, le module de dégradation thermique du solveur fireFoam, utilisé pour l'analyse thermo-chimique, n'est pas généralisé en 3D, ce qui présente une limitation majeure. De plus, la cinétique des gaz et la pression interne ne sont pas prises en compte dans le solide. Enfin, la résolution des déformations et contraintes mécaniques par la méthode des éléments finis n'est pas possible avec le code OpenFoam. L'utilisation d'un solveur multi-physique plus complet est donc à envisager. Par exemple, la suite de logiciels ABAQUS permet de prendre en compte les aspects mécaniques, thermiques et chimiques mais le couplage fluide/solide n'est pas évident. Le solveur PATO, développé sur la plateforme OpenFoam, est indiqué pour une simulation thermo-chimique en 3D dans le solide, mais il n'est pas adapté aux calculs mécaniques par élément finis.

Bibliographie

- [1] A. P. Mouritz, "Fire Safety of Advance Composite for Aircraft," Australian Transport Safety Bureau, 2006.
- [2] J. G. Quintiere, R. N. Walters, and S. Crowley, "Flammability Properties of Aircraft Carbon-Fiber Structural Composite," Federal Aviation Administration, 2007.
- [3] J. A. Hubbard, A. L. Brown, A. B. Dodd, S. Gomez-Vasquez, and C. J. Ramirez, "Carbon fiber composite characterization in adverse thermal environments," *SANDIA report*, vol. Report no. SAND2011-2833, 2011.
- [4] J. M. Most, "Fire Risk Assessment and Increase of Passenger Survivability," 2014.
- [5] U. P. Breuer, *Commercial aircraft composite technology*. Springer, 2016.
- [6] C. Jacques, "Les composites en aérospatiale," *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM5645, 2002.
- [7] J. Berthelot, *Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures*, Lavoisier. Paris, 2005.
- [8] P. Combette and I. Ernoult, *Physique des polymères*, Hermann. Paris, 2005.
- [9] C. Vagner, M. Cochez, H. Vahabi, and M. Ferriol, "Chimie de la combustion des polymères et ignifugation," *Techniques de l'ingénieur*, 2016.
- [10] "Hexcel® HexPly® 8552 Epoxy Matrix."
- [11] R. Vodicka, "Thermoplastics for airframe applications: a review of the properties and repair methods for thermoplastic composites," Citeseer, 1996.
- [12] J. Aucher, "Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable," Thèse de doctorat, INSA de Rouen, Rouen, 2009.
- [13] C. M. Ma, H. Hsia, W. Liu, and J. Hu, "Studies on Thermogravimetric Properties of Polyphenylene Sulfide and Polyetherether Ketone Resins and Composites," *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 1, no. 1, pp. 39–49, 1988.
- [14] M. Chabchoub, "Contributions to the fracture mechanics of thermoplastic composite materials at high temperature: experimental and numerical analyzes," Normandy university, Rouen, 2018.
- [15] Y. Carpier, "Contribution à l'analyse multi-échelles et multi-physiques du comportement mécanique de matériaux composites à matrice thermoplastique aux températures extrêmes," Thèse de doctorat, Normandie Université, 2018.
- [16] V. Biasi, "Modélisation thermique de la dégradation d'un matériau composite soumis au feu," Thèse de doctorat, ISAE, Toulouse, 2014.
- [17] E. Guillaume, "Modélisation de la décomposition thermique des matériaux en cas d'incendie," *Techniques de l'ingénieur*, vol. base documentaire : TIB583DUO, 2013.
- [18] B. Vieille, A. Coppalle, C. Keller, M. Garda, Q. Viel, and E. Dargent, "Correlation between post fire behavior and microstructure degradation of aeronautical polymer composites," *Materials & Design*, vol. 74, pp. 76–85, 2015.
- [19] B. Y. Lattimer and J. Ouellette, "Properties of composite materials for thermal analysis involving fires," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 7, pp. 1068–1081, 2006.
- [20] A. P. Mouritz and A. G. Gibson, *Fire Properties of Polymer Composite Materials*. Springer Netherlands, 2007.

Bibliographie

- [21] P. Tranchard, F. Samyn, S. Duquesne, B. Estèbe, and S. Bourbigot, "Modelling Behaviour of a Carbon Epoxy Composite Exposed to Fire: Part II—Comparison with Experimental Results," *Materials*, vol. 10, no. 5, p. 470, 2017.
- [22] S. Timme, V. Trappe, M. Korzen, and B. Schartel, "Fire stability of carbon fiber reinforced polymer shells on the intermediate-scale," *Composite Structures*, vol. 178, pp. 320–329, Oct. 2017.
- [23] J. E. J. Staggs, "Heat and mass transport in developing chars," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 82, no. 2, pp. 297–307, Jan. 2003.
- [24] G. Leplat, C. Huchette, and V. Biasi, "Thermal and damage analysis of laser-induced decomposition within carbon/epoxy composite laminates," *Journal of Fire Sciences*, vol. 34, no. 5, pp. 361–384, 2016.
- [25] A. P. Mouritz *et al.*, "Review of fire structural modelling of polymer composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 12, pp. 1800–1814, 2009.
- [26] T. Tian and K. D. Cole, "Anisotropic thermal conductivity measurement of carbon-fiber/epoxy composite materials," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 55, no. 23, pp. 6530–6537, Nov. 2012.
- [27] J. P. Fanucci, "Response of radiantly heated Kevlar and graphite/epoxy composites," *journal of composite materials*, vol. 21, pp. 129–139, 1987.
- [28] Y. I. Dimitrienko, "Thermomechanical behaviour of composite materials and structures under high temperatures: 1. Materials," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 28, no. 5, pp. 453–461, Jan. 1997.
- [29] Y. I. Dimitrienko, "Thermomechanical behaviour of composite materials and structures under high temperatures: 2. Structures," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 28, no. 5, pp. 463–471, Jan. 1997.
- [30] J. Florio, J. B. Henderson, F. L. Test, and R. Hariharan, "A study of the effects of the assumption of local-thermal equilibrium on the overall thermally-induced response of a decomposing, glass-filled polymer composite," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 34, no. 1, pp. 135–147, Jan. 1991.
- [31] V. Muralidharan, C. Hui, V. R. Krishnan, and K. D. Papoulia, "A flow through porous media model for pore pressure during heating of polymer–matrix composites," *Composites Science and Technology*, vol. 66, no. 10, pp. 1409–1417, Aug. 2006.
- [32] Yu. I. Dimitrienko, *Thermomechanics of composite structures under high temperatures*. Dordrecht: Springer, 2016.
- [33] M. McKinnon, Y. Ding, S. I. Stoliarov, S. Crowley, and R. Lyon, "Pyrolysis model for a carbon fiber/epoxy structural aerospace composite," *Journal of Fire Sciences*, 2016.
- [34] C. Lautenberger, G. Rein, and C. Fernandez-Pello, "The application of a genetic algorithm to estimate material properties for fire modeling from bench-scale fire test data," *Fire Safety Journal*, vol. 41, no. 3, pp. 204–214, Apr. 2006.
- [35] S. Bourbigot and X. Flambard, "Heat resistance and flammability of high performance fibres: a review," *Fire and materials*, vol. 26, pp. 155–168, 2002.
- [36] "Toray Cetex TC1100 PPS data sheet."
- [37] M. Giorgio, P. Concetto, and S. Filippo, "Primary thermal degradation processes occurring in poly(phenylenesulfide) investigated by direct pyrolysis–mass spectrometry," *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, vol. 32, no. 10, pp. 1807–1815, 1994.
- [38] O. A. Peters and R. H. Still, "The thermal degradation of poly(phenylene sulphide)—Part 1," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 42, no. 1, pp. 41–48, Jan. 1993.
- [39] R. Lyon, "Polymer flammability," *Office of aviation research*, Washington D.C., 2005.

Bibliographie

- [40] J. Zhang, M. A. Delichatsios, T. Fateh, M. Suzanne, and S. Ukleja, "Characterization of flammability and fire resistance of carbon fibre reinforced thermoset and thermoplastic composite materials," *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, vol. 50, pp. 275–282, Nov. 2017.
- [41] T. Rogaume, "Thermal decomposition and pyrolysis of solid fuels: Objectives, challenges and modelling," *Fire Safety Journal*, vol. 106, pp. 177–188, Jun. 2019.
- [42] B. Schartel, C. A. Wilkie, and G. Camino, "Recommendations on the scientific approach to polymer flame retardancy: Part 1—Scientific terms and methods," *Journal of Fire Sciences*, vol. 34, no. 6, pp. 447–467, 2016.
- [43] B. Schartel, C. A. Wilkie, and G. Camino, "Recommendations on the scientific approach to polymer flame retardancy: Part 2—Concepts," *Journal of Fire Sciences*, vol. 35, no. 1, pp. 3–20, 2017.
- [44] P. Tranchard *et al.*, "Fire behaviour of carbon fibre epoxy composite for aircraft: Novel test bench and experimental study," *Journal of Fire Sciences*, vol. 33, no. 3, pp. 247–266, 2015.
- [45] S. Feih and A. P. Mouritz, "Tensile properties of carbon fibres and carbon fibre–polymer composites in fire," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 5, pp. 765–772, May 2012.
- [46] J. Lachaud, J. B. Scoggins, T. E. Magin, M. G. Meyer, and N. N. Mansour, "A generic local thermal equilibrium model for porous reactive materials submitted to high temperatures," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 108, pp. 1406–1417, 2017.
- [47] H. L. N. McManus and G. S. Springer, "High temperature thermomechanical behavior of carbon-phenolic and carbon-carbon composites, II. Results," *Journal of Composite Materials*, vol. 26, no. 2, pp. 230–255, 1992.
- [48] T. Goodrich and B. Y. Lattimer, "Microscopic behavior of composite materials during heating and cooling," presented at the Proceedings of the 17th international conference on composite materials, 2009.
- [49] B. Vieille, C. Lefebvre, and A. Coppalle, "Post fire behavior of carbon fibers Polyphenylene Sulfide-and epoxy-based laminates for aeronautical applications: A comparative study," *Materials & Design*, vol. 63, pp. 56–68, 2014.
- [50] T. H. Y. Quach *et al.*, "Determination of the tensile residual properties of a wound carbon/epoxy composite first exposed to fire," *J. Compos. Mater.*, vol. 51, no. 1, pp. 17–29, 2017.
- [51] C. Mercadé, "Modélisation de la dégradation d'un matériau composite carbone-époxy soumis à une sollicitation thermo-mécanique couplée: application aux réservoirs d'hydrogène de type iv.," Thèse de doctorat, Poitiers, 2017.
- [52] B. Camino and G. Camino, "The chemical kinetics of the polymer combustion allows for inherent fire retardant synergism," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 160, pp. 142–147, Feb. 2019.
- [53] S. Eibl and D. Swanson, "Influence of out-of-plane fiber orientation on reaction-to-fire properties of carbon fiber reinforced polymer matrix composites," *Fire and Materials*, vol. 42, no. 2, pp. 234–243, 2018.
- [54] S. Bourbigot, R. Delobel, and S. Duquesne, "Comportement au feu des composites," *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM5330, 10-Oct-2006.
- [55] G. La Delfa, J. W. Luinge, and A. G. Gibson, "Integrity of composite aircraft fuselage materials under crash fire conditions," *Plastics, Rubber and Composites*, vol. 38, no. 2–4, pp. 111–117, May 2009.

Bibliographie

- [56] Y. Carpier, B. Vieille, M. A. Maaroufi, A. Coppalle, and F. Barbe, "Mechanical behavior of carbon fibers polyphenylene sulfide composites exposed to radiant heat flux and constant compressive force," *Composite Structures*, vol. 200, pp. 1–11, 2018.
- [57] A. G. Gibson, "The integrity of polymer composites during and after fire," *Journal of Composite Materials*, vol. 38, pp. 1283–1308, 2004.
- [58] D. Halm, F. Fouillen, E. Lainé, M. Gueguen, D. Bertheau, and T. van Eekelen, "Composite pressure vessels for hydrogen storage in fire conditions: Fire tests and burst simulation," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 42, no. 31, pp. 20056–20070, Aug. 2017.
- [59] J. Li and S. I. Stoliarov, "Measurement of kinetics and thermodynamics of the thermal degradation for charring polymers," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 106, pp. 2–15, Aug. 2014.
- [60] ISO 8302, "Guarded hot plate apparatus," 1991.
- [61] A. Degiovanni, "Conductivité et diffusivité thermique des solides," *Techniques de l'ingénieur*, 1994.
- [62] V. Scoarnec, J. Hameury, and B. Hay, "A new guarded hot plate designed for thermal-conductivity measurements at high temperature," *International journal of thermophysics*, vol. 36, pp. 540–556, 2014.
- [63] D. B. P. Boulet A. Collin, Z. Acem, G. Parent, "On the influence of the sample absorptivity when studying the thermal degradation of materials," *Materials*, vol. 8, no. 8, pp. 5398–5413, 2015.
- [64] R. N. Walters, N. Safronava, and R. E. Lyon, "A microscale combustion calorimeter study of gas phase combustion of polymers," *Combustion and Flame*, vol. 162, no. 3, pp. 855–863, Mar. 2015.
- [65] A. G. Gibson, W. N. B. Wan-Jusoh, and G. Kotsikos, "A propane burner test for passive fire protection (PFP) formulations containing added halloysite, carbon nanotubes and graphene," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 148, pp. 86–94, 2018.
- [66] J. K. Chen, A. Perea, and F. A. Allahdadi, "Laser effects on the dynamic response of laminated composites," *Journal of composite engineering*, vol. 5, no. 9, pp. 1135–1147, 1995.
- [67] S. LeNeve, "AC 20-135 / ISO 2685 Fire tests on components used in fire zones. Comparison of gas burner to oil burner.," presented at the International Aircraft Materials Fire Test WG, Atlantic City, 2008.
- [68] Y. H. Kao, "Experimental investigation of NexGen and gas burner for FAA fire test," Msc Thesis, University of Cincinnati, Cincinnati, 2012.
- [69] AC 20-135 chg1, "Powerplant Installation and Propulsion System Component Fire Protection Test Methods, Standards and Criteria," 2018.
- [70] ISO 2685, "Resistance to fire in designated fire zones," 1998.
- [71] N. Grange, "Study of the fire behavior of composite materials for aeronautical applications : Experiments and Modeling," Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées - Centre Val de Loire, 2018.
- [72] N. Grange, K. Chetehouna, N. Gascoin, A. Coppalle, S. Senavel, and I. Reynaud, "Fire resistance of carbon-based composite materials under both ideal and realistic normative configurations," *Applied Thermal Engineering*, vol. 159, 2019.
- [73] T. Matsumoto, T. Fujiwara, and J. Kondo, "Nonsteady thermal decomposition of plastics," *Symposium (International) on Combustion*, vol. 12, no. 1, pp. 515–524, Jan. 1969.
- [74] B. Holzknacht, "An analytical model of the transient ablation of polytetrafluoroethylene layers," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 20, pp. 661–668, 1977.

Bibliographie

- [75] J. B. Henderson, J. A. Wiebelt, and M. R. Tant, "A Model for the Thermal Response of Polymer Composite Materials with Experimental Verification," *Journal of Composite Materials*, vol. 19, no. 6, pp. 579–595, 1985.
- [76] S. Christke, A. G. Gibson, K. Grigoriou, and A. P. Mouritz, "Multi-layer polymer metal laminates for the fire protection of lightweight structures," *Materials & Design*, vol. 97, pp. 349–356, May 2016.
- [77] S. Feih, Z. Mathys, A. G. Gibson, and A. P. Mouritz, "Modelling the compression strength of polymer laminates in fire," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, no. 11, pp. 2354–2365, Nov. 2007.
- [78] A. Anjang, V. S. Chevali, B. Y. Lattimer, S. W. Case, S. Feih, and A. P. Mouritz, "Post-fire mechanical properties of sandwich composite structures," *Composite Structures*, vol. 132, pp. 1019–1028, Nov. 2015.
- [79] N. Gascoin, A. Navarro-Rodriguez, P. Gillard, and A. Mangeot, "Kinetic modelling of high density polyethylene pyrolysis: Part 1. Comparison of existing models," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 97, no. 8, pp. 1466–1474, Aug. 2012.
- [80] T. Ozawa, "A New Method of Analyzing Thermogravimetric Data," *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, vol. 38, no. 11, pp. 1881–1886, 1965.
- [81] J. H. Flynn and L. A. Wall, "A quick, direct method for the determination of activation energy from thermogravimetric data," *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Letters*, vol. 4, no. 5, pp. 323–328, 1966.
- [82] H. Chen *et al.*, "Thermal conductivity of polymer-based composites: Fundamentals and applications," *Progress in Polymer Science*, vol. 59, pp. 41–85, Aug. 2016.
- [83] I. H. Tavman, "Effective thermal conductivity of isotropic polymer composites," *International Communications in Heat and Mass Transfer*, vol. 25, no. 5, pp. 723–732, Jul. 1998.
- [84] C. Lautenberger and C. Fernandez-Pello, "Generalized pyrolysis model for combustible solids," *Fire Safety Journal*, vol. 44, no. 6, pp. 819–839, Aug. 2009.
- [85] T. Mori and K. Tanaka, "Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions," *Acta Metallurgica*, vol. 21, no. 5, pp. 571–574, 1973.
- [86] D. Smith *et al.*, "Thermal Conductivity of Porous Materials," *Journal of Materials Research*, vol. 28, no. 17, pp. 2260–2272, 2013.
- [87] D. Baillis and R. Coquard, "Radiative and Conductive Thermal Properties of Foams," in *Cellular and Porous Materials: Thermal Properties Simulation and Prediction*, WILEY-VCH, Ed. Weinheim, 2008.
- [88] J. Lachaud and N. N. Mansour, "Porous material analysis toolbox based on OpenFoam and applications," *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*, vol. 28, no. 2, pp. 191–202, 2014.
- [89] J. B. Henderson and T. E. Wiecek, "A Mathematical Model to Predict the Thermal Response of Decomposing, Expanding Polymer Composites," *Journal of Composite Materials*, vol. 21, no. 4, pp. 373–393, 1987.
- [90] C. Luo and P. E. DesJardin, "Thermo-mechanical damage modeling of a glass-phenolic composite material," *Composites Science and Technology*, vol. 67, no. 7, pp. 1475–1488, Jun. 2007.
- [91] C. Di Blasi, "The state of the art of transport models for charring solid degradation," *Polymer International*, vol. 49, no. 10, pp. 1133–1146, 2000.
- [92] C. Lautenberger, "Gpyro3D: A three dimensional generalized pyrolysis model," presented at the Proceedings of the eleventh international symposium, 2014, pp. 193–207.

Bibliographie

- [93] V. Biasi, G. Leplat, F. Feyel, and P. Beauchene, "Heat and mass transfers within decomposing carbon fibers/epoxy resin composite materials," in *11th AIAA/ASME Joint Thermophysics and Heat Transfer Conference*, Atlanta, GA, 2014.
- [94] K. B. McGrattan and R. J. McDermott, "Fire Dynamics Simulator (FDS) and Smokeview (SMV)." [Online]. Available: <https://pages.nist.gov/fds-smv/>. [Accessed: 01-Jan-2019].
- [95] L. Chen, C. Luo, and J. Lua, "FDS and ABAQUS coupling toolkit for fire simulation and thermal and mass flow prediction," *Fire Safety Science*, vol. 10, pp. 1465–1477, 2011.
- [96] R. Viskanta, "Heat transfer to impinging isothermal gas and flame jets," *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 6, no. 2, pp. 111–134, Feb. 1993.
- [97] B. H. S. Polat A. S. Mujumdar, W. J. M. Douglas, "Numerical flow and heat transfer under impinging jets: a review," *Annual review of heat transfer*, vol. 2, no. 6, pp. 157–197, 1989.
- [98] G. M. Carlomagno and A. Ianiro, "Thermo-fluid-dynamics of submerged jets impinging at short nozzle-to-plate distance: A review," *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 58, pp. 15–35, Oct. 2014.
- [99] M. Sibulkin, "Heat transfer near the forward stagnation point of a body of revolution," *Journal of the aeronautical sciences*, vol. 19, pp. 570–571, 1952.
- [100] H. Schlichting, *Boundary layer theory*. Springer, 1979.
- [101] X. S. Wang, Z. Dagan, and L. M. Jiji, "Conjugate heat transfer between a laminar impinging liquid jet and a solid disk," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 32, no. 11, pp. 2189–2197, Nov. 1989.
- [102] M. J. Remie *et al.*, "Extended heat-transfer relation for an impinging laminar flame jet to a flat plate," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 51, no. 7, pp. 1854–1865, Apr. 2008.
- [103] C. J. Hoogendoorn, "The effect of turbulence on heat transfer at a stagnation point," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 20, no. 12, pp. 1333–1338, Dec. 1977.
- [104] R. Gardon and J. C. Akfirat, "The role of turbulence in determining the heat-transfer characteristics of impinging jets," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 8, no. 10, pp. 1261–1272, Oct. 1965.
- [105] L. L. Dong, C. S. Cheung, and C. W. Leung, "Heat transfer from an impinging premixed butane/air slot flame jet," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 45, 2002.
- [106] M. J. Tummers, J. Jacobse, and S. G. J. Voorbrood, "Turbulent flow in the near field of a round impinging jet," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 54, no. 23, pp. 4939–4948, Nov. 2011.
- [107] P. Grenson, O. Léon, P. Reulet, and B. Aupoix, "Investigation of an impinging heated jet for a small nozzle-to-plate distance and high Reynolds number: An extensive experimental approach," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 102, no. Supplement C, pp. 801–815, Nov. 2016.
- [108] P. Grenson and H. Deniau, "Large-Eddy simulation of an impinging heated jet for a small nozzle-to-plate distance and high Reynolds number," *International Journal of Heat and Fluid Flow*, vol. 68, pp. 348–363, Dec. 2017.
- [109] F. Shum-Kivan, F. Duchaine, and L. Y. M. Gicquel, "Large-Eddy simulation and conjugate heat transfer in a round impinging jet," in *Proceedings of ASME Turbo Expo 2014: Turbine Technical Conference and Exposition*, Düsseldorf, Germany, 2014, vol. 5.
- [110] G. Lodato, L. Vervisch, and P. Domingo, "A compressible wall-adapting similarity mixed model for large-eddy simulation of the impinging round jet," *Physics of Fluids*, vol. 21, no. 3, p. 035102, Mar. 2009.

Bibliographie

- [111] F. Nicoud and F. Ducros, "Subgrid-Scale Stress Modelling Based on the Square of the Velocity Gradient Tensor," *Flow, Turbulence and Combustion*, vol. 62, no. 3, pp. 183–200, Sep. 1999.
- [112] D. Sikoutris, D. Vlachos, V. Kostopoulos, S. Jagger, and S. Ledin, *Fire Burnthrough Response of CFRP Aerostructures. Numerical Investigation and Experimental Verification*, vol. 19, 2012.
- [113] N. Grange, K. Chetehouna, N. Gascoin, and S. Senave, "Numerical investigation of the heat transfer in an Aeronautical Composite Material under Fire Stress," *Fire Safety Journal*, vol. 80, no. 80, pp. 56–63, 2016.
- [114] L. Boulet *et al.*, "Modeling of Conjugate Heat Transfer in a Kerosene/Air Spray Flame used for Aeronautical Fire Resistance Tests," *Applied Scientific Research*, vol. 101, no. 2, pp. 579–602, 2018.
- [115] OpenCFD Ltd., "OpenFOAM." [Online]. Available: <https://openfoam.com/>. [Accessed: 18-Sep-2019].
- [116] N. Ren, Y. Wang, S. Vilfayeau, and A. Trouvé, "Large eddy simulation of turbulent vertical wall fires supplied with gaseous fuel through porous burners," *Combustion and Flame*, vol. 169, pp. 194–208, Jul. 2016.
- [117] K. Fukumoto, C. Wang, and J. Wen, "Large eddy simulation of upward flame spread on PMMA walls with a fully coupled fluid–solid approach," *Combustion and Flame*, vol. 190, pp. 365–387, Apr. 2018.
- [118] A. Horner, "Aircraft materials fire test handbook," Federal Aviation Administration, 2000.
- [119] T. Chazelle, A. Perrier, E. Schuhler, G. Cabot, and A. Coppalle, "Fire response of a carbon epoxy composite: comparison of the degradation provided with kerosene or propane flames," in *Proceedings of the Ninth International Seminar on Fire and Explosion Hazards*, Saint Petersburg.
- [120] D. Bradley and K. J. Matthews, "Measurement of High Gas Temperatures with Fine Wire Thermocouples," *Journal of Mechanical Engineering Science*, vol. 10, no. 4, pp. 299–305, 1968.
- [121] V. J. Lyons and C. M. Gracia-Salcedo, "NASA Technical Paper 2900," 1989.
- [122] C. Snyder, "<https://cearun.grc.nasa.gov/>."
- [123] Riethmuller Michel, David Laurent, and Lecordier Bertrand, "Vélocimétrie par images de particules PIV," in *Vélocimétrie laser pour la mécanique des fluides*, Lavoisier., Boutier Alain.
- [124] A. Schröder and C. E. Willert, *Particle Image Velocimetry – New Developments and Recent Applications*, Springer. 2008.
- [125] J. E. J. Staggs, "Savitzky–Golay smoothing and numerical differentiation of cone calorimeter mass data," *Fire Safety Journal*, vol. 40, no. 6, pp. 493–505, 2005.
- [126] J. P. Moncheau, "Mesure d'émissivité pour la thermographie infrarouge appliquée au diagnostic quantitatif des structures.," Université Paris-Est, 2013.
- [127] E. P. Scott and J. V. Beck, "Estimation of Thermal Properties in Epoxy Matrix/Carbon Fiber Composite Materials," *Journal of Composite Materials*, vol. 26, 1: pp. 132-149., First Published Jan 1, vol. 26, no. 1, pp. 132–149, 1992.
- [128] M. F. Modest, "View factors," in *Radiative heat transfer*, 1993.
- [129] J. R. Howell, R. Siegel, and M. M. Pinar, *Thermal radiation heat transfer*. National aeronautics and space administration, 1969.
- [130] S. Smith, "Evaluation of coefficients for the weighted sum of gray gases model," *Journal of heat transfer*, vol. 104, 1981.

Bibliographie

- [131] FM Global, "FireFoam." [Online]. Available: <https://github.com/fireFoam-dev>.
- [132] A. Trouvé and Y. Wang, "Large eddy simulation of compartment fires," *International Journal of Computational Fluid Dynamics*, vol. 24, no. 10, pp. 449–466, Dec. 2010.
- [133] U. Piomelli and E. Balaras, "Wall-layer models for large-eddy simulations," *Annu. Rev. Fluid Mech.*, vol. 34, no. 1, pp. 349–374, Jan. 2002.
- [134] NEXTfoam, "Boundary Conditions - OpenFOAM-4.1." 2017.
- [135] E. Schuhler, A. Coppalle, B. Vieille, J. Yon, and Y. Carpier, "Behaviour of aeronautical polymer composite to flame: A comparative study of thermoset- and thermoplastic-based laminate," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 152, pp. 105–115, 2018.
- [136] F. Hshieh and H. D. Beeson, "Flammability testing of flame-retarded epoxy composites and phenolic composites," *Fire and Materials*, vol. 21, no. 1, pp. 41–49, 1997.
- [137] T. R. Hull and B. K. Kandola, in *Fire Retardancy of Polymers: New Strategies and Mechanisms*, Royal Society of Chemistry, 2009.
- [138] M. A. Maaroufi, Y. Carpier, B. Vieille, L. Gilles, A. Coppalle, and F. Barbe, "Post-fire compressive behaviour of carbon fibers woven-ply Polyphenylene Sulfide laminates for aeronautical applications," *Composites Part B: Engineering*, vol. 119, pp. 101–113, 2017.
- [139] K. Grigoriou and A. P. Mouritz, "Comparative assessment of the fire structural performance of carbon-epoxy composite and aluminium alloy used in aerospace structures," *Materials & Design*, vol. 108, pp. 699–706, Oct. 2016.
- [140] M. McKinnon, Y. Ding, S. I. Stoliarov, S. Crowley, and R. Lyon, "Pyrolysis model for a carbon fiber/epoxy structural aerospace composite," *Journal of Fire Sciences*, vol. 35, pp. 1–26, 2016.
- [141] B. Schartel, V. Trappe, A. Hörold, S. Timme, and M. Korzen, "Fire Stability of Fibre Reinforced Polymer Composites: Sandwich Panels and Fuselage Shells," presented at the Fire retardent polymeric materials, Manchester, 2017.