



HAL
open science

Développement et validation de nouveaux tests d'évaluation du comportement au feu des gaines de câble électrique basse tension

Johan Sarazin

► **To cite this version:**

Johan Sarazin. Développement et validation de nouveaux tests d'évaluation du comportement au feu des gaines de câble électrique basse tension. Matériaux. 2014. dumas-01360754

HAL Id: dumas-01360754

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01360754>

Submitted on 6 Sep 2016

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.



Mémoire d'ingénieur CNAM

Spécialité : Chimie option chimie industrielle - génie des procédés

Développement et validation de nouveaux tests d'évaluation du comportement au feu des gaines de câble électrique basse tension.

Par Johan Sarazin

Mémoire dirigé par le Professeur Serge Bourbigot.

Soutenu le 1 juillet 2014 devant les membres du jury :

Prof. Jean-Louis Havet, CNAM Paris,
Prof. Catherine Porte, CNAM Paris,
Prof. Sophie Duquesne, ENSCL,
Prof. Gaëlle Fontaine, ENSCL,
Prof. Serge Bourbigot, ENSCL,

Président
Examineur
Examineur
Examineur
Directeur du mémoire

« Un voyage de mille lieues commence toujours par un premier pas. »

Lao-Tseu

Remerciements.

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au sein du laboratoire Unité Matériaux et Transformations CNRS UMR 8207 dirigé par le Professeur Alexandre Legris, et plus particulièrement au sein de l'Equipe Ingénierie des Systèmes Polymères dirigée par le Professeur Jean-Marc Lefebvre. Je leur adresse mes remerciements pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire et offert l'opportunité d'étudier le présent sujet.

Ce mémoire a été réalisé sous la direction du Professeur Serge Bourbigot. Je tiens à lui témoigner ma profonde gratitude pour la richesse de ses enseignements. Mais également de m'avoir suivi tout au long de ce projet.

Je remercie très sincèrement le professeur Jean-Louis Havet de l'intérêt qu'il a bien voulu me témoigner en présidant le jury de ce mémoire.

Mes remerciements vont aussi aux professeurs Catherine Porte, Sophie Duquesne et Gaëlle fontaine pour leur participation au jury.

Je tiens à remercier les professeurs du Conservatoire National des Arts et Métiers de Lille et particulièrement le Professeur Sophie Duquesne, le Professeur Charafeddine Jama ainsi que les professeurs du Conservatoire National des Arts et Métiers de la chaire de chimie industrielle de Paris pour les enseignements qu'ils m'ont prodigués au fil de ces années d'étude.

Je remercie Dominique Rassaly pour ses conseils en électricité, et Alain Deparcy et Christophe Vermander, ingénieurs d'étude de l'Ecole Centrale de Lille pour leur aide lors de la conception de différents systèmes spécifiques pour la réalisation des échantillons.

Je voudrais également remercier Pierre Bachelet pour les nombreuses et fructueuses discussions que nous avons échangées notamment lors de la conception du test.

Je tiens à remercier les permanents du laboratoire, les docteurs, les thésards, les stagiaires et le service administratif et particulièrement : Gaëlle, Fabienne, Mathilde, Michel, Maude, Séverine, Brigitte, Aurore, Bastien, Renaud, Antoine, Andrea, Mathieu, Benjamin, Bertrand, Pauline, Carmen, Elisabeth, Frank-Estimé, Marianne, Nicolas R, Nicolas L, Anil, Gwénaëlle, Marion, Thi Trang, qui par leur gentillesse et leurs compétences m'ont permis de réaliser cette étude dans d'excellentes conditions.

Finalement, je tiens à adresser un grand merci à mon épouse Virginie pour les relectures et pour avoir supporté mes interminables présentations. Je n'oublie pas ma petite princesse Lily. Merci à toutes les deux de m'avoir soutenu, aidé à continuer dans les moments difficiles et pour m'avoir encouragé au cours de ces années.

Résumé.

Dans un objectif de développement et d'optimisation de nouvelles formulations de gaine d'isolation de câble électrique basse tension, il a été nécessaire d'adapter et de concevoir des tests à l'échelle du laboratoire. De nos jours, la normalisation des câbles électriques ne prend pas en compte la mise sous tension lors de la caractérisation de leur comportement au feu. Or dans un incendie, les câbles électriques sont le plus souvent alimentés par différentes intensités. L'originalité des tests développés dans ce mémoire est l'évaluation du comportement au feu des formulations de gaine isolante de câble électrique lorsqu'ils sont soumis à différents scénarios où les câbles sont alimentés par différentes intensités.

Pour réaliser ce projet, deux méthodologies de test se basant sur un modèle feu connu ont été utilisées et adaptées pour permettre la mise sous tension des échantillons. Ces deux méthodologies sont une étude au cône calorimètre et une étude de la propagation de la flamme adaptée des différentes normes. Pour compléter ces tests, il a été nécessaire de développer deux nouvelles méthodologies basées sur un nouveau modèle feu pour comparer l'allumabilité et la résistance au feu des formulations. La réalisation au laboratoire d'échantillon représentatif de câble a été nécessaire. Nous avons, pour cela conçu deux structures permettant la réalisation de câble pour l'une et la réalisation de plaque contenant des conducteurs pour l'autre. Pour chaque étude, l'application de scénarios représentatifs de la réalité sur un matériau non ignifugé nous a conduit à définir, pour chaque méthodologie, un protocole de test.

Nous avons ensuite appliqué ces protocoles à quatre formulations présentant une amélioration du comportement au feu du matériau initial. Cette étude nous a permis de valider nos différentes méthodologies et de comparer entre elles ces formulations et de visualiser l'impact de l'application d'une intensité sur leurs comportements au feu.

Summary.

With the objective of developing and optimizing new formulations electric cable insulation low voltage, it was necessary to adapt and develop tests to laboratory scale. These tests have the particularity to assess the fire behavior formulations electric cable insulation when powered. Today, standardization of electric cables does not take into account the power in the characterization of their fire behavior. But in a fire, the electric cables are usually fed by different intensities.

The originality of the tests developed in this paper is the evaluation of fire behavior formulations of electrical cable insulation when subjected to different scenarios where the cables are fed by different intensities. To made for this project, two test methodology based on a fire model known were used and adapted to allow the power of the samples. These two methodologies are considered on a cone calorimeter and a study of the spread of flame adapted to different standards. To complete these tests, it was necessary to develop two new methods based on a new fire model to compare the flammability and fire resistance of formulations. The realization of the cable of representative laboratory samples was necessary. We have developed two structures for enabling the achievement of the laboratory cable for one achievement of the plate and containing the conductors for the other. For each study, the application of various scenarios representative of reality in a non-fireproof material led us to define a methodology for each test protocol.

We then applied these protocols to four formulations with improved fire behavior of the original material. This study allowed us to compare between these formulations it and visualize the impact of the application of an intensity fire behavior.

Sommaire.

Liste des figures / tableaux	1
Lexique/Glossaire.....	7
Introduction générale	11

Chapitre 1 :

Etat de l'art :

Les câbles électriques, victime ou responsable d'un incendie ?

1. Les câbles électriques : Généralités.	15
2. Les causes et les conséquences de la défaillance d'un câble électrique.	19
2.1. Les causes de défaillance d'un câble électrique.....	19
2.2. Les conséquences d'une défaillance.	22
3. Les scénarios feu dans le domaine de la câblerie.	24
3.1. Présentation succincte d'un réseau électrique basse tension.	24
3.2. Les scénarios feu.	25
4. La réglementation et la normalisation des câbles électriques vis-à-vis du risque feu.....	29
4.1. La réglementation.	30
4.2. La normalisation.....	30
5. L'ignifugation des câbles électriques.	33
5.1. Généralité	33
5.2. Les retardateurs de flamme (FR).....	34
6. Conclusion.	35

Chapitre 2 :

Matériaux et méthodes.

1. Caractéristiques des matériaux étudiés.	37
1.1. Matériaux.....	37
1.2. Formulation retard au feu.....	39
2. Elaboration des échantillons.	41
3. Principe du cône calorimètre couplé FTIR	45
4. Caractéristiques de l'étude de la propagation de la flamme des câbles électriques.....	46
5. Conclusion.	47

Chapitre 3 :

Méthodologie d'essai pour test évaluant la réaction au feu de câble simulé.

1. Etude au cône calorimètre couplé FTIR.	49
2. Etude de la propagation de la flamme	62
3. Conclusion.	67

Chapitre 4 :

Méthodologie d'essai pour test évaluant la réaction au feu de câble simulé soumis à des intensités de courant.

1. Elaboration des structures de test évaluant la réaction au feu de câble simulé	70
1.1. Rappel et résumé des scénarios.....	70
1.2. Elaboration des structures.	71
1.3. Mesure et suivi des paramètres.....	73

2. Etude du conducteur en cuivre.....	75
3. Etude au cône calorimètre couplé FTIR de câble simulé soumis à différentes intensités	80
3.1. Définition d'un protocole de test.....	80
3.2. Application de la nouvelle méthodologie d'essai aux formulations ignifuges.....	87
3.3. Méthodologie d'essai : scénario d'incendie déclaré.....	87
3.4. Méthodologie d'essai : dysfonctionnement important.....	91
4. Etude de la propagation de la flamme de câble simulé soumis à différentes intensités.....	94
4.1. Définition d'un protocole de test.....	94
4.2. Etude des formulations.....	98
5. Conclusion.....	100

Chapitre 5 :

Elaboration de nouveau modèle feu appliqué à des câbles simulés.

1. Etude de l'allumabilité.....	102
1.1. Définition d'un protocole de test.....	102
1.2. Etude des formulations.....	106
2. Etude de la résistance à la flamme.....	107
2.1. Définition d'un protocole de test.....	107
2.2. Etude des formulations ignifuges.....	108
3. Conclusion.....	109

Conclusion générale..... 110

Perspectives 113

Annexe 1 :

Mode opératoire :

Mise en forme des échantillons pour l'évaluation du comportement au feu des gaines de câble électrique.

1. Matériel.....	117
2. Mode opératoire.....	118
3. Nettoyage.....	119

Annexe 2 :

Caractérisation de la flamme du brûleur.

Caractérisation de la flamme du brûleur.....	123
---	------------

Annexe 3 :

Résultats cône calorimètre ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$) couplé FTIR.

1. Etude de l'EVA.....	123
1.1. EVA.....	123
1.2. EVA sans ignition forcée.....	124
1.3. EVA avec conducteur.....	125

1.4.	EVA avec conducteur sans ignition forcée.	126
1.5.	EVA avec conducteur I=32Aeq.	127
1.6.	EVA avec conducteur sans ignition forcée I=32Aeq.	128
1.7.	EVA avec conducteur I=60Aeq.	129
1.8.	EVA avec conducteur sans ignition forcée I=60Aeq.	130
1.9.	EVA avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.	131
1.10.	EVA avec conducteur sans ignition forcée I=60Aeq sans flux radiatif.	132
2.	Résumé de l'étude de l'EVA au cône calorimètre/couplé FTIR.	133
3.	Etude de la formulation EVA/ATH (65%w).	134
3.1.	EVA/ATH.	134
3.2.	EVA/ATH sans ignition forcée.	135
3.3.	EVA/ATH avec conducteur I=32Aeq.	136
3.4.	EVA/ATH sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.	137
3.5.	EVA/ATH avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.	138
4.	Etude de la formulation EVA/ATH/FB (60%w/5%w).	139
4.1.	EVA/ATH/FB.	139
4.2.	EVA/ATH/FB sans ignition forcée.	140
4.3.	EVA/ATH/FB avec conducteur I=32Aeq.	141
4.4.	EVA/ATH/FB sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.	142
4.5.	EVA/ATH/FB avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.	143
5.	Etude de la formulation EVA/AP760 (20%w).	144
5.1.	EVA/AP760 20%w.	144
5.2.	EVA/AP760 20%w sans ignition forcée.	145
5.3.	EVA/AP760 20%w avec conducteur I=32Aeq.	146
5.4.	EVA/AP760 20%w sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.	147
5.5.	EVA/AP760 20%w avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.	148
6.	Etude de la formulation EVA/AP760 (30%w).	149
6.1.	EVA/AP760 30%w.	149
6.2.	EVA/AP760 30%w sans ignition forcée.	150
6.3.	EVA/AP760 30%w avec conducteur I=32Aeq.	151
6.4.	EVA/AP760 30%w sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.	152
6.5.	EVA/AP760 30%w avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.	153
7.	Résumé de l'étude au cône calorimètre/couplé FTIR.	154
7.1.	Etude des différents scénarios.	154
8.	Etude des différentes formulations.	158
9.	Etude classique résumé FTIR.	160
10.	Etude sans ignition forcée résumé FTIR.	161
11.	Etude avec une intensité de 32Aeq résumé FTIR.	162
12.	Etude avec une intensité de 32Aeq sans ignition forcée résumé FTIR.	163
13.	Etude avec une intensité de 60Aeq sans flux radiatif résumé.	164

Annexe 4 :

Cahier des charges pour l'élaboration des structures et modules.

Cahier des charges techniques pour l'élaboration de la structure pour l'étude de l'inflammation et de la propagation.	166
Cahier des charges technique pour l'élaboration du bloc d'alimentation.	167

Annexe 5 :
Spécificités du bloc d'alimentation.

1. Alimentation.	169
2. Les systèmes de sécurité.	169

Annexe 6 :
Protocoles d'essai pour la caractérisation du comportement au feu de gaine isolante de
câble lectrique simple.

I. Mode opératoire pour l'étude au cône calorimètre couplé FTIR.	172
II. Mode opératoire pour l'étude de la propagation de la flamme.	173
III. Mode opératoire pour l'étude de l'allumabilité.	174
IV. Mode opératoire pour l'étude de la résistance à la flamme.	175

<i>Références bibliographiques.</i>	<i>177</i>
--	------------

Liste des figures / tableaux.

Liste des figures :

Figure 1 : Pertes économiques totales (* conversion en Euro le 28/10/2013) et décès provoqués par les incendies.	12
Figure 2 : Schémas de câble électrique.....	15
Figure 3 : Schémas de câbles monobrin et multibrin.	16
Figure 4 : Contraintes de conception d'un système d'isolation.	17
Figure 5 : Schéma représentant les différents mécanismes provoquant un échauffement dans un câble électrique.....	20
Figure 6 : Schéma représentant le claquage dû à la présence d'humidité entre deux conducteurs.	21
Figure 7 : Schéma représentant le claquage dû à un mécanisme de rupture par avalanche provoqué par l'injection d'électron à la cathode.	21
Figure 8 : Schéma représentant le claquage dû à la naissance d'une arborescence électrique provoqué par des vacuoles gazeuses.	22
Figure 9 : Synthèse des différents phénomènes de dégradation, de rupture et du vieillissement électrique, répertoriés selon le temps et le champ électrique auxquels ils peuvent avoir lieu.....	22
Figure 10 : Interactions de différents phénomènes : contraintes, effets et conséquences.	23
Figure 11 : Évolution en fonction du temps des facteurs de risque, au cours d'un incendie.	24
Figure 12 : Schéma électrique simplifié représentant un circuit électrique avec les disjoncteurs différentiels le dimensionnement des câbles en fonction des utilisations courantes.	25
Figure 13 : Représentation du premier scénario présentant les intensités pouvant être appliquée à un câble de section de 1.5mm ²	26
Figure 14 : Exemple d'application d'une intensité importante provoquée par un dysfonctionnement des protections secondaires et à une forte demande énergétique.	27
Figure 15 : Schéma du second scénario ou un câble non alimenté est victime d'un incendie.	27
Figure 16 : Représentation de l'inflammation d'un câble avant sa mise sous tension : cas des systèmes de sécurité incendie.....	28
Figure 17 : Représentation de l'inflammation d'un câble pendant sa mise sous tension causée par un dysfonctionnement.	28
Figure 18 : Représentation de l'inflammation d'un câble après sa mise sous tension où il est victime d'un incendie.	29
Figure 19 : Évolution des contraintes réglementaires en fonction de la difficulté d'évacuation dans les différents moyens de transport.....	30
Figure 20 : Consommation de retardateur de flamme en Europe (2007).	34
Figure 21 : Formule chimique de l'EVA.	38
Figure 22 : Mécanisme du retardateur de flamme à base d'hydroxyde métallique.....	40
Figure 23 : Débit calorifique (A) et débit de production des fumées (B) des formulations EVA24/ATH et EVA24/ATH/FB comparé à l'EVA vierge.	40
Figure 24 : Combustion d'un polymère non ignifugé et mode d'action des systèmes intumescents.....	41
Figure 25 : Mélangeur thermo scientifique HAAKE* Rheomix OS®.	42
Figure 26 : Moules pour la fabrication de câble.	43
Figure 27 : Presse hydraulique de SOGEMA ENGINEERING®.....	44
Figure 28 : Représentation des échantillons réalisés à l'aide de la presse.....	45
Figure 29 : Schéma du couplage Cône calorimètre / FTIR.	46
Figure 30 : Schéma du montage pour l'étude de l'inflammabilité et de la propagation de la flamme.	47
Figure 31 : Evolution du débit calorifique en fonction du temps d'EVA 28 vierge.	49
Figure 32 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA 28 vierge.....	49
Figure 33 : Bibliothèques de gaz de référence.	50
Figure 34 : Spectre IR de l'EVA 28 avant, pendant et après l'inflammation, obtenu lors de l'analyse au cône calorimètre.....	51
Figure 35 : Mécanisme de dégradation thermique de l'EVA.	51
Figure 36 : Répétabilité de l'analyse quantitative des principaux gaz au cours de la décomposition thermique d'EVA 28 par FTIR.....	52
Figure 37 : Analyse au cône calorimètre couplé FTIR de l'EVA 28 vierge.	53
Figure 38 : Evolution du débit calorifique en fonction du temps des différentes formulations comparées à l'EVA 28 vierge.	54
Figure 39 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre des différentes formulations comparées à l'EVA 28 vierge.	54
Figure 40 : Résidu observé après l'analyse obtenue au cône calorimètre des formulations.	54

Figure 41 : Analyse FTIR de l'EVA/AP760 (20%w) avant, pendant et après l'inflammation, obtenue lors de l'analyse au cône calorimètre.....	55
Figure 42 : Décomposition du polyphosphate d'ammonium.....	55
Figure 43 : Evolution de la concentration en eau et en acide acétique pour les formulations EVA/ATH, ETA/ATH/FB et l'EVA vierge lors de l'analyse au cône calorimètre.	56
Figure 44 : Spectre Infrarouge des formulations EVA et EVA/ATH compare au spectre infra rouge de l'acide acétique et de l'acétone.....	57
Figure 45 : Evolution de la concentration en acide acétique pour les formulations EVA/AP760 au cours du temps soumis à un flux radiatif de 35KW/m ²	57
Figure 46 : Temps d'inflammation et concentration total dégagé en acide acétique pour les formulations EVA/AP760 à 20%w et 30%w.	57
Figure 47 : Evolution de la concentration en ammoniac lors de l'analyse FTIR de la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w et 30%w.	58
Figure 48 : Evolution de la concentration en CO, CH ₄ C ₂ H ₄ lors de l'analyse au cône/FTIR des formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB.	58
Figure 49 : Evolution de la concentration en dioxyde de carbone, en monoxyde de carbone et en eau pour les formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w et l'EVA vierge lors de l'analyse au cône calorimètre	59
Figure 50 : Evolution de la concentration en monoxyde d'azote lors de l'analyse FTIR de la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w et 30%w.....	59
Figure 51 : Evolution de la concentration en monoxyde de carbone, en éthylène et en méthane pour les formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w et l'EVA vierge lors de l'analyse au cône calorimètre.	60
Figure 52 : Résidu observé après l'analyse obtenue au cône calorimètre des formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w.....	60
Figure 53 : Concentration maximale enregistrée par FTIR lors d'une analyse au cône calorimètre de formulation chargée de polyphosphate d'ammonium.	60
Figure 54 : Evolution de la concentration en monoxyde d'azote, en ammoniac et en acide cyanhydrique pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20% lors de l'analyse au cône calorimètre.....	61
Figure 55 : Schématisation de l'aspect mécanistique de l'expansion et de la résistance du bouclier carboné en fonction de la concentration en ammoniac et en monoxyde d'azote observée au FTIR.....	62
Figure 56 : Propagation de la flamme sur un câble en EVA vierge en position horizontale.	63
Figure 57 : Propagation de la flamme sur un câble en EVA vierge en position verticale.	63
Figure 58 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA en position horizontale.	63
Figure 59 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA en position verticale.	64
Figure 60 : Vitesse de propagation de la flamme en position horizontale pour 1, 2 ou 3 câbles placés en parallèle.	64
Figure 61 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/ATH et EVA/ATH/FB en position horizontale.	65
Figure 62 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/ATH et EVA/ATH/FB en position verticale.	65
Figure 63 : Propagation de la flamme sur un câble en EVA/AP760 chargée à 20% comparée à la propagation de la flamme pour un câble en EVA vierge en position horizontale.	66
Figure 64 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/AP760 chargée à 20%w en position verticale.	66
Figure 65 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/AP760 chargée à 30%w en position horizontale (H) et en verticale (V).....	67
Figure 66 : Schémas de la structure pour l'étude de l'inflammation et de la propagation de la flamme en position horizontale.	71
Figure 67 : Schémas de la structure pour l'étude de l'inflammation et de la propagation de la flamme en position verticale.....	72
Figure 68 : Schémas du bloc d'alimentation.	73
Figure 69 : Système de fixation.	74
Figure 70 : Photo IR d'un conducteur soumis à une intensité importante.....	74
Figure 71 : Suivi de la température de la gaine isolante en fonction du temps à l'aide de thermocouples et par caméra thermique pour une formulation EVA/ATH/FB pour différentes intensités.	75
Figure 72 : Evolution de la température en fonction du temps, mesurée à l'aide de thermocouple et de la caméra thermique, dans un câble de longueur de 1000 mm et de diamètre de 1.00mm soumis à une intensité de 42A pour un montage horizontal.	76
Figure 73 : Photos de la caméra thermique des différentes configurations.....	76
Figure 74 : Evolution de la température du conducteur en fonction de l'intensité appliquée au conducteur.	77

Figure 75 : Evolution de la température du conducteur de diamètre 0,63mm soumis à une intensité de 14,6A.	78
Figure 76 : Température du conducteur en fonction du diamètre de câble pour différentes intensités et une longueur de conducteur de 0.52m +/-0.01m.....	78
Figure 77 : Evolution de la température de la gaine isolante en EVA lorsque le conducteur (0,63mm) est soumis à une intensité de 7,3A.....	79
Figure 78 : Evolution de la température de la gaine isolante en EVA lorsque le conducteur (0,63mm) est soumis à une intensité de 14,6A.....	79
Figure 79 : Température du polymère en fonction du diamètre de câble pour différentes intensités et une longueur de conducteur de 0.52m +/-0.01m.....	79
Figure 80 : Evolution de la température des différentes formulations de gaine isolante lorsque un conducteur de diamètre 0,63mm est soumis à une intensité de 32AeqA.	80
Figure 81 : Echantillons pour le passage au cône calorimètre/FTIR.....	81
Figure 82 : Temps d'inflammation de l'EVA obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre selon le protocole d'essai défini.	81
Figure 83 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre selon le protocole d'essai défini d'échantillon d'EVA avec conducteur avec ou sans application d'une intensité de 32Aeq.....	81
Figure 84 : Représentation des protocoles de test pour l'étude au cône calorimètre / FTIR.....	82
Figure 85 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA selon le protocole d'essai défini.....	83
Figure 86 : résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA 28 vierge selon le protocole d'essai défini.....	83
Figure 87 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA vierge couplé FTIR avec ou sans ignition forcée.	84
Figure 88 : Evolution de la concentration en acide acétique dans l'EVA en fonction du scénario.	85
Figure 89 : Représentation des résultats obtenus par FTIR d'EVA 28 avec conducteur soumis à une intensité de 60Aeq sans flux radiatif avec ignition forcée.....	86
Figure 90 : Résidu obtenue pour une plaque en EVA 28 avec conducteur soumis à une intensité de 60Aeq sans flux radiatif avec ignition forcée.	87
Figure 91 : Temps d'inflammation des différentes formulations comparées à l'EVA selon le scénario choisi.	88
Figure 92 : Pic de HRR des différentes formulations comparées à l'EVA selon le scénario choisi.	88
Figure 93 : Total Heat Release des différentes formulations comparées à l'EVA selon le scénario choisi.	88
Figure 94 : Différence d'expansion du bouclier charbonné selon les paramètres du test.	89
Figure 95 : Evolution de la concentration des gaz dégagés lors de l'analyse effectuée au cône calorimètre sans ignition forcée pour une formulation EVA/ATH sans conducteur.	90
Figure 96 : Evolution de la concentration en NO et NH3 pour la formulation EVA/AP760 30%w en fonction des différents scénarios.	91
Figure 97 : Temps d'inflammation et d'extinction de l'EVA et des formulations ignifuges lors du test au cône calorimètre sans flux radiatif avec I=60Aeq.....	91
Figure 98 : Evolution de la concentration des gaz dégagés lors de l'analyse effectuée lors du test au cône calorimètre sans flux radiatif avec I=60Aeq.	92
Figure 99 : Schématisation de l'aspect mécanistique proposé pour expliquer le décalage du temps d'inflammation de la formulation EVA/ATH/FB par rapport à la formulation EVA/ATH.	93
Figure 100 : Evolution de la concentration des gaz dégagés lors de l'analyse effectuée lors du test au cône calorimètre sans flux radiatif avec I=60Aeq.....	94
Figure 101 : Résidu observé après analyse au cône calorimètre/FTIR sans flux radiatif avec ignition forcée.	94
Figure 102 : Evolution de la vitesse de propagation en fonction de l'intensité appliquée au conducteur.	95
Figure 103 : Evolution de la température d'un conducteur nu sous convection naturelle de diamètre de 0.63mm soumis à une intensité de 60Aeq.	95
Figure 104 : Temps de début de délamination entre la gaine isolante en EVA et le conducteur soumis à une intensité de 60Aeq en position horizontale et verticale.....	96
Figure 105 : Evolution de la température de la gaine isolante en fonction du temps pour un câble en EVA soumis à une intensité de 32eqA.....	96
Figure 106 : Evolution de la vitesse de propagation de la flamme en fonction du moment d'ignition.	97
Figure 107 : Evolution de la température du conducteur et de la gaine isolante en EVA soumis à une intensité de 32Aeq et de la configuration horizontale ou verticale.	97
Figure 108 : Evolution de la température des formulations de gaine, lorsque le câble est soumis à une intensité de 32Aeq.	98

Figure 109 : Suivi de la vitesse de propagation de la formulation EVA / AP760 (80% / 20%w) par rapport à l'EVA en position horizontale pour différentes intensités.	98
Figure 110 : Distance détruite par la flamme en configuration verticale avant délamination de la gaine enflammée en fonction de l'intensité appliquée pour une formulation EVA (80%w) / AP760 (20%w).	98
Figure 111 : Délamination du bouclier carboné pour une câble possédant une gaine isolante en EVA/AP760 (70%w / 30%w) sous une intensité de 32Aeq soumis à la flamme.....	99
Figure 112 : Temps de délamination de différentes formulations de gaine isolante de câble électrique en position horizontale lorsque l'on applique une intensité de 60Aeq au conducteur.	99
Figure 113 : Temps de délamination de différentes formulations de gaine isolante de câble électrique en position verticale lorsque l'on applique une intensité de 60Aeq au conducteur.	100
Figure 114 : Comportement d'une gaine isolante en EVA contenant de l'ATH (60%w) et du borate de zinc (5%w).	100
Figure 115 : Représentation d'un scénario d'incendie causé par un dysfonctionnement d'un câble électrique. (Source des images : http://www.lalerteur.fr/index.php?id=13).	102
Figure 116 : Scénario théorique d'auto inflammation d'un câble électrique par apparition d'un arc électrique.	103
Figure 117 : Expérimentation du scénario d'étude de l'allumabilité par apparition d'arc électrique.	104
Figure 118 : Scénario théorique d'auto inflammation du scénario d'étude de l'allumabilité par échauffement important.	105
Figure 119 : Structure permettant l'étude de l'allumabilité des formulations.	105
Figure 120 : Temps nécessaire pour l'inflammation d'un échantillon en EVA selon les conditions d'essais spécifiés.	106
Figure 121 : Photos des échantillons avant et après le test d'allumabilité.	107
Figure 122 : Schémas représentant l'étude de la résistance au feu.	107
Figure 123 : Module permettant l'étude de la résistance à la flamme des formulations.	108
Figure 124 : Temps de court-circuit d'un câble en EVA soumis à la flamme.	108
Figure 125 : Photos des échantillons avant et pendant la mise à la flamme.	109
Figure 126 : Schéma de l'étude de la résistance au cône calorimètre.	114
Figure A1.1 : Schéma représentant le moule spécifique pour la réalisation d'échantillon.	117
Figure A1.2 : Schéma représentant un tendeur.	117
Figure A1.3 : Schéma représentant un guide.	118
Figure A1.4 : Montage partiel du moule.	118
Figure A2.1 : Montées en température du thermocouple pour la caractérisation de la flamme.	121
Figure A5.1 : Schématisation de la variation de la température d'un câble soumis à un profil de courant continu à gauche et de courant alternatif à droite.	169
Figure A5.2 : Schéma du bloc de sécurité permettant l'alimentation de câble.	170
Figure A6.1 : Représentation du montage pour le test au cône calorimètre.	173
Figure A6.2 : Schémas du montage.	173
Figure A6.3 : Représentation du protocole de mesure de la propagation de la flamme.	174
Figure A6.4 : Caractéristiques de l'échantillon.	174
Figure A6.5 : Schéma spécifiant la mise en place du conducteur.	175
Figure A6.6 : Schéma du module de test pour l'étude de l'allumabilité.	175
Figure A6.7 : Schéma du module de test pour l'étude de la résistance à la flamme.	176
Figure A6.8 : Schéma représentant les connexions au bloc d'alimentation pour l'étude de la résistance à la flamme. ..	176

Liste des tableaux :

Tableau 1 : Spécification des matériaux utilisés pour l'âme de câble électrique.....	16
Tableau 2 : Conductivité thermique, température maximale d'utilisation et température de décomposition de quelques polymères.....	18
Tableau 3 : Illustration des types de contraintes subies par les matériels électriques.....	19
Tableau 4 : Pouvoir calorifique de quelques matériaux polymères, gaz, et liquide inflammable.....	24
Tableau 5 : Diamètres ou sections de différents conducteurs en fonction de l'utilisation dans le domaine électrique.....	25
Tableau 6 : Système de classification EUROCLASSE pour les câbles électriques.....	33
Tableau 7 : Principaux modes d'action des ignifugeants.....	333
Tableau 8 : Caractéristiques de différents diamètres de fil de cuivre.....	37
Tableau 9 : Caractéristiques de l'EVATANE® 28-05.....	38
Tableau 10 : Propriétés de l'APYRAL®.....	38
Tableau 11 : Propriétés de Firebrake 500 de RTM®.....	39
Tableau 12 : Propriétés de l'Exolit AP 760.....	39
Tableau 13 : Présentation des différentes configurations réelles des câbles selon le programme FIPEC.....	47
Tableau 14 : Définition des valeurs de répétabilité pour l'étude au cône calorimètre.....	49
Tableau 15 : Résumé des scénarios feu pour l'étude de l'inflammabilité et de la propagation.....	70
Tableau 16 : Résumé des scénarios feu pour l'étude au cône calorimètre.....	70
Tableau 17 : Intensités équivalentes en fonction du diamètre de câble.....	77
Tableau 18 : Définition des intensités équivalentes.....	80
Tableau 19 : Protocole de test pour l'étude au cône calorimètre / FTIR.....	82
Tableau 20 : Protocole de test pour le suivi de l'inflammabilité et la propagation de la flamme.....	97
Tableau 21 : Résultats obtenus pour l'étude de l'allumabilité.....	106
Tableau 22 : Résultats obtenus pour l'étude de la résistance au feu.....	109
Tableau A5.1: Résumé des effets du courant alternatif sur l'homme.....	169

Lexique/Glossaire.

Lexique

A	Ampère.
ATH	Hydroxyde d'aluminium.
AP 760	Polyphosphate d'ammonium.
BT	Basse tension.
CEI	Commission électrotechnique internationale.
CENELEC	Comité européen de normalisation électrique.
CNET	Centre National d'Études des Télécommunications.
DR	Différentiel résiduel.
DTA	Analyse thermogravimétrique
EDF	Electricité De France.
EPDM	Ethylene propylene diene monomere.
EPM	Ethylenpropylene material.
EPR	Ethylene propylène rubber, caoutchouc Ethylene-propylene.
ERP	Établissement recevant du public.
EVA	Éthylène-acétate de vinyle
FB	Borate de zinc : firebrake500.
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.
GC	Chromatographie gazeuse.
HFFR	Halogen-free flame retardant.
HT	Haute tension.
HTA	Haute tension A.
HTB	Haute tension B.
IDLH	Immediately dangerous to life or health.
IEEE	Institute of Electrical and Electronics Engineers.
IGH	Immeuble de grande hauteur.
PA	Polyamide.
PE	Polyéthylène.
PEBD	Polyéthylène basse densité.
PEHD	Polyéthylène haute densité.
PHRR	Peak heat release rate.
PR	Polyéthylène réticulé.
PS	Polystyrène.
PTFE	Polytétrafluoroéthylène.
PUR	Polyuréthane.
PVC	Polychlorure de vinyle.
STA	Analyse thermique simultanée.
TG	Analyse thermogravimétrique.
THR	Total heat release.
THT	Très haute tension.
UL	Underwriters Laboratories (laboratoires des assurances des États-Unis).
UTE	Union technique de l'électricité et de la communication.
V	Volt.
V.A	Voltampère.
VA	Acétate de vinyle.
VSP	Volume of smoke production.
W	Watt.

Glossaire.

Les **courts-circuits** résultent de contact d'impédance quasi nul entre des éléments conducteurs portés à des potentiels différents.

L'**effet de peau** ou effet pelliculaire (ou plus rarement effet Kelvin) est un phénomène électromagnétique qui fait que, à fréquence élevée, le courant a tendance à ne circuler qu'en surface des conducteurs. Ce phénomène d'origine électromagnétique existe pour tous les conducteurs parcourus par des courants alternatifs. Il provoque la décroissance de la densité de courant à mesure que l'on s'éloigne de la périphérie du conducteur. Il en résulte une augmentation de la résistance du conducteur.

L'**inflammabilité** est « l'aptitude d'un matériau ou d'un produit à brûler avec flammes dans des conditions d'essai spécifiées ».

L'**intensité** correspond au débit de charges électriques, c'est à dire dans un fil aux nombres d'électrons qui traversent une section du fil par unité de temps. L'intensité s'exprime en ampère (A) ou encore en Coulomb par seconde (C/s).

La **permittivité**, ou plus précisément la permittivité diélectrique, décrit la réponse d'un milieu donné à un champ électrique appliqué. Elle est encore appelée tension de claquage ou tension disruptive.

Le **pouvoir calorifique** ou **chaleur de combustion** est l'énergie dégagée sous forme de chaleur par la réaction de combustion complète par le dioxygène de 1 kg de ce combustible s'il est solide ou liquide, de 1m³ s'il est gazeux.

Le **pouvoir calorifique supérieur** (PCS ; en anglais higher heating value : HHV) est une propriété des combustibles. Il s'agit de la « quantité d'énergie dégagée par la combustion complète d'une unité de combustible, la vapeur d'eau étant supposée condensée et la chaleur récupérée ».

La **puissance active** (ou puissance moyenne) est la moyenne temporelle de la puissance instantanée.

La notion de **réaction au feu** des matériaux correspond à l'alimentation et au développement de l'incendie provoqué par la combustion d'un produit. L'objectif consiste à limiter la contribution d'un matériau au développement d'un incendie.

Le terme **recuit** désigne dans le cas des métaux non ferreux, un traitement thermique destiné à adoucir le métal en éliminant l'écrouissage. C'est le traitement qui confère aux alliages le maximum de malléabilité.

La **résistance au feu** consiste à compartimenter le feu dans un espace pour éviter sa propagation. Ce qui correspond à la durée pendant laquelle un produit peut assurer sa fonction malgré l'action de l'incendie.

La **résistivité** traduit l'aptitude du matériau à résister au passage du courant sous une contrainte en tension. Elle correspond à la résistance d'un tronçon de matériau de 1 m de longueur et de 1m² de section et est exprimée en ohm-mètre ($\Omega \cdot m$). On distingue la résistivité de surface de la résistivité de traverse ou de volume.

On appelle **scénario feu**, d'après la norme CEI 695-4, « la description détaillée des conditions, y compris de l'environnement, dans lesquelles se déroulent une ou plusieurs étapes d'un feu réel à un emplacement spécifique ou d'une simulation dans un essai en vraie grandeur depuis la situation avant l'allumage jusqu'à la fin de la combustion ».

On appelle **surcharge** une consommation d'intensité supérieure à l'intensité nominale du circuit en l'absence de défauts électriques. Cela peut être dû à un nombre trop important de consommateurs branchés sur ce circuit (lampe, prise...) ou encore à la consommation excessive d'un actionneur (moteur). Suivant son importance, le circuit peut la supporter pendant un temps plus ou moins long. Le risque principal est la destruction de l'isolant.

Une **surintensité** est une augmentation dangereuse du courant électrique parcourant un conducteur ou absorbé par un appareil d'utilisation. Il existe deux types de surintensité : la surcharge et les courts-circuits.

La **tension électrique** est une différence de potentiel entre deux points d'un circuit.

Introduction générale.

Depuis la plus haute Antiquité, l'homme a été confronté au péril du feu. Homère nous raconte dans l'Illiade, la destruction de la ville mythique de Troie dans un gigantesque incendie, au terme de la guerre qui aurait opposé au XIIe siècle av. J.-C, les Grecs d'Achille aux Troyens de Priam. Depuis cette date fort reculée, la liste est longue des villes ou des monuments détruits lors de grands incendies dont le souvenir s'est perpétué au fil des siècles. De nos jours, des événements plus ou moins récents ont montré les effets catastrophiques des incendies, pour les personnes et les biens (figure 1).



Figure 1 : Pertes économiques totales (* conversion en Euro le 28/10/2013) et décès provoqués par les incendies [1].

Dans les logements, aux Etats Unis de 2007 à 2011, il a été établi que la distribution d'électricité est responsable de 7% des incendies [1]. Selon la NFIRS (Fire Administration's National Fire Incident Reporting System), les feux électriques entraînent environ 360 décès, 1.000 blessés, et 995 millions de dollars de dommage chaque année aux Etats Unis. Près de la moitié (47%) de ces incendies est causée par le câblage électrique d'un bâtiment. Cependant, les résultats sur la recherche des causes montrent que le câblage électrique typique des ménages représente une source d'inflammation peu probable, ce qui contredit les statistiques ci-dessus. Ils précisent, que la source d'allumage est la dégradation thermique de l'isolant du câble électrique jusqu'à la formation d'un arc électrique. Leur conclusion est, que les surcharges de courant, qui sont nécessaires pour dégrader la gaine isolante du câble, dépassent les capacités typiques des circuits résidentiels de plusieurs centaines de pour cent. Suite à de nombreux retours d'expérience, il n'est pas possible de différencier les défauts formés à la suite d'un incendie de câbles électriques sous tension de ceux causés par un défaut électrique pouvant entraîner un incendie. Par conséquent, il existe une possibilité, pour qu'une partie des incendies ait, tout de même, été initiée par un défaut de câble électrique [2]. De nos jours, l'amélioration des performances feu de la câblerie est nécessaire pour permettre une réduction notable du nombre de décès et des pertes financières provoquées par les incendies. Plusieurs réglementations imposent l'utilisation de câble électrique dont la formulation de la gaine isolante est retardée à la flamme. De nombreuses normes ont donc été établies dans le but de valider la performance du câble vis-à-vis du feu. Cependant, lors d'un incendie, le câble qu'il soit victime ou responsable de l'incendie, est le plus souvent sous tension. Or, les différentes normes ne prennent pas en compte cette caractéristique qui peut jouer un rôle important dans le comportement au feu du câble électrique.

Face à ce constat, l'étude présentée dans ce mémoire concerne le développement et la validation à l'échelle laboratoire de tests d'évaluation du comportement au feu des gaines de câble électrique basse tension. L'objectif de ces tests est, dans un premier temps, la visualisation de l'impact de la mise sous tension des câbles vis-à-vis d'un incendie, et dans un second temps, la comparaison de formulations présentant une amélioration du comportement au feu.

Ce mémoire est organisé selon le plan suivant :

La première partie consiste à exposer l'état de l'art du risque feu appliqué aux câbles électriques. Nous aborderons les causes et les conséquences d'une défaillance qui nous conduiront à divers scénarios feu impliquant les câbles électriques. Nous parlerons ensuite de la réglementation et de la normalisation des câbles électriques vis-à-vis du risque incendie. La fin de cette première partie sera consacrée aux nouvelles formulations ignifuges utilisées comme gaines isolantes de câble électrique répondant au durcissement de la réglementation incendie.

La deuxième partie présente les matériaux et les formulations utilisés dans le cadre de notre étude, les équipements développés pour la mise en œuvre des échantillons. Nous décrirons deux méthodologies basées sur un modèle feu existant pour la caractérisation du comportement au feu des formulations.

La troisième partie est dédiée à l'étude du comportement au feu des formulations à l'aide des méthodologies décrites précédemment. Ces deux études correspondent à une étude au cône calorimètre avec un flux radiatif de 35KW/m^2 et une étude de la propagation de la flamme.

La quatrième partie concerne le développement de tests originaux adaptés des méthodologies expérimentales basées sur un modèle feu existant. L'originalité de ces tests est l'application de différentes intensités aux échantillons lors des différentes études permettant de visualiser l'impact de l'alimentation électrique lors d'un incendie. En effet, dans la majorité des scénarios incendies, impliquant des câbles électriques, on constate que ceux-ci peuvent être alimentés par différentes intensités.

La dernière partie est consacrée à l'élaboration de nouvelles méthodologies de test basé sur de nouveau modèle feu. Ces tests complètent l'étude du comportement au feu des gaines isolantes de câble électrique. Ils permettent la comparaison du potentiel d'allumabilité et de la résistance au feu de la formulation utilisée comme gaine isolante de câble électrique.

Chapitre 1 :
Etat de l'art :
Les câbles électriques, victime ou
responsable d'un incendie ?

Depuis l'apparition des premiers systèmes électroniques, le câble électrique fut le premier support physique permettant de faire circuler un courant électrique. Ces câbles sont omniprésents dans beaucoup de domaines où l'acheminement de l'énergie et de l'information est nécessaire pour garantir le bon fonctionnement d'un système. Nous aborderons, dans ce premier chapitre, les caractéristiques d'un câble électrique. Celui-ci est toujours d'actualité et a connu des modifications intrinsèques permettant de s'adapter aux contraintes électriques et environnementales de plus en plus sévères. Les matériaux, au sens large, ont joué un rôle prépondérant dans ces évolutions. Nous parlerons ensuite des causes et des conséquences de défaillance des câbles électriques et plus particulièrement du risque incendie. On verra les différentes causes susceptibles de mener à un départ d'incendie et les conséquences qui y sont liées. Puis, nous décrirons les règlements et les codes normatifs qui ont été élaborés dans de nombreux pays afin d'assurer un niveau de sécurité-incendie acceptable pour la société. L'accent est mis principalement sur les bâtiments et les véhicules de transport, où le risque de perte de vie est important en cas d'incendie. Ce chapitre se terminera sur l'ignifugation des matériaux constituant la gaine isolante du câble électrique.

1. Les câbles électriques : Généralités.

Aujourd'hui, l'histoire des câbles isolés électriques est plus que centenaire. Trois principaux courants technologiques se sont développés depuis l'origine : les câbles isolés au papier imprégné, les câbles à isolation synthétique extrudée et les câbles à isolation gazeuse [3]. En France, les câbles à isolant synthétique extrudé couvrent aujourd'hui tous les besoins, de la basse tension jusqu'aux plus hautes tensions (400 kV, 500 kV). Cela avec une facilité de mise en œuvre et d'exploitation inégalée et une fiabilité très satisfaisante [4]. Les câbles électriques ont évolué de manière extrêmement importante au cours des 5 à 10 dernières années. Leurs constitutions sont très différentes suivant leurs applications et leurs tensions d'utilisation. Il est important, en fonction du domaine d'utilisation, de définir le choix du dimensionnement du câble et de la technologie. Celui-ci est réduit à un conducteur entouré d'un isolant pour certains câbles BT (Basse Tension) alors que pour certains câbles spéciaux HTB (Haute Tension B), on peut trouver plus de 10 composants successifs [4] (figure 2).

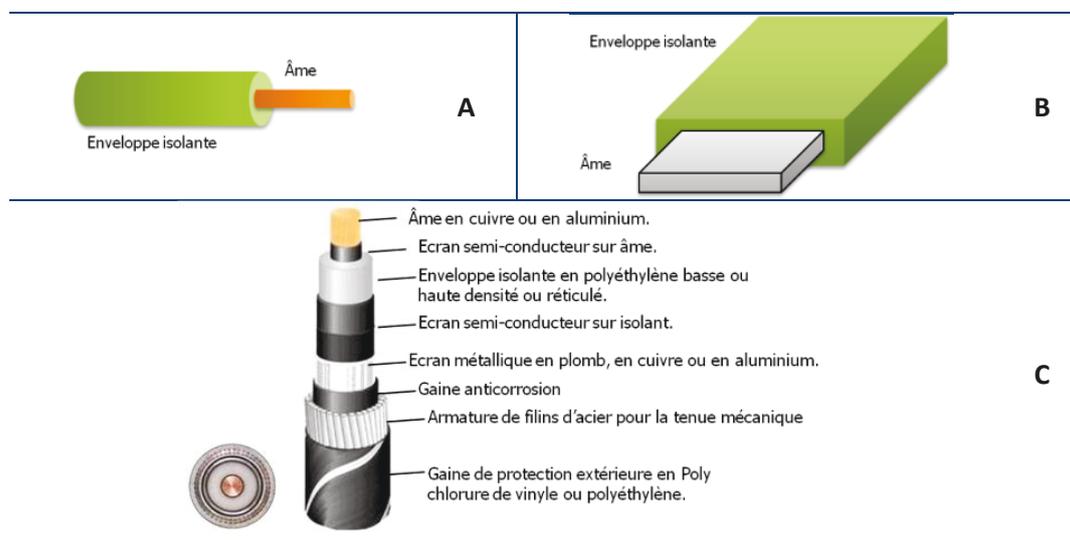


Figure 2 : Schémas de câble électrique. [3]

Les technologies de câble sont variées et la description de la structure coaxiale, que l'on appelle traditionnellement unipolaire, bien que se généralisant, n'est pas la seule, en particulier pour les câbles BT (Basse Tension) et HTA (Haute Tension A). Les âmes conductrices sont soit massives, cela n'est possible que pour des sections inférieures ou égales à $1\,200\text{ mm}^2$, généralement en aluminium, soit câblées formées d'un assemblage de fils individuels (figure 3). Pour l'utilisation du câble pour le transport d'énergie sous tension alternative et les très fortes sections, l'âme

conductrice est le plus souvent segmentée. La section circulaire est divisée en segments câblés individuellement et isolés les uns des autres afin de réduire sensiblement les pertes par effet de peau.

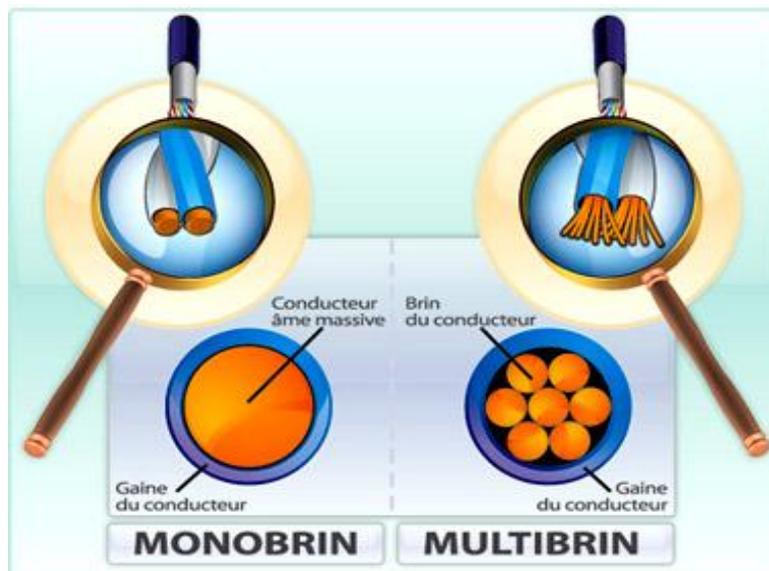


Figure 3 : Schémas de câble monobrin et multibrin.

La mise au point et le dimensionnement des câbles font appel à de nombreuses disciplines : électricité, chimie, thermique, mécanique... L'âme doit être dimensionnée en prenant en compte la plus contraignante des conditions suivantes :

Le courant maximal admissible en régime permanent ou discontinu.

Le courant maximal admissible en régime de court-circuit.

La chute de tension maximale admissible (surtout pour les réseaux BT).

En plus de la technologie, il s'avère important de définir les matériaux utilisés pour la conception du câble. Ils sont définis par un cahier des charges qui décrit les besoins du système, l'environnement d'utilisation, les contraintes économiques et contraintes réglementaires. Le métal utilisé pour le conducteur et l'écran enveloppant l'isolant a évolué au cours des dernières décennies. Jusqu'aux années 1970, le cuivre a été le seul matériau utilisé pour conduire l'énergie électrique dans l'âme [5]. Ensuite, l'aluminium a parfois remplacé le cuivre dans la partie centrale du câble. Plus léger et plus économique, l'aluminium présente toutefois une conductivité moins grande que le cuivre. À capacité de transport équivalente, une âme en aluminium doit avoir une section plus grande qu'une âme en cuivre. Aujourd'hui, les âmes des câbles isolés sont réalisées à partir de cuivre électrolytique recuit ou d'aluminium écroui 3/4 dur. Les spécifications internationales de ces métaux (tableau 1), sont reprises dans les normes françaises NF C 30-010 pour le cuivre et NF C 31-122 pour l'aluminium [6].

Tableau 1 : Spécification des matériaux utilisés pour l'âme de câble électrique [4].

Caractéristiques	Cuivre recuit	Aluminium écroui 3/4 dur
Résistivité électrique ($\Omega \cdot m$)	1.724 10-8	2.8264 10-8
Coefficient de variation de température. (K^{-1})	3.93 10-3	4.03 10-3
Contrainte à la rupture (MPa)	200 à 250	120 à 180
Allongement à la rupture (%)	30 à 85	0.5 à 3.2
Masse volumique ($kg \cdot dm^{-3}$)	8.89	2.70
Coefficient de dilatation linéique (K^{-1})	17 10-6	23 10-6

Pour deux âmes de même résistance et de même longueur, le rapport des sections d'aluminium et de cuivre est de 1,64 et le rapport des masses est de 1/2. L'aluminium paraît donc préférable tant que son prix n'est pas le double de celui du cuivre. Toutefois, le diamètre de l'âme en aluminium étant 1,28 fois celui de l'âme en cuivre équivalent, il y a lieu de prendre également en compte l'augmentation des masses des autres constituants (isolant, écran, gaine...). L'aluminium

demeure généralement le plus économique pour toutes les sections d'âme, jusqu'aux tensions les plus élevées [4]. Il est important de prendre en considération, dans le choix de l'âme ou de l'écran métallique, l'évolution des propriétés du métal en fonction de l'environnement et des éventuelles défaillances. Prenons l'exemple du cuivre qui présente différents états d'oxydation et dont les propriétés physiques, comme la résistivité électrique et la conductivité thermique, évoluent significativement en fonction de la température [7]. De même, en fonction des contraintes appliquées aux câbles, il est important d'utiliser un matériau isolant adapté. La fonction d'isolation dans les câbles électriques doit être étudiée à la conception en tenant compte de l'environnement (au sens large du terme) dans lequel va évoluer le système. Cette conception doit répondre au cahier des charges fonctionnelles, au cahier des charges environnementales et doit satisfaire à une troisième composante qui est la recherche de l'optimum technico-économique. Le cahier des charges environnementales est lié aux textes réglementaires en matière de préservation de l'environnement et de sécurité des biens et des personnes. L'ensemble de toutes ces contraintes influe de façon non négligeable sur la conception du système. Le cycle de conception de la fonction isolation répond à un processus complexe (figure 4). La démarche doit donc reposer sur des approches méthodologiques permettant l'analyse de l'ensemble des paramètres et la définition du meilleur système d'isolation en fonction de l'usage du produit. Il faut ajouter, à ce propos, que dans un matériel électrique, ce n'est pas toujours la tenue électrique qui est la plus difficile à maîtriser. La difficulté est liée à l'interaction de toutes les autres contraintes pouvant influencer la tenue du système d'isolation dans son ensemble. Il est également nécessaire d'appréhender systématiquement à la conception du matériel, l'évolution des propriétés de celui-ci causée par le vieillissement du système. L'étude des caractéristiques du matériau isolant est nécessaire, mais pas suffisante, car ce dernier entre dans la constitution d'un matériel et c'est l'étude du système global qui doit être réalisée à la conception [6].

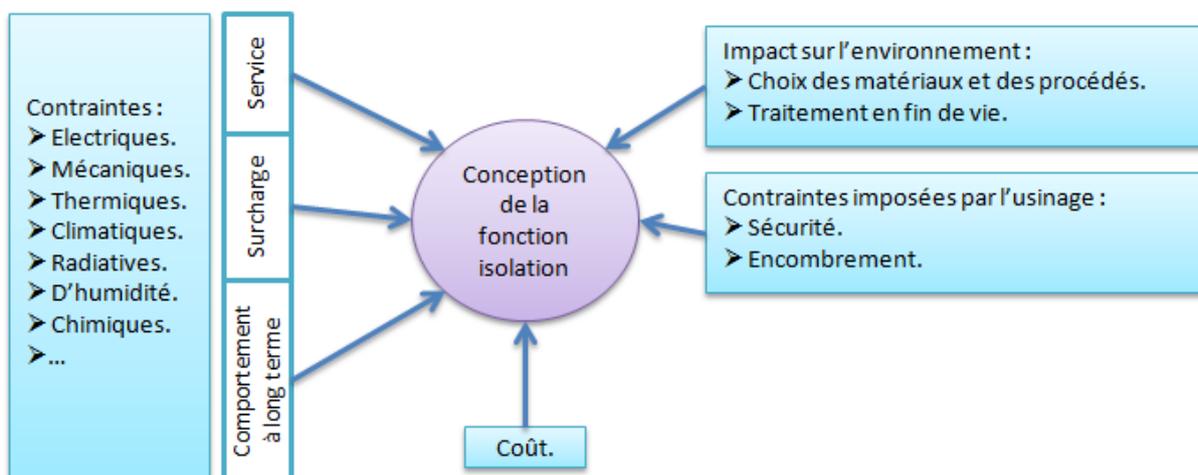


Figure 4 : Contraintes de conception d'un système d'isolation. [6]

Pour répondre aux besoins d'amélioration de certaines caractéristiques des câbles, de nombreuses formulations de matériaux isolants ont été développées. De ces spécifications, on peut citer : un comportement amélioré au feu, une résistance aux radiations, une résistance aux produits chimiques ou à des températures élevées, une modification de leurs propriétés mécaniques en modifiant par exemple leurs modules d'élasticité par l'incorporation ou non de fibre. Au bilan, l'évolution des matériaux constituant la gaine isolante de câble électrique, cumulée sur près d'un siècle, a été considérable. Ces matériaux constituent, sans aucun doute, les facteurs clés du développement des matériels électrotechniques de demain. Les matériaux isolants sont parmi ceux dont le choix et l'emploi posent les problèmes les plus délicats à résoudre dans la conception, la réalisation et l'exploitation. En effet, les isolants constituent une grande famille de par leur nature, qui se présentent sous différentes formes et ont des propriétés diverses et variées. De plus, la fonction d'isolation électrique est primordiale, en ce sens qu'elle est l'une des conditions

fondamentales du fonctionnement des matériels de transport et de distribution d'énergie électrique [7]. L'abandon des câbles isolés au papier imprégné d'huile au profit des câbles à isolant synthétique est dû à plusieurs facteurs. De ces derniers, on peut citer une capacité de transport plus importante, l'absence de fuite d'huile et des pertes diélectriques plus faibles. De plus, les câbles à isolant synthétique limitent, par rapport aux câbles isolés au papier imprégné d'huile, les conséquences lors d'un incendie. De par ces propriétés, l'utilisation de matériaux organiques dans l'isolation électrique présente plusieurs avantages. On peut citer leurs excellentes propriétés électriques (rigidité, permittivité), une résistivité élevée [8] et une bonne tenue mécanique et tribologique (usure). Ajoutons à cette liste, leur mise en œuvre facile, leur faible poids et pour certains, la possibilité de recyclage. Ce sont également de très bons isolants thermiques. Leur conductivité thermique est très faible (de l'ordre de 0.03 W/m.K) comparée à celle du cuivre (386W/m.K) ou à celle de l'aluminium (204W/m.K) [9] (tableau 2). La température maximale d'utilisation des systèmes électriques sera déterminée par le matériau le plus sensible. Dans le cas des câbles électriques, celle-ci est limitée par la température maximale d'utilisation de la formulation constituant la gaine isolante (tableau 2).

Tableau 2 : Conductivité thermique, température maximale d'utilisation et température de décomposition de quelques polymères [10] [11].

Polymères	Conductivité thermique W/m.K à 20°C	Température max d'emploi (en continu) °C	Température de décomposition °C
PA6.6	0.23-0.25	120	340
PC	0.19-0.24	120	420
PVC	0.13-0.17	70 à 95	200
PE	0.1721	80	335
PTFE	0.234-0.25	260	350 (perte de masse 0.001%)
PS	0.105-0.128	85	285

Dans le domaine de la câblerie, le polyéthylène utilisé pur ou réticulé a surtout occupé le devant de la scène. Mais, l'emploi d'autres polymères s'est également développé. Grâce à la combinaison de ses bonnes propriétés diélectriques et de son comportement au feu, le PVC occupe une position forte dans le secteur de l'électricité [12]. Il sert comme isolant pour la filerie et les câbles d'installation intérieure. Le caoutchouc éthylène-propylène est surtout réservé aux applications spéciales, telles que les câbles souples BT et HTA. Ce matériau présente une excellente résistance à l'ozone et aux intempéries et possède une grande souplesse. On doit souligner son excellente résistance aux décharges partielles et superficielles ainsi qu'aux radiations ionisantes. Le caoutchouc de silicone est utilisé essentiellement en BT, pour certaines applications, dans la marine et l'aviation, où la température de l'environnement est très élevée. Il résiste bien à l'ozone, à la lumière, à la chaleur, aux huiles et il est utilisable entre -80°C et $+250^{\circ}\text{C}$. C'est un bon isolant, se transformant, quand le câble brûle, en une masse compacte de silice qui maintient l'isolement. Le copolymère éthylène-acétate de vinyle ou EVA (de l'anglais ethylene-vinyl acetate) représente une classe importante de matériaux pour la sécurité-incendie, en particulier en remplacement du PVC dans l'industrie du câble [13]. Ce polymère présente un caractère plus élastomère que le polyéthylène. Cela permet plus de flexibilité et une meilleure tenue aux chocs, même à basse température. Il tolère des charges élevées tout en conservant ses propriétés de flexibilité. Il est fréquemment formulé avec de grandes quantités de charge inorganique, comme du trihydroxyde d'aluminium (ATH) ou de l'hydroxyde de magnésium (MH) pour améliorer son comportement au feu [14].

Le transport d'énergie a été un des moteurs qui a permis le développement de la société. L'avancée des techniques de fabrication des matériaux polymères et de la technologie même du câble ont joué un rôle important dans le déploiement du réseau électrique. Aujourd'hui, les câbles à isolant synthétique extrudé couvrent tous les besoins courants de la basse tension jusqu'aux plus hautes tensions de transport actuelles (400 kV, 500 kV dans certains pays). L'utilisation de matériaux de plus en plus performants a permis l'augmentation de la capacité de transport afin de répondre au besoin de développement de la société. Dans cette démarche, il a été nécessaire de prendre en compte l'aspect sécurité du transport d'énergie et particulièrement le risque incendie encore très

présent aujourd’hui. Les essais d’environnement font partie des outils qui permettent de valider l’adéquation entre un produit et les conditions d’utilisation visées. Afin d’éviter tout risque, il est nécessaire d’utiliser une installation électrique dimensionnée au besoin utile et conforme aux normes. Pour cela, il est important de prendre en compte la puissance maximale admissible et l’isolation du système. Malgré ces précautions, les câbles électriques sont une source potentielle d’incident et peuvent être la cause d’un incendie.

2. Les causes et les conséquences de la défaillance d’un câble électrique.

2.1. Les causes de défaillance d’un câble électrique.

L’origine des incendies est souvent attribuée à l’électricité, faute de renseignement plus précis ou lors d’enquête incomplète. Le court-circuit est le plus souvent évoqué, alors qu’il est généralement la conséquence d’un début d’incendie et provient d’une autre cause. En réalité, on confond le plus souvent le court-circuit, qui est rare, avec d’autres incidents d’origine électrique, dont il peut être une conséquence. Étant donné l’état des lieux et des matériels après un incendie, il est difficile de retracer chronologiquement l’ordre des facteurs. Après de nombreux retours d’expérience, il a été établi que le matériel électrique en fonctionnement peut être à l’origine d’incendie, par le biais de divers mécanismes [15]. La défaillance des câbles est souvent due à la rupture diélectrique (ou claquage) du matériau isolant provoquée par l’application de contraintes (variation importante de la température, vibration, humidité...). Même si la fiabilité est une priorité pour les fabricants de câble et les exploitants du réseau, les incidents sont inévitables. On peut classer les défauts affectant les câbles électriques en deux catégories : les défauts d’origine externe et les défauts d’origine interne.

Les défauts d’origine externe sont causés par des agressions externes. Ces défauts touchent indifféremment toutes les technologies de câble. Ils peuvent être provoqués par une agression mécanique externe, une pénétration d’eau au niveau du complexe externe, un défaut de montage d’un accessoire ou à un échauffement externe [15], [16]. Les défauts d’origine interne sont provoqués par le vieillissement et les contraintes diélectriques auxquelles les câbles sont soumis. Ces défauts sont principalement dus à un défaut de fabrication qui n’a pas été décelé lors des essais de réception en usine ou à l’environnement et aux contraintes d’utilisation [17]. Les composants et matériels électriques étant utilisés dans des secteurs d’activité très différents peuvent, par conséquent, être soumis à des environnements variés tant au niveau du nombre de contraintes présentes que de leurs niveaux (tableau 3).

Tableau 3 : Illustration des types de contraintes subies par les matériels électriques [6].

Exemples	Contrainte due au champ électrique	Contrainte thermique	Contrainte mécanique	Contrainte radiative	Contrainte due à l’humidité	Contrainte climatique
Câble d’énergie	XXX	XX	X	/	XX	/
Câble de centrale nucléaire	X	X	X	XXX	X	
Extrémité de câble	XXX	XX	X	/	XX	XXX
Câble isolé aérien	X	X	XX		XX	XXX
	/ pas de contrainte	X faible contrainte	XX forte contrainte		XXX contrainte très importante	

Les défaillances subies par le câble électrique sont susceptibles d’engendrer des échauffements, l’apparition d’étincelles ou d’arcs électriques et des courts-circuits et par la suite le claquage de la gaine isolante d’un câble électrique.

Les échauffements peuvent provenir de différentes sources selon la puissance d'alimentation, le champ électrique appliqué, la composition du conducteur mais aussi selon la composition de l'isolant. L'échauffement causé par effet joule n'est pas le seul qui se produit dans les câbles électriques (figure 5). L'existence de porteur de charge dans le matériau isolant implique la naissance d'un courant de conduction. Ce phénomène va provoquer un mécanisme de perte qui conduira à un échauffement [15].

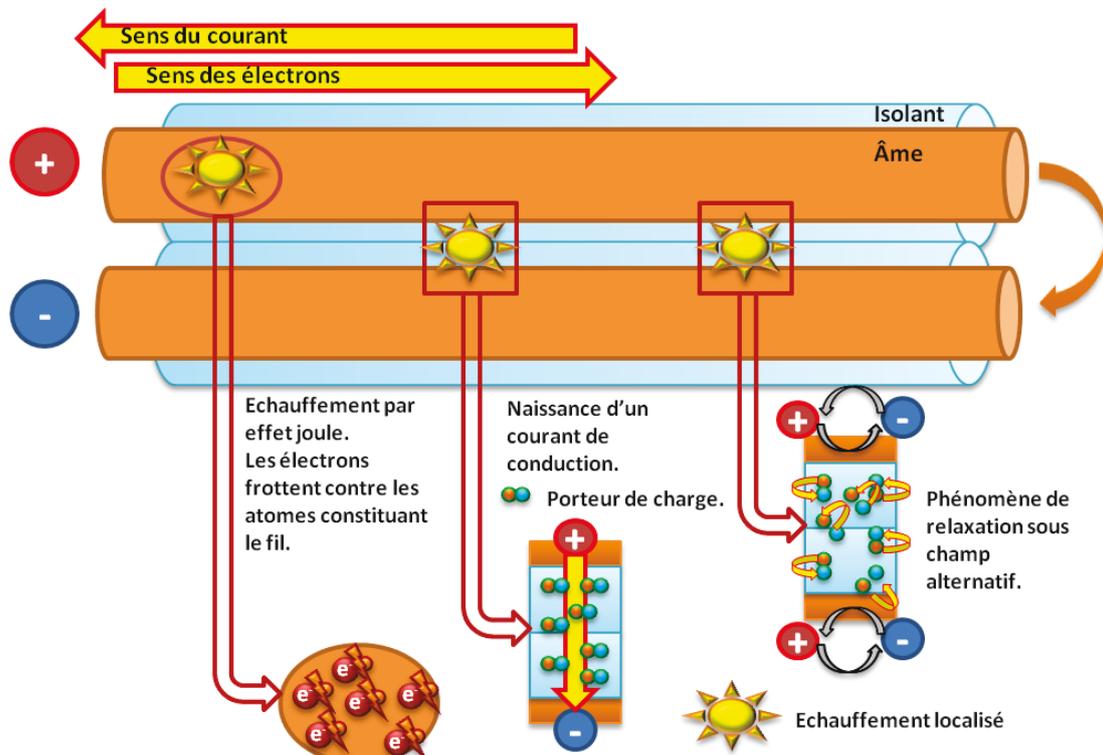


Figure 5 : Schéma représentant les différents mécanismes provoquant un échauffement dans un câble électrique.

Les arcs sont souvent dus à une baisse des qualités diélectriques d'un isolant, à un dépôt de poussières conductrices ou à la présence d'humidité (figure 6). Ces phénomènes vont créer un amorçage superficiel qui devient un pont conducteur de résistance progressivement décroissante. Ces arcs peuvent également être dus à des surtensions. Les arcs développent instantanément des énergies pouvant être considérables et conduire à des courts-circuits. Si le milieu environnant (air, isolant liquide ou gazeux) n'est pas rapidement régénéré, l'arc subsiste jusqu'à l'intervention des protections ou la destruction des matériels. Par ailleurs, la fusion des parties métalliques, de même que l'énergie dégagée, peuvent enflammer les matières combustibles situées à proximité (isolants électriques ou autres matériaux) [18].

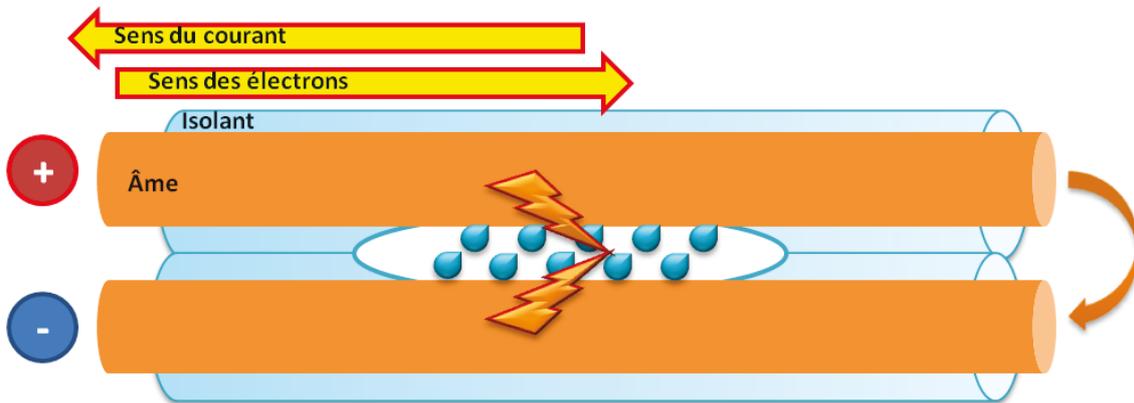


Figure 6 : Schéma représentant le claquage dû à la présence d'humidité entre deux conducteurs.

Le court-circuit est défini comme une « surintensité produite par un défaut d'isolement ayant une impédance négligeable entre des conducteurs actifs présentant une différence de potentiel en service normal » [19]. Cette mise en contact de conducteurs peut provenir d'une action humaine malencontreuse comme le poinçonnement d'un câble ou provenir d'un mécanisme de rupture par avalanche (figure 7). Cette rupture implique, par exemple, un électron initialement injecté à la cathode. Celui-ci va être accéléré vers l'anode sous l'effet du champ électrique et s'il reçoit suffisamment d'énergie, sera susceptible de libérer un autre électron par ionisation. Si le mécanisme continue, la concentration locale en électron fortement énergétique augmente créant un chemin conducteur entre les électrodes provoquant le court-circuit.

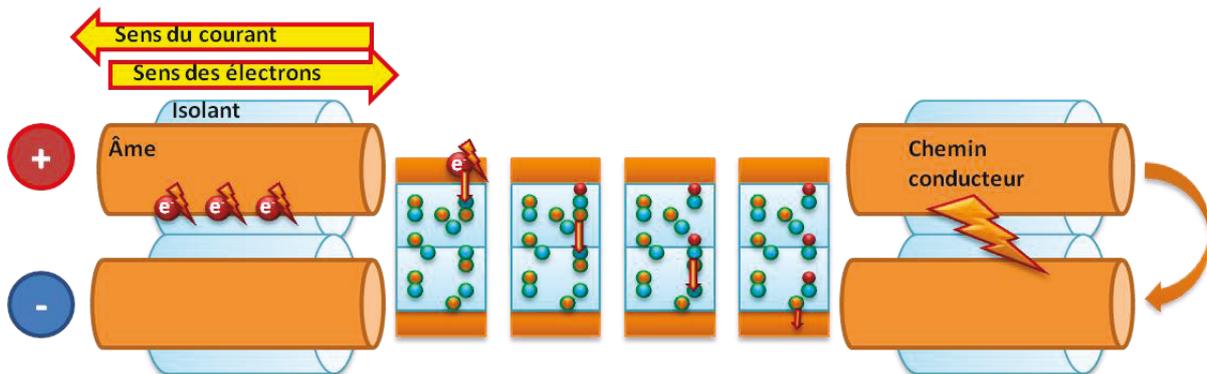


Figure 7 : Schéma représentant le claquage dû à un mécanisme de rupture par avalanche provoqué par l'injection d'électron à la cathode.

Le court-circuit peut également intervenir suite à l'apparition d'arborescence. En effet, les phénomènes d'arborescence électrique dus à des décharges électriques internes détruisent localement le matériau en formant des canaux très fins. Ces derniers évoluent dans le temps et peuvent provoquer le claquage. La présence de vacuole peut être le siège de décharge venant perforer le solide (figure 8). Sur le court, moyen ou long terme, ce mécanisme conduira au claquage électrique qui est la conséquence de la formation d'un chemin conducteur par arborescences électriques.

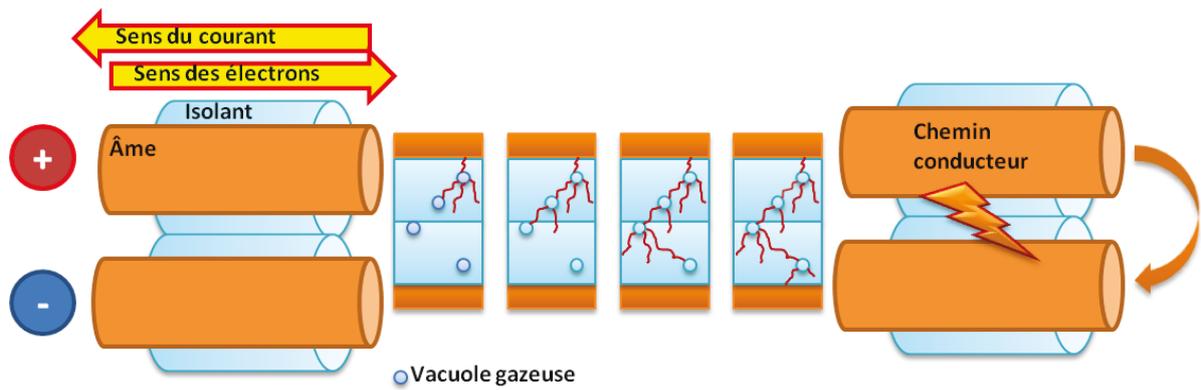


Figure 8 : Schéma représentant le claquage dû à la naissance d'une arborescence électrique provoqué par des vacuoles gazeuses.

Pour résumer, les contraintes produisent une dégradation de la gaine isolante utilisée sur le court, moyen et long terme selon l'environnement, les conditions d'utilisation et des éventuelles défaillances du système (figure 9).

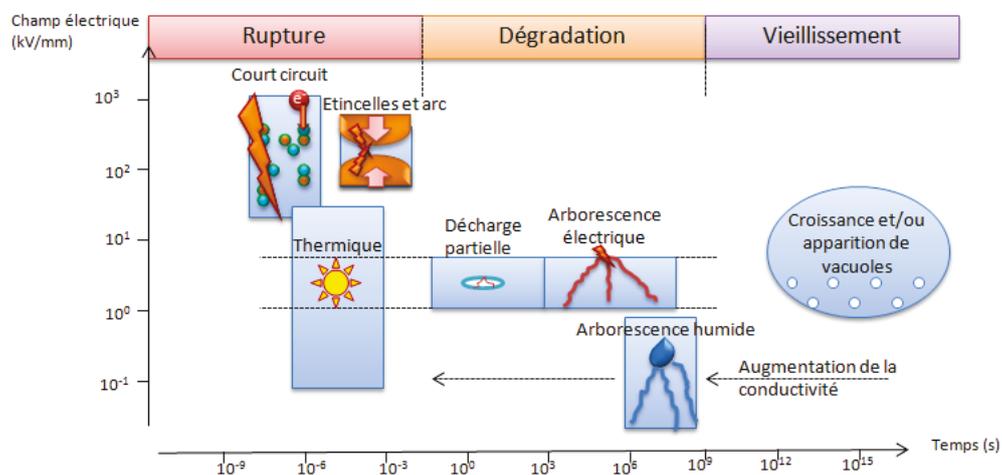


Figure 9 : Synthèse des différents phénomènes de dégradation, de rupture et du vieillissement électrique, répertoriés selon le temps et le champ électrique auxquels ils peuvent avoir lieu [20].

Cependant, il faut signaler que la rupture est caractéristique de l'ensemble diélectrique, conducteur et tension appliquée. Ces phénomènes sont aléatoires, c'est-à-dire pour des échantillons d'un même diélectrique, placés dans des conditions expérimentales identiques, on n'obtient pas un champ de rupture unique, mais une distribution des valeurs.

2.2. Les conséquences d'une défaillance.

Si certains facteurs isolés sont susceptibles de compromettre l'intégrité d'un matériel électrique, il est fréquent que plusieurs éléments agissent soit simultanément, soit successivement, l'un étant la résultante d'un autre (figure 10). Ces phénomènes engendrent une évolution des propriétés de la gaine isolante. Celle-ci peut provoquer le claquage et être à l'origine d'un incendie [21].

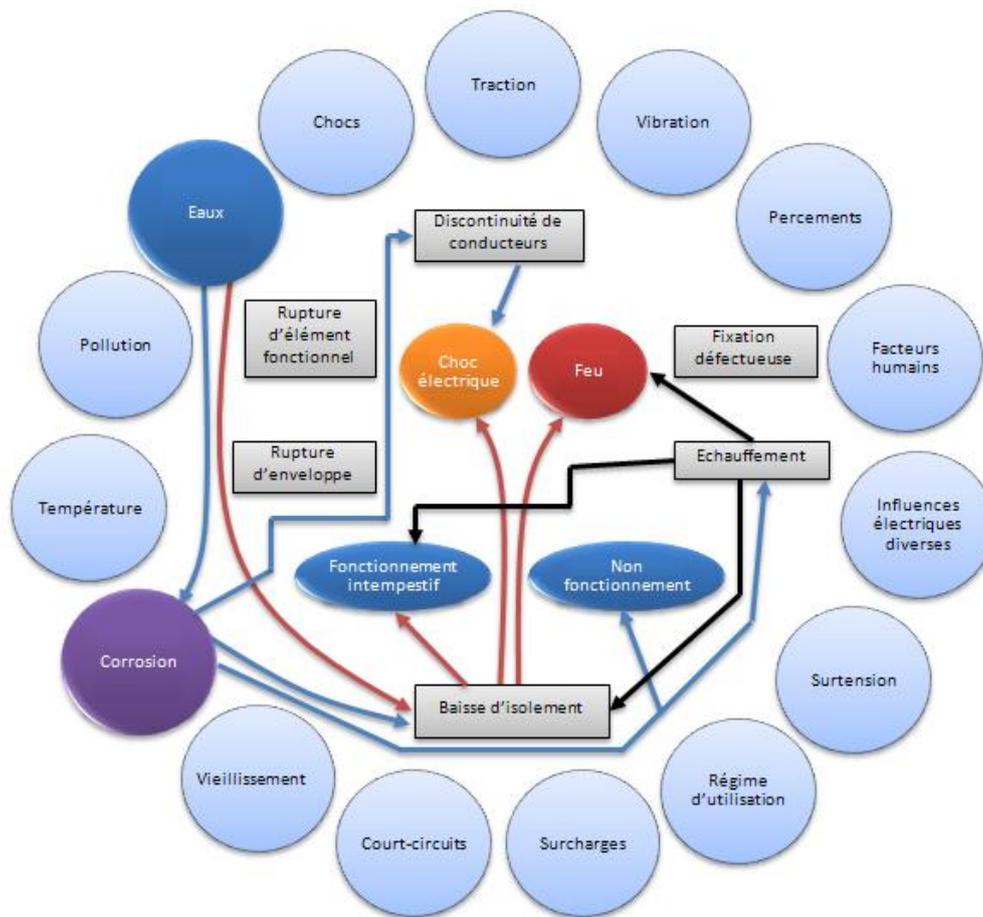


Figure 10 : Interactions de différents phénomènes : contraintes, effets et conséquences [18].

Dans un câble électrique, l'évolution de la température au sein de la gaine isolante sera plus ou moins rapide. Cette augmentation de température sera fonction de l'intensité de la source de chaleur et, également, des propriétés du matériau, en particulier sa conductivité thermique, et sa capacité thermique. À partir d'une température critique, le polymère commence à se décomposer. Les liaisons, les plus fragiles thermiquement, se brisent. Ces phénomènes pouvant conduire à un début d'incendie provoquent une accumulation importante de chaleur, suffisante pour soutenir le feu dès l'inflammation ou entraîner d'autres défaillances. La principale caractéristique spécifique qui différencie le comportement du domaine électrique vis-à-vis de l'incendie de celui des autres domaines, est la présence interne de la source d'énergie. Cela justifie la caractérisation du matériel en tant que source. La gaine isolante joue le rôle de combustible participant à l'incendie et à sa propagation. Elle peut également par sa composition aggraver les risques liés à l'incendie. De plus, le cheminement des câbles électriques à travers les bâtiments est un paramètre important à prendre en compte. La première conséquence liée à l'incendie concerne l'incendie proprement dit et les effets thermiques et destructifs qui lui sont liés. Dans le cas d'un feu dans un volume clos (par exemple un feu d'habitation), on estime que la température de l'air atteint 600 °C au bout de cinq minutes, dans une cage d'escalier, elle peut atteindre 1 200 °C dans le même temps [22]. La quantité de chaleur dégagée par la combustion des matériaux polymères peut s'avérer importante. En effet, le pouvoir calorifique des matériaux organiques est parfois très élevé (tableau 4).

Tableau 4 : Pouvoir calorifique de quelques matériaux polymères [23], gaz, et liquide inflammable [24].

Matériaux polymères	Pouvoir calorifique supérieur PCS (KJ/Kg)
PVC	15 000 à 21 700
PUR	23 900 à 31 000
PA	19 300 à 37 700
PS	31 700 à 41 200
PE	33 900 à 46 000
Méthane	55 550
Butane	49 510
Méthanol	22 700
Ethanol	29 700

La seconde conséquence liée à l'incendie est, quant à elle, plus focalisée sur les conséquences induites par la combustion de matériaux. Cette combustion s'effectue en dégageant un certain nombre de gaz qui entraîne, ce que certains appellent les « conséquences secondaires du feu ». Le département britannique pour les communautés locales indique que «les principales causes identifiées de décès lors d'un incendie sont les émissions de gaz et de fumées». Ils sont à l'origine de 44% des décès [25]. Ces émissions peuvent se classer sous trois rubriques : opacité, toxicité et corrosivité des effluents [26]. Ces fumées présentent une dangerosité importante en raison des produits toxiques qu'elles contiennent, leurs températures élevées qui vont contribuer à la propagation du feu et pour leur opacité qui désoriente les victimes [27]. L'augmentation de la concentration des gaz toxiques engendre également une diminution de la concentration de l'oxygène (figure 11). Ces « conséquences secondaires du feu » sont très importantes pour caractériser la dangerosité d'un incendie.

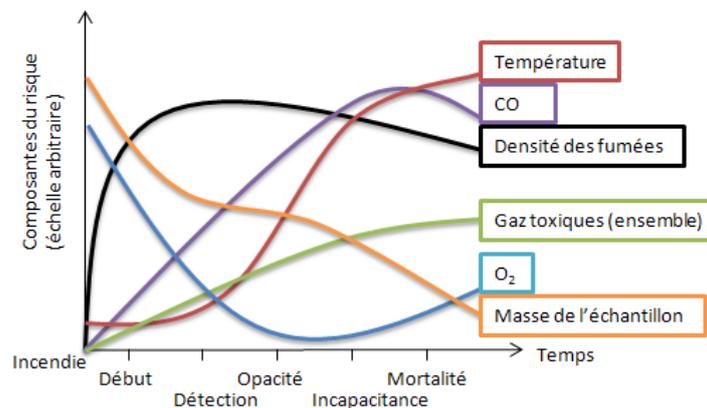


Figure 11 : Évolution en fonction du temps des facteurs de risque, au cours d'un incendie [27].

Même si les conséquences d'un incendie sont majeures, il est important de noter que celles-ci dépendront du scénario incendie [28].

3. Les scénarios feu dans le domaine de la câblerie.

Comme on l'a vu précédemment, les câbles électriques peuvent être la source d'ignition d'un incendie et sont des vecteurs importants de propagation. Il est essentiel de souligner qu'ils jouent également un rôle déterminant en cas d'incendie permettant le fonctionnement de mécanismes de sécurité. Avant de décrire les scénarios susceptibles de se produire, il est nécessaire de présenter succinctement le réseau électrique basse tension.

3.1. Présentation succincte d'un réseau électrique basse tension.

Le réseau basse tension peut être représenté de façon simplifiée (figure 12). Cette installation comporte un système de protection principale fourni par le distributeur d'énergie, un second système de protection dépendant de l'utilisation et une source utilisant l'énergie.

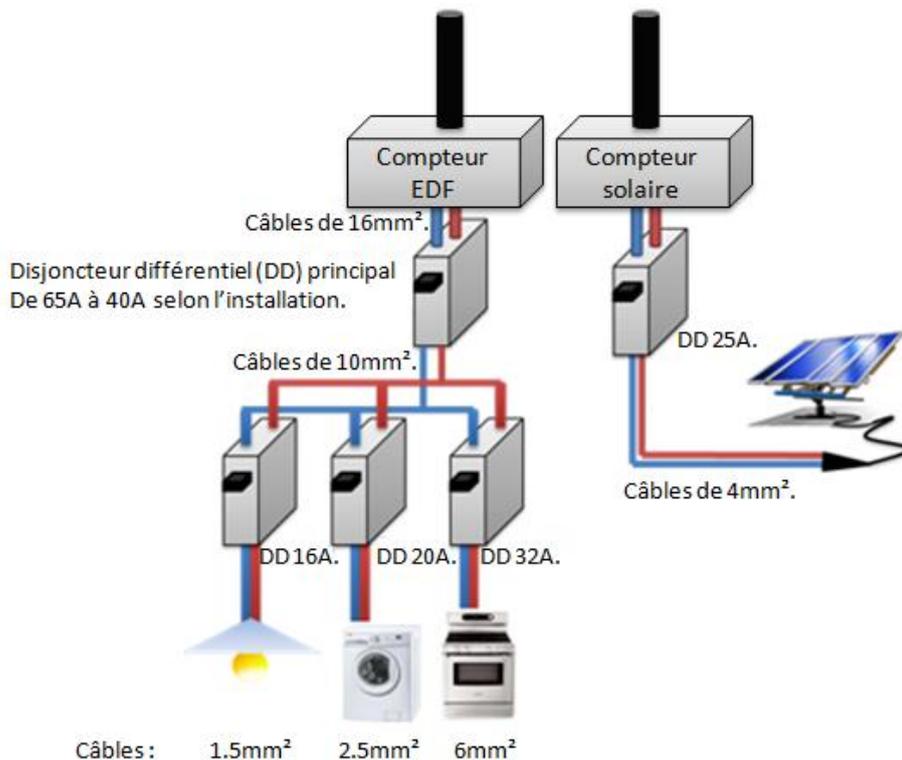


Figure 12 : Schéma électrique simplifié représentant un circuit électrique avec les disjoncteurs différentiels le dimensionnement des câbles en fonction des utilisations courantes.

Tous ces organes sont reliés entre eux par des câbles électriques de section dimensionnée en fonction de l'utilisation (tableau 5) et de l'intensité maximale qui peut lui être appliquée.

Tableau 5 : Diamètres ou sections de différents conducteurs en fonction de l'utilisation dans le domaine électrique [29] [30].

Diamètre / Section du Conducteur	Intensité maximale*	Utilisation normale
1.38 mm / 1.5mm ²	16A	Alimentation lampe
1.78 mm / 2.5mm ²	20A	Radiateur Prise de courant Lave linge
2.26 mm / 4mm ²	25A	Raccordement panneau solaire
2.76 mm / 6mm ²	32A	Cuisinière électrique

*L'intensité maximale est déterminée ici par la protection du disjoncteur différentiel qui impose la coupure du circuit en cas de dysfonctionnement.

Pour la description des scénarios, nous nous sommes basés sur un conducteur de section de 1.5mm². Nous avons fait ce choix pour deux raisons. Tout d'abord, ce diamètre de conducteur est couramment utilisé dans les réseaux basse tension. De plus, l'utilisation de ce diamètre de conducteur permet de présenter différents scénarios avec l'application de différentes intensités supérieures à l'intensité dite nominale.

Pour définir les différents scénarios, nous nous sommes placés dans différents contextes où le câble électrique pouvait être victime ou la cause d'un incendie.

3.2. Les scénarios feu.

Le premier scénario correspond au cas où un câble électrique est soumis à différentes intensités mais non soumis à une source d'inflammation. Ce scénario permet de définir les différentes intensités qui peuvent être appliquées à un conducteur. Celles-ci correspondent à la valeur nominale fonction de la section du conducteur mais également à des surintensités provoquées

par différents défauts. Comme précisé précédemment, la section de câble est dimensionnée en fonction de l'utilisation. Dans des conditions normales, un conducteur de section de 1.5mm² sera parcouru par une intensité inférieure ou égale à 16A (figure 13A).

Les études préalables à la réalisation d'une liaison permettent de déterminer la technologie de câble et la section des conducteurs. Les paramètres pris en compte sont la tension de service, le régime de charge mais aussi l'environnement de la liaison (résistivité thermique des sols, profondeur, voisinage d'autres sources de chaleur...). Or, il arrive que l'environnement d'une liaison subisse des modifications au cours de sa vie. Dans ces cas précis, la liaison fonctionne en dehors du cadre pour laquelle elle a été conçue lors des études. Le dépassement des valeurs d'origine ayant servi au dimensionnement de la liaison pourra entraîner la montée en température du câble au-dessus de la valeur nominale admissible. Le branchement d'un câble sur un circuit ayant une protection non adaptée à la section du conducteur pourra être parcouru par une intensité supérieure à son intensité nominale. Dans le cas le plus défavorable, comme lors d'une mauvaise connexion ou d'une installation possédant une protection inadaptée, un câble ayant une section de conducteur de 1.5mm² pourra être connecté à un circuit initialement prévu pour une section de conducteur de 6mm². L'intensité maximale parcourant alors le câble pourra atteindre jusqu'à deux fois son intensité nominale (figure 13B). Lors d'un défaut des organes de sécurité secondaire, c'est le disjoncteur différentiel principal qui limite l'intensité parcourue par le conducteur. Sur certaines installations, le disjoncteur différentiel principal peut atteindre une intensité de coupure de 65A [31]. L'intensité maximale pourra alors atteindre jusqu'à quatre fois son intensité nominale (figure 13C).

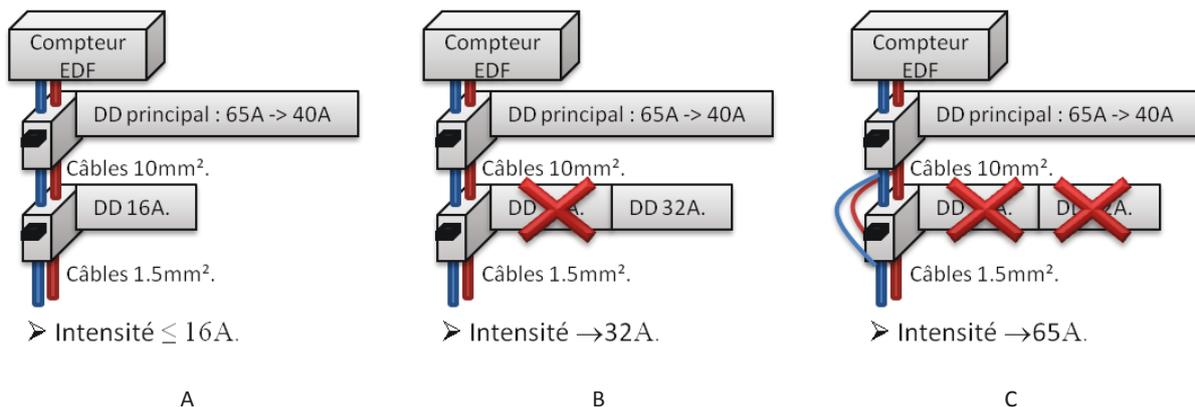


Figure 13 : Représentation du premier scénario présentant les intensités pouvant être appliquées à un câble de section de 1.5mm²

Pour illustrer le troisième cas (figure 13 C), nous avons pris comme exemple (figure 14) de connecter simultanément sur une prise avec un ampérage maximal de 16A :

Un lave linge de 2 200W*.

Un sèche linge de 2 800W*.

Un lave vaisselle de 2 400W*.

Un sèche cheveu de 2 000W*.

Deux radiateurs électriques de 2 000W* chacun.

(*Valeurs de puissances données par différents sites commerciaux).

Pris séparément, les différents appareils ne présentent aucun danger pour le réseau. Si tous les appareils fonctionnent à puissance maximale en même temps, la puissance globale est de 13 400W soit environ 58A pour une tension de 230V. Cette demande de puissance provoque une surcharge de la prise électrique. En temps normal, les systèmes de protection se déclencheraient et interrompraient très rapidement le courant. Un défaut du disjoncteur secondaire et des autres organes de protection ne permet pas la rupture du circuit. La limitation du courant dans le réseau est donc définie par la protection principale qui ne permet pas la coupure du courant.

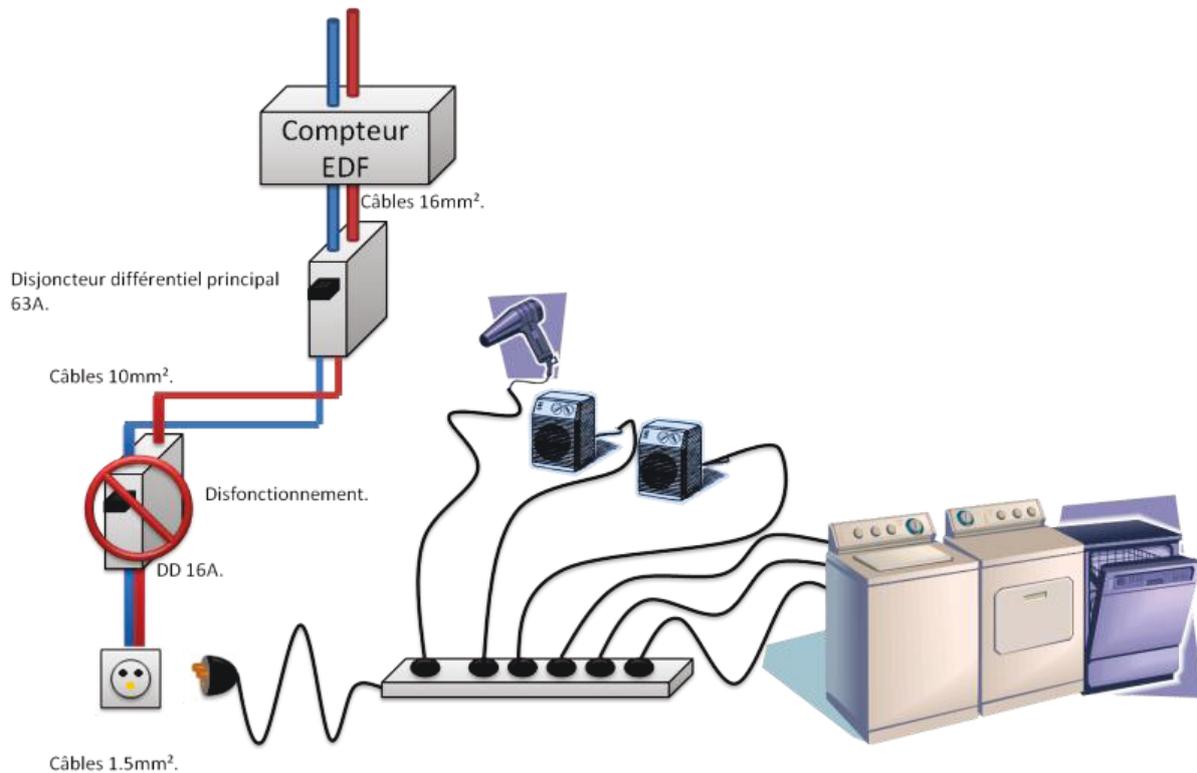


Figure 14 : Exemple d'application d'une intensité importante provoquée par un dysfonctionnement des protections secondaires et à une forte demande énergétique.

Comme détaillé précédemment, une intensité importante parcourant un câble électrique pourra provoquer des défaillances allant jusqu'au départ de l'incendie.

Le second scénario décrit le cas où un câble électrique est victime d'un l'incendie alors qu'il n'est pas alimenté. Le risque principal est la propagation de l'incendie et le dégagement de différents gaz provoqué par la destruction par le feu de la gaine isolante du câble électrique (figure 15). Dans les réseaux électriques, la flamme peut se propager horizontalement ou verticalement, selon la disposition des câbles.

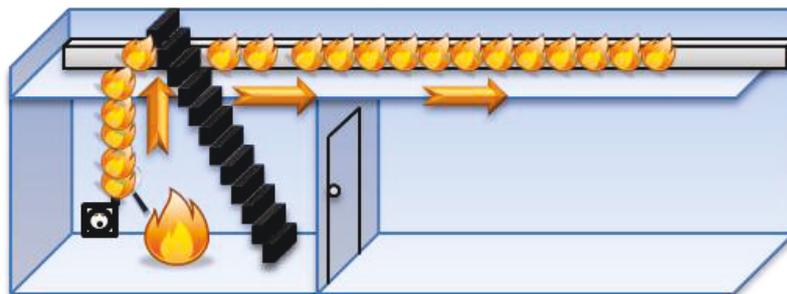


Figure 15 : Schéma du second scénario ou un câble non alimenté est victime d'un incendie.

Les scénarios suivants concernent différents cas où un câble électrique sous tension est victime ou responsable d'un incendie. Dans ces scénarios, l'inflammation de la gaine isolante par rapport à la mise sous tension du câble peut se produire avant, pendant ou après la mise sous tension.

L'inflammation d'un câble avant sa mise sous tension est représentative des câbles de sécurité incendie (figure 16). Les systèmes de sécurité ont pour rôle de fonctionner lorsqu'un incendie s'est déclaré (alarme, signalétique des issues de secours, système d'extinction...).

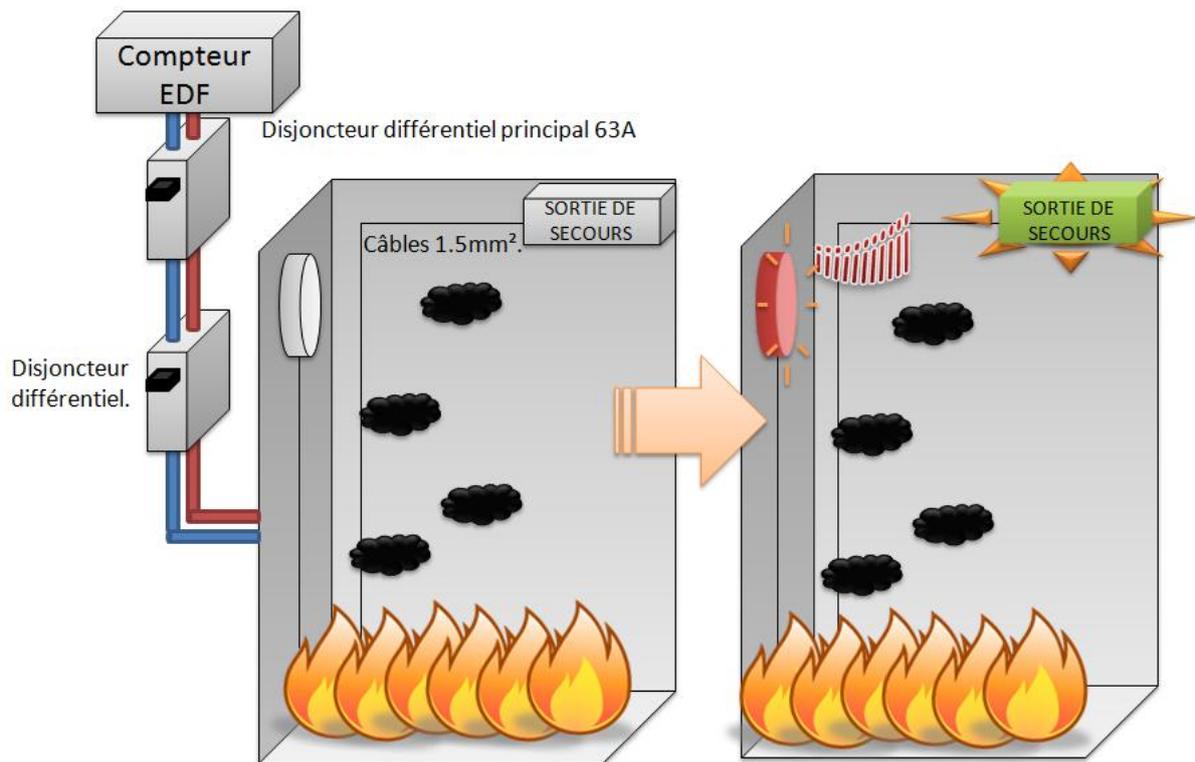


Figure 16 : Représentation de l'inflammation d'un câble avant sa mise sous tension : cas des systèmes de sécurité incendie.

L'inflammation d'un câble pendant sa mise sous tension peut correspondre au cas où le câble est responsable de l'incendie. Un défaut du câble électrique entraîne un dysfonctionnement suffisant (échauffement important, arc électrique..) pour provoquer l'inflammation de la gaine isolante (figure 17).

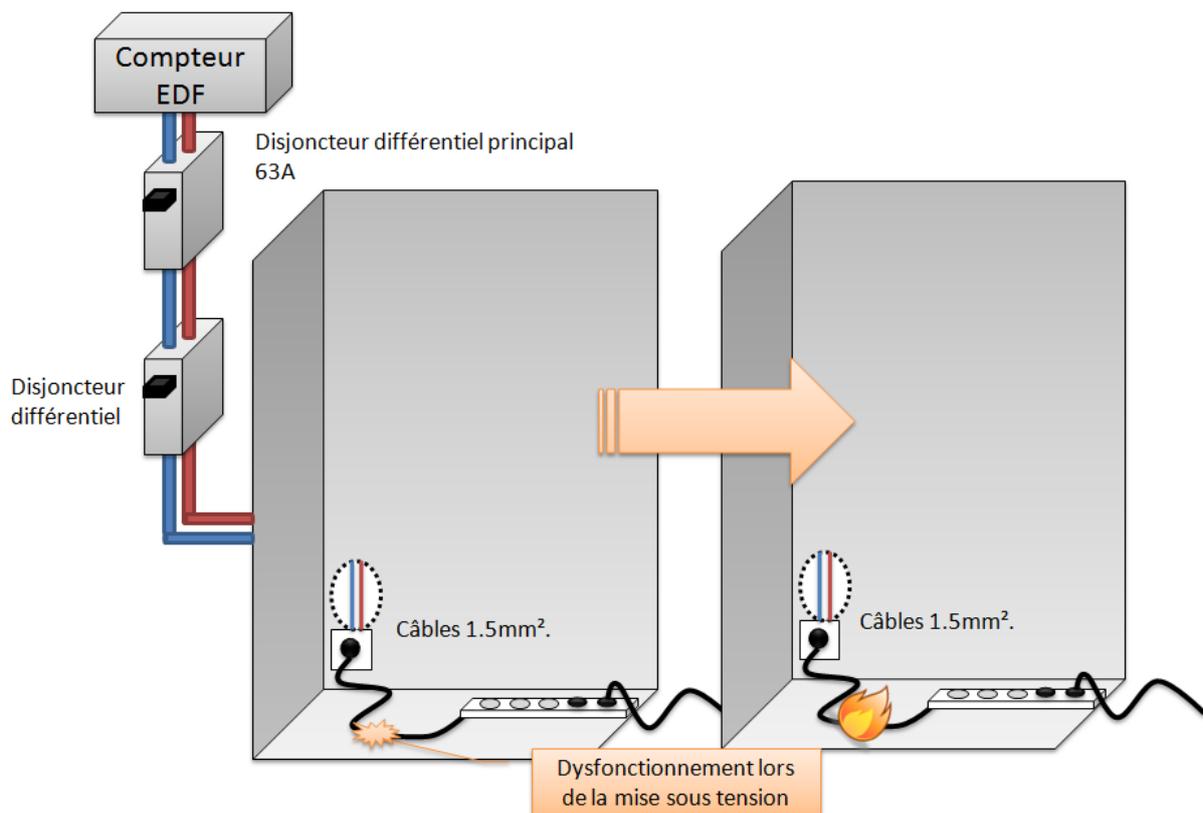


Figure 17 : Représentation de l'inflammation d'un câble pendant sa mise sous tension causée par un dysfonctionnement.

L'inflammation d'un câble après sa mise sous tension est le cas le plus courant. Il correspond à deux possibilités : La première est une inflammation de la gaine isolante provoquée par un dysfonctionnement et la seconde est le cas où le câble est victime d'un incendie (figure 18).

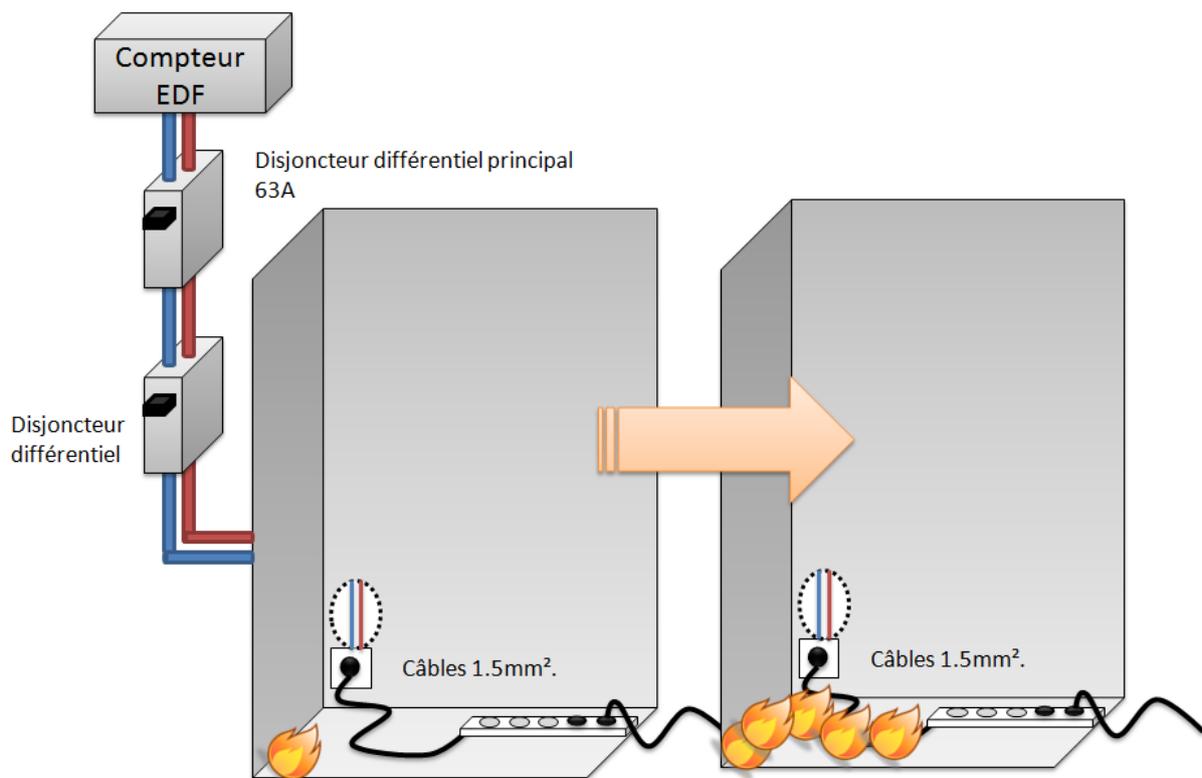


Figure 18 : Représentation de l'inflammation d'un câble après sa mise sous tension où il est victime d'un incendie.

4. La réglementation et la normalisation des câbles électriques vis-à-vis du risque feu.

Les professionnels de l'incendie (pompiers, assureurs...) et tous ceux qui sont amenés à faire des expertises sur des incendies réels considèrent généralement que chaque incendie a sa propre histoire et son propre développement, et qu'il est impossible de donner un modèle général [28]. Cette position, malheureusement véridique, étant énoncée, il faut néanmoins se donner des règles pour préparer des normes dont on saura qu'elles ne sont pas représentatives de l'ensemble des événements qui peuvent se produire. Ces représentations sont donc des situations conventionnelles et sont appelées scénarios feu. Dans des locaux industriels comme dans les ERP (Établissement Recevant du Public) ou les IGH (Immeuble de Grande Hauteur), les câbles électriques cheminent sur de grandes longueurs et traversent des cloisons qui, sans ces câbles, pourraient isoler de façon presque correcte des locaux contigus. Cette quantité installée fait du câble l'un des matériaux de construction systématiquement présent en quantité conséquente. Prenons l'exemple d'un immeuble de bureau moderne où l'on compte environ 200kg de câbles d'énergie et de communication par surface de 100 m², soit environ 2 kg de câbles par m². La gaine isolante des câbles électriques contribue à l'alimentation d'un incendie et sera un excellent vecteur de propagation de la flamme et de dégagement de fumées toxiques, corrosives et opaques. Ces aspects deviennent essentiels quand on sait que les zones de cheminement des câbles sont aussi celles au travers desquelles s'effectuent l'évacuation du public et par lesquelles les pompiers vont le plus naturellement progresser pour apporter des secours et traiter un incendie [25]. Des codes normatifs et des règlements ont été élaborés dans de nombreux pays afin d'assurer un niveau de sécurité-incendie acceptable pour la société. L'accent est mis principalement sur les bâtiments où le risque de perte de vie est important

en cas d'incendie. Dans le domaine du transport, les contraintes réglementaires évoluent en fonction de la difficulté d'évacuation (figure 19).

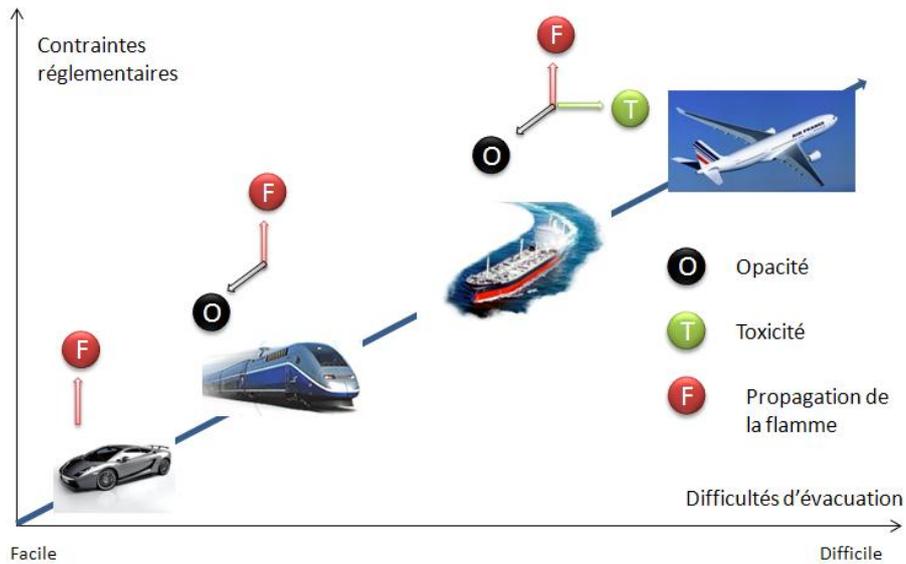


Figure 19 : Évolution des contraintes réglementaires en fonction de la difficulté d'évacuation dans les différents moyens de transport [32].

4.1. La réglementation.

Les incendies les plus graves ont été les éléments déclencheurs de la réglementation. Prenons l'exemple de l'incendie dans la centrale nucléaire Brown ferry en 1975 (Etats Unis), qui donna naissance à la réglementation incendie appliquée pour les câbles présents dans les centrales nucléaires [33]. En France, plusieurs catastrophes ont aussi provoqué une évolution des moyens de prévention et des règles de la sécurité-incendie. L'incendie des Nouvelles Galeries de Marseille, le 28 octobre 1938, donna naissance à la réglementation incendie des ERP [34]. Les incendies du 5-7 à Saint-Laurent-du-Pont en Isère, le 1er novembre 1970, [35] et du collège Édouard-Pailleron à Paris, le 6 février 1973, [36] entraînèrent une profonde modification de la réglementation des normes de sécurité et de leurs applications. Plus récemment, en 2005, une succession d'incendies domestiques dramatiques a motivé l'adoption de la loi Morange et Meslot. Celle-ci adoptée le 13 octobre 2005, est entrée en vigueur le 10 mars 2010 et vise à rendre obligatoire l'installation d'au moins un détecteur de fumée avant mars 2015 dans les parties privatives des logements [37]. En 2007, seuls 10,5 % des logements français sont équipés d'appareils chargés de prévenir l'incendie, contre 95 % aux États-Unis [38]. Le premier objectif de la réglementation incendie est de prévenir le feu ou de retarder le plus longtemps possible le déclenchement du « flash over », ce qui nécessite une diminution de la vitesse de propagation et du débit calorifique. Le second objectif est de protéger les individus des effets induits par un incendie qui vont ralentir l'évacuation. Il s'agira de limiter l'opacité et la toxicité des fumées. Le troisième objectif est de minimiser l'impact du feu en maintenant le plus longtemps possible l'intégrité de différents éléments comme les systèmes de signalisation pour l'évacuation.

Suite à la réglementation, des codes normatifs permettent de garantir la fiabilité des câbles électriques [39]. Celles-ci sont élaborées de telle sorte que le risque d'incendie des câbles électriques soit diminué.

4.2. La normalisation.

Les matériels électriques font l'objet, dans les normes de construction, d'essais spécifiques visant à vérifier et à assurer un certain comportement vis-à-vis du risque d'incendie, soit du fait de leur tenue en cas d'incident interne (déclenchement du feu), soit du fait de leur tenue en cas d'incident externe (durée de service, propagation du feu). Chacun de ces essais reproduit une situation conventionnelle représentative d'un incident donné. Les paramètres de chaque essai

doivent être spécifiés de façon telle que leurs reproductibilités puissent être assurées et que les résultats soient similaires, indépendamment du lieu ou de l'opérateur. Il est important de noter que les notions de réaction et de résistance au feu sont indépendantes et qu'il n'y a pas de hiérarchie entre les essais correspondants. Les termes de réaction et de résistance au feu font partie d'une terminologie aujourd'hui largement acceptée, tant en France, où elle sert de base à la réglementation, qu'à l'étranger [38]. Les Underwriters Laboratories (UL) ont imposé, à travers le monde, des essais simples, qui sont la base d'un système de qualification pour les matières plastiques aux États-Unis où elles doivent être certifiées. L'obtention d'un classement dans les laboratoires UL donne lieu à la délivrance d'une « carte jaune » requise lorsque les matières doivent être utilisées dans la construction d'éléments du bâtiment et de matériel électrique. Des méthodes d'essai équivalentes sont normalisées en Europe. À l'heure actuelle, les principaux essais concernent plus spécifiquement les aspects de propagation, d'identification des fumées produites par la combustion du matériau ainsi qu'un essai de résistance au feu [15]. Une grande divergence est à noter entre les tenants des essais sur matériaux et ceux qui estiment que seuls sont valables les essais sur matériels. Une première constatation importante est qu'il n'est pas question, sauf exception, de faire des essais sur de grands matériels ou de grandes structures, pour des raisons évidentes de coût. Mais cet aspect n'est pas le seul qui entre en jeu. En effet, certaines instances comme les laboratoires des assurances des États-Unis (UL) développent l'hypothèse suivant laquelle l'emploi de matériaux de résistance au feu suffisante, suivant des critères définis, assurera à tout matériel constitué de ces produits un comportement satisfaisant. C'est ce qui est appelé procédure de présélection. Des objections sont généralement faites à cette position pour les raisons suivantes : la mise en œuvre d'un matériau peut modifier substantiellement ses propriétés intrinsèques, déterminées sur des éprouvettes pas toujours représentatives du produit fini. De plus, le fait d'utiliser des matériaux de qualité supérieure à celle réellement nécessaire à une application donnée alourdit exagérément le prix de revient des matériels qu'ils constituent. En Europe, les essais de caractérisation de la résistance et de la réaction au feu des câbles d'énergie peuvent être classés en fonction de leur finalité [15] : les essais destinés à apprécier l'allumabilité, les essais caractérisant l'inflammabilité et les phénomènes de propagation, et les essais destinés à caractériser la résistance du câble au feu. De cette classification, on peut ajouter la caractérisation des fumées produites par la combustion du matériau. La normalisation, reconnaissant les enjeux, continue fortement à minimiser les risques par une législation adaptée. En amont de celle-ci, les aspects de prévention se développent et sont portés même à la connaissance du grand public. Suite à cela, divers essais de caractérisation du comportement au feu des câbles électriques ont été développés. Toutes les règles d'établissement des fils et câbles isolés sont contenues dans les normes éditées par l'Union Technique de l'Électricité (UTE) et la Commission Electrotechnique Internationale (CEI). Les câbles utilisés par Électricité de France (EDF) ou par l'industrie font, dans certains cas, l'objet de spécifications particulières.

La caractérisation de l'allumabilité a été nécessaire afin de bien séparer les essais d'allumage proprement dit des essais d'inflammabilité. En effet, le phénomène d'allumage est provoqué par un incident électrique, le matériel étant alors source de l'incendie. L'inflammabilité caractérise ce qui se passe après que l'objet a été soumis à la source d'inflammation, c'est-à-dire quand le matériel est victime de l'incendie. L'objectif initial des instances de normalisation était de présenter des simulations des principaux mécanismes responsables de la genèse du feu dans un matériel électrique : échauffement localisé, mauvais contact, court-circuit. Elle est déterminée par la mesure du temps ou de la température nécessaire pour déclencher l'allumage d'une éprouvette soumise à une source d'énergie, dans des conditions déterminées. Plusieurs méthodes ont été proposées. Deux méthodes permettant la caractérisation de l'allumabilité, ont été retenues, avec une source électrique et thermique d'allumage : Le hot wire index (norme CEI 695-2-20 ou UL 746C) [40], et le glow wire test (norme CEI 695-2-13).

Les essais de caractérisation de l'inflammabilité et du phénomène de propagation sont des essais qui combinent le comportement du matériau après son allumage et la propagation qui s'en suit. De nombreuses normes ont été édictées pour évaluer la propagation du feu des câbles en cas

d'incendie. On peut distinguer les essais sur matériaux de ceux sur matériel. Pour les essais sur matériaux, la norme CEI 695 permet de déterminer le taux de dégagement de chaleur et d'estimer la vitesse de propagation de la flamme sur un échantillon. Pour les essais sur matériel, trois normes sont principalement utilisées en Europe pour caractériser la propagation : la norme NF EN 50 265, l'essai n° 2 de la NFC 32 070 et le second essai de la norme CEI 60332-3. D'autres normes sont également utilisées pour caractériser la propagation de la flamme pour un câble électrique. On peut citer la norme IEEE-383 ou les normes UL d'origine américaine. La norme IEEE-383, bien que prévue à l'origine pour les câbles d'opération d'urgence dans les centrales nucléaires, a été élargie pour inclure les systèmes non nucléaires. Elle est l'une des méthodes d'essai la plus couramment utilisée pour les câbles d'appareil électrique [41]. Les normes UL se sont étendues dans le monde. Le National Electrical Code (NEC) exige aux Etats Unis, que les câbles exposés dans les plénums soient répertoriés comme « résistant au feu et à faible dégagement de fumée ». Une norme méthode d'essai pour les caractéristiques de feu et de fumée de câble utilisé dans les espaces de ventilation a été développée par les laboratoires UL. Cette norme UL-910 d'essai Plenum a été retirée en 2002 en faveur du test NFPA 262. On peut également nommer les normes : UL 1581 : Vertical Tray Test for Fire Resistant Cables, UL 1666 : Vertical Tray Test for Riser Cables et UL 1685 : Vertical cable tray fire propagation test [28]. La caractéristique commune à tous ces essais est que l'on estime la conformité du câble électrique alors que celui-ci n'est pas alimenté.

Il est indispensable, qu'en cas de sinistre, certaines installations électriques continuent à assurer le fonctionnement des équipements de sécurité afin de permettre l'évacuation des personnes. Les câbles répondant à cette spécificité sont appelés câbles de sécurité. Ces câbles sont généralement exigés pour les installations de sécurité, y compris l'éclairage de sécurité dans les établissements recevant du public. Les principales normes utilisées pour la caractérisation de la résistance au feu sont : la norme française NF C 32-070 [15] [12] et le test UL 2196 (Cable passing a fire resistance tests) [43]. Les résultats de ces tests déterminent l'acceptabilité des câbles résistants au feu pour une utilisation dans des applications spécifiques.

Les essais caractérisant les effluents du feu concernent les trois familles de risques évoquées précédemment. La normalisation CEI relative aux différents sujets traités dans cette rubrique a notablement changé de principe. Elle s'oriente de façon nette sur une présentation des principales méthodes disponibles pour atteindre le but recherché. La partie « Présentation de méthodes » est en général précédée d'une partie « Généralités » qui expose le problème. Les essais permettant de mesurer l'opacité sont définis dans la série des documents CEI 695-6 « Guide et méthodes d'essai pour l'évaluation des dangers d'obscurcissement de la vision par les fumées provenant de produits électrotechniques impliqués dans les feux ». Tous les documents normatifs relatifs à la toxicité de produits électrotechniques sont réunis dans la norme CEI 695-7 « guide sur la minimalisation des risques dus à des feux impliquant des produits électrostatiques ». Les méthodes permettant la mesure de la corrosivité sont décrites dans la norme CEI 695-5 « Évaluation des risques potentiels de corrosion provoqués par les effluents du feu ».

Le rapport 2008 « Statistiques des services d'incendies et secours », édité par le Ministère de l'Intérieur, relève en 2007 plus de 8.000 incendies dans les ERP, qui ont occasionné 23 décès et un peu plus de 800 blessés graves ou légers. Ces chiffres montrent que même dans le cas des ERP pourtant soumis à des réglementations particulièrement draconiennes en matière de prévention incendie, des progrès peuvent et doivent encore être réalisés. Afin de disposer d'un cadre efficace pour le marquage CE des câbles, il a été nécessaire de mettre en œuvre des Euroclasses nommées EXAP (*EXtended APplication*) pour les câbles qui permettront de réduire le nombre de tests nécessaires à une famille bien définie de câble d'un fabricant particulier [44]. Les règles sont applicables à la méthode d'essai présentée dans la norme EN 50 399. La classification de la norme prEN 13 501-6 pour les câbles a désormais été convenue et la méthode pour traiter les familles de câble a été acceptée par le CENELEC (Comité Européen de Normalisation Electrique) pour le développement d'une norme. Cette norme donne sept catégories de câbles qui sont appelés A^{ca}, B1^{ca}, B2^{ca}, C^{ca}, D^{ca}, E^{ca} et F^{ca}. Le système de classification est basé sur les performances du produit par rapport au taux de dégagement de chaleur de pointe (peak HRR), dégagement total de chaleur (THR),

propagation de la flamme (FS), production de fumée (pic SPR), la production de fumée totale (TSP), et la combustion des gouttelettes et des particules. Il comprend également un classement supplémentaire en fonction de l'acidité des fumées (tableau 6).

Tableau 6 : Système de classification EUROCLASSE pour les câbles électriques [44].

EUROCLASSE	Critères de classification	Critères additionnels	Systèmes d'attestation de Conformité.
A^{ca}	Pouvoir calorifique		« +1 », comprenant : Essais de type initiaux et surveillance continue par un organisme notifié. Contrôle de production par le fabricant.
B1^{ca}	Dégagement thermique. +	Emission de fumées (s1, s1a, s1b, s2, s3)	
B2^{ca}	Propagation en nappe verticale. +	Gouttelettes enflammées (d0, d1, d2)	
C^{ca}	Propagation de la flamme. +	Acidité (a1, a2, a3)	
D^{ca}	Propagation de la flamme		
E^{ca}	Propagation de la flamme		« 3 », comprenant : Essai de types initiaux par un laboratoire notifié. Contrôle de production par le fabricant
F^{ca}			« 4 » : Essai de type initiaux et contrôle de production par le fabricant

Les essais au feu, permettent non seulement d'évaluer l'inflammabilité des matériaux et des produits, mais ces différents tests sont également utilisés dans la recherche et le développement de nouveaux produits [45].

5. L'ignifugation des câbles électriques.

5.1. Généralité

La tendance actuelle dans l'industrie électrique est une augmentation des champs électriques appliqués aux isolations ainsi qu'un accroissement de leur température de fonctionnement et de la durée de vie des ouvrages. Cette évolution, essentiellement due à des facteurs économiques et environnementaux, est associée à la diminution du volume des systèmes isolés qui s'accompagne d'une diminution de l'épaisseur des isolants. Ces différents facteurs ont pour conséquence une augmentation des tensions et des températures de fonctionnement qui augmente les possibilités de rupture des matériaux isolants. Dans ce contexte, l'ignifugation des câbles est un enjeu primordial pour les industries. L'ajout d'additif permettant d'améliorer le comportement au feu des composés, présente le plus grand intérêt, car elle n'implique qu'une modification à posteriori du matériau. Les additifs retardateurs de flamme peuvent présenter un mode d'action en phase gazeuse, dans ce cas, l'action inhibitrice s'exercera au niveau de la flamme ou un mode d'action en phase condensée en perturbant la dégradation thermique du matériau et/ou en formant une barrière protectrice (tableau 7).

Tableau 7 : Principaux modes d'action des ignifugeants [32].

Mode d'action	Ignifugeants
Action en phase condensée	
Dégradation endothermique de l'agent retardateur de flamme et formation d'une barrière de protection.	Hydroxydes métalliques.
Dilution.	Charges inertes.
Formation d'un bouclier thermique limitant l'apport d'énergie par la flamme.	Systèmes intumescents.
Action en phase gaz	
Inhibition radicalaire.	Dérivés halogénés.
Dilution provoquant une diminution de l'inflammabilité des produits de décomposition	Produit libérant de l'eau, du dioxyde de carbone...

La présence d'ignifugeant retarde l'inflammation et peut, dans certains cas, provoquer l'arrêt de la combustion. Les additifs retardateurs de flamme ne peuvent cependant empêcher la dégradation du matériau. Les produits de décomposition (gaz et fumées) de l'ignifugeant s'ajoutent alors aux gaz dégagés par le polymère et ses adjuvants [23].

Certaines études ont été menées afin de développer des gaines d'isolation de câbles électriques ayant un comportement au feu amélioré. Pour remplacer certains câbles comme les câbles en caoutchouc ou en papier imprégné d'huile, qui présentent un risque élevé de propagation lors d'un incendie, de nombreuses formulations à base de produits chlorés ont été développées.

5.2. Les retardateurs de flamme (FR)

Les dérivés halogénés essentiellement à base de brome ou de chlore sont utilisés depuis des décennies dans les applications électriques et électrotechniques. Ces produits à base organique sont faciles à incorporer dans des matrices thermoplastiques et thermodurcissables. Ces dernières années, des préoccupations ont été largement exprimées à propos de la toxicité intrinsèque des retardateurs de flamme halogénés et leurs persistances dans l'environnement. Si ces formulations limitent la propagation du feu, elles gênent considérablement les secours par l'opacité des fumées dégagées, et causent d'importants dégâts par les vapeurs corrosives qui se répandent dans des milieux non atteints par les flammes [18]. Ces facteurs ont conduit à une demande croissante de diminuer les retardateurs de flamme halogénés dans les formulations principalement pour les domaines du transport, de la construction et, en particulier, de l'électronique [14]. Certaines sociétés telles que la RATP, la SNCF, la Sidérurgie, EDF, Aéroport de Paris, et Eurotunnel ont compris depuis longtemps l'intérêt de réduire les effets secondaires des incendies, afin de préserver la sécurité des personnes et des biens. La réduction de ces effets secondaires passe par le remplacement des câbles en PVC par des matériaux ignifuges spécifiques, ne contenant pas d'halogène [12].

Les hydroxydes métalliques sont efficaces pour des taux de charge relativement élevés (de l'ordre de 40 à 50% en masse). On peut citer l'hydroxyde d'aluminium (ATH) et l'hydroxyde de magnésium (MDH) qui sont couramment utilisés comme retardateur de flamme. Leurs principaux marchés sont ceux de la câblerie. Ces additifs peuvent être associés à des sels. Le borate de zinc est principalement utilisé car il améliore la cohésion du résidu d'alumine durant et après l'inflammation. En 2007, l'ATH était le retardateur de flamme le plus couramment employé (figure 20) [51].

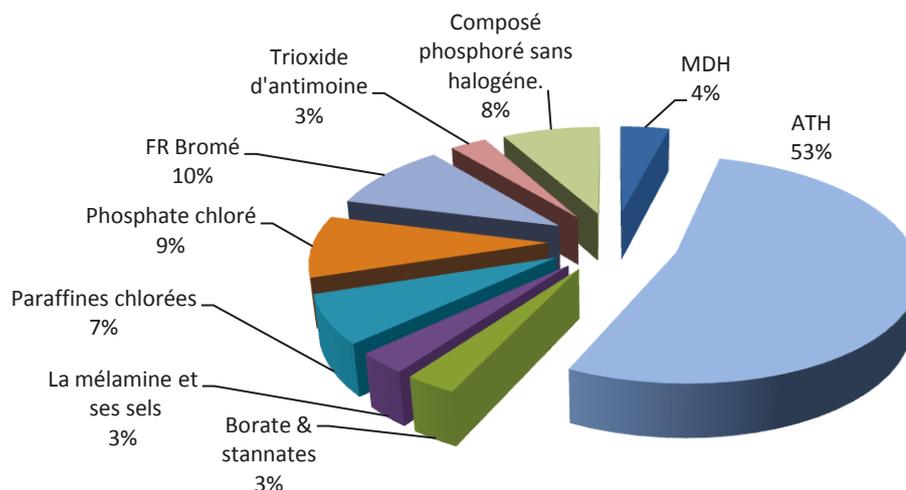


Figure 20 : Consommation de retardateur de flamme en Europe (2007) [51].

Les dérivés du phosphore connaissent un essor certain lié au développement des systèmes intumescent. Ce système complexe qui met en jeu une réaction entre un donneur de carbone, un agent gonflant et un générateur d'acide forme un bouclier charbonné protecteur qui limite les transferts thermiques et la dégradation du matériau. Le polyphosphate d'ammonium est un bon exemple de dérivé du phosphore. C'est un composé qui réunit deux des trois ingrédients (source acide et agent de gonflement) permettant le développement d'un bouclier charbonné intumescent

(il est alors associé à un composé 'donneur de carbone'). Sa principale utilisation est dans les peintures résistantes au feu [32]. Actuellement dans le domaine industriel, le polyphosphate d'ammonium est peu utilisé. Cet additif est hygroscopique ce qui pose quelques problèmes lors de leur mise en œuvre. Cependant, il donne de très bons résultats d'un point de vue ignifugation des matériaux polymères [46].

6. Conclusion.

Les câbles électriques ont connu un développement important tant sur le point technologique que sur le point des matériaux qui le composent et plus particulièrement les matériaux utilisés dans la gaine isolante. Les applications concernent aujourd'hui de larges domaines, qui vont des liaisons haute tension aux fibres optiques. Dans chaque cas, il faut adapter la construction du câble et la formulation du matériau de gainage, en fonction des besoins et de l'environnement d'utilisation.

Suite à divers constats sur le risque incendie et sur le potentiel de propagation des câbles électriques, l'amélioration du comportement au feu constitue un axe important de recherches. Il est possible grâce à des formulations adaptées, de proposer des câbles qui offrent une sécurité en terme de tenue au feu améliorée. Comme nous l'avons décrit dans ce chapitre, les câbles sont le plus souvent sous tension lorsqu'ils sont victimes et surtout lorsqu'ils sont responsables d'un incendie. À ce jour, la réglementation ne prend pas en compte cette caractéristique lors des différents essais permettant leurs caractérisations, hormis les tests de résistance au feu où la mise sous tension permet de vérifier uniquement la défaillance du câble.

L'objectif de ce mémoire est de développer et de valider des protocoles de test à échelle du laboratoire basé sur des modèles feu existant ou de nouveaux modèles feu afin d'évaluer les propriétés ignifuges des formulations pour le domaine de la câblerie. L'application de ces protocoles permettra également de visualiser et de quantifier l'impact d'une mise sous tension avec un courant dit nominal ou de dysfonctionnement sur le comportement de la gaine isolante d'un câble électrique lorsqu'il est victime ou responsable d'un incendie.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes.

Les différentes normes utilisées pour caractériser la réaction au feu des câbles électriques sont basées sur une mesure du pouvoir calorifique du matériau constituant la gaine isolante et de la propagation de la flamme d'un câble électrique non alimenté.

Dans ce second chapitre, nous exposerons les caractéristiques des matériaux étudiés et les formulations utilisées dans ce mémoire. Ensuite, nous présenterons les étapes permettant l'élaboration de câble au laboratoire. Ces étapes comprennent la préparation des formulations, la conception d'outil permettant la mise en forme et la réalisation des échantillons. Ensuite, nous décrirons les deux méthodologies de test basées sur un modèle feu connu. La partie développement de nouveaux tests ne sera pas prise en compte dans ce chapitre. La première étude a été faite à l'aide d'un cône calorimètre couplé à un Spectromètre Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permettant l'analyse des gaz et la seconde est adaptée des normes citées dans le précédent chapitre permettant un suivi de la propagation de la flamme des câbles simulés réalisés au laboratoire.

1. Caractéristiques des matériaux étudiés.

Comme cité dans le chapitre précédent, le marché actuel s'oriente vers le remplacement du PVC dans les gaines d'isolation des câbles électriques. En se basant sur l'expérience du laboratoire, nous avons choisi d'utiliser comme matrice polymère de l'EVA. Nous avons ensuite voulu étudier différents mécanismes d'action des ignifugeants. Pour ce faire, nous avons étudié deux systèmes connus de retardateur de flamme :

- Ethylène-vinyle acétate chargé de tri-hydrate d'aluminium (ATH).
- Ethylène-vinyle acétate chargé de polyphosphate d'ammonium.

Comme vu précédemment les formulations chargées de tri-hydrate d'aluminium développe un mode d'action en phase condensée et gazeuse et les formulations à base de polyphosphate d'ammonium développe un bouclier charbonné. Ces deux modes d'action permettent une amélioration du comportement au feu du matériau vierge. Lors de notre étude, l'utilisation de ces deux formulations, nous permettra d'expérimenter deux modes d'action retard au feu et de visualiser leurs comportements selon les tests. Nous avons également voulu suivre l'impact du borate de zinc comme agent de synergie pour la formulation éthylène-vinyle acétate chargée de tri-hydrate d'aluminium. Deux concentrations de polyphosphate d'ammonium seront également testées afin de visualiser l'évolution du mode d'action en fonction de la concentration de cette charge dans la matrice.

1.1. Matériaux.

Avant de caractériser les matériaux constituant la gaine isolante, il est important de détailler les caractéristiques du conducteur qui est l'âme du câble électrique. Le cuivre dont nous nous sommes servis est du fil de cuivre émaillé CUL de la marque BLOCK® couramment utilisé pour la production de bobine d'enroulement et pour les besoins des laboratoires. Pour les différents essais, on a pris différents diamètres de fil de cuivre dont les principales caractéristiques sont présentées dans le tableau 8.

Tableau 8 : Caractéristiques de différents diamètres de fil de cuivre [47].

Diamètre du fil de cuivre	Intensité maximale admissible. Donnée constructeur (A)	Résistance à la chaleur continue. (°C)	Emaillage. (°C)
0.40	0.45	155	>350
0.63	1.00	155	>350
0.85	2.00	155	>350
1.00	2.80	155	>350

L'éthylène vinyle acétate (figure 21), qui nous servira dans cette étude de matrice polymère, est un copolymère formé à partir d'éthylène et de vinyle acétate. L'avantage de ce copolymère est la possibilité d'ajouter de forte concentration de retardateur de flamme tout en gardant de bonnes propriétés mécaniques. Pour cela, il est couramment utilisé pour la fabrication de câble HFFR (Halogen-Free Flame Retardant) [48]. Les propriétés des copolymères d'EVA dépendent principalement de deux facteurs qui sont le poids moléculaire et la teneur en acétate de vinyle. L'EVA 28 utilisé ici, est composé de 28% massique de vinyle acétate.

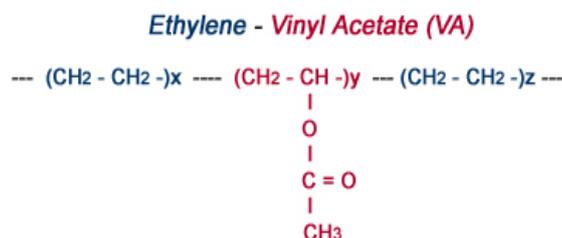


Figure 21 : Formule chimique de l'EVA.

Nous avons utilisé de l'EVATANE® 28-05 d'ARKEMA® (tableau 9). La teneur élevée en vinyle acétate permet au composé de disposer d'une bonne résistance à la fissuration et aux chocs, et d'une meilleure flexibilité même à basse température.

Tableau 9 : Caractéristiques de l'EVATANE® 28-05 [49].

CARACTERISTIQUES	EVATANE® 28-05
Pourcentage massique Vinyl Acetate	27-29 %w
Indice de fluidité (190°C/2.16kg)	5-8 g/10 min
Densité (23°C)	0.95 g/cm ³
Point de fusion	72°C
Point de ramollissement selon test Vicat (10N)	40°C
Point de ramollissement par la méthode bille et anneau	160°C
Elongation à la rupture	700-1000%
Résistance à la rupture	24 Mpa
Dureté Shore	80

L'ATH ou trihydroxyde d'aluminium fait partie avec l'hydroxyde de magnésium de la famille des hydroxydes métalliques. Ces derniers sont sans halogène, non toxique et non volatile. De plus, ces composés respectent l'environnement, avantage non négligeable au vue des contraintes environnementales de plus en plus strictes. Lors d'un incendie, il provoque une réduction substantielle de fumée, n'entraîne pas de produit de décomposition corrosif ou toxique. L'inconvénient majeur de l'ATH est sa stabilité thermique. Sa décomposition thermique commence aux alentours de 250°C [50].

Nous avons utilisé de l'hydroxyde d'aluminium APYRAL® de la société Nabaltec® (tableau 10).

Tableau 10 : Propriétés de l'APYRAL® [52].

CARACTERISTIQUES	L'APYRAL®
Pureté	<99,5%
Etat physique	Poudreux
Densité	2.4g/cm ³ (20°C)
Cp	1,65J/g.K à 400K
Point d'ébullition	2980°C
Décomposition thermique	T>200°C (dégagement d'eau de cristallisation)

Pour les formulations retard au feu, le borate de zinc est principalement utilisé comme agent de synergie avec les formulations EVA/ATH. Pour notre étude, nous opterons pour un borate de zinc dont la stabilité thermique est au moins égale à celle de l'ATH. Le choix s'est porté sur le borate de zinc Firebrake 500 qui est un borate de zinc anhydre.

Nous avons utilisé du Firebrake 500 de Rio Tinto Minerals (RTM)® (tableau 11).

Tableau 11 : Propriétés de Firebrake 500 de RTM[®] [53].

CARACTERISTIQUES	Firebrake 500
Composition :	
Oxyde de bore (B₂O₃)	56.2 %
• Oxyde de zinc (ZnO)	43.8 %
Taille moyenne des particules	10 microns
Perte de poids (TGA)	1.5 % à 400°C
Stabilité thermique	>600°C

L'ammonium poly phosphate AP760 est un agent ignifuge non halogéné. En formulation avec un polymère, il développe un phénomène d'intumescence lorsque que le composé est soumis à une source de chaleur [54].

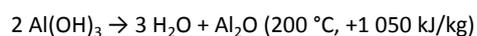
Pour notre étude, on a utilisé de l'Exolit AP 760 de chez Clariant[®] (tableau 12). L'AP760 de chez Clariant est un mélange de polyphosphate d'ammonium et de THEIC (tris(2-hydroxyethyl) isocyanurate)

Tableau 12 : Propriétés de l'Exolit AP 760 [55].

Caractéristiques	Exolit AP 760
Phosphore	19.0 à 21.0 %w
Eau/ humidité	Max 0.5 %w
Azote	Env. 14 %w
Densité	Env. 1.8 g/cm ³
Densité apparente	Env. 0.4 g/cm ³
Température de décomposition	>250 °C

1.2. Formulation retard au feu.

Deux formulations à base d'ATH et deux formulations à différentes concentrations de polyphosphate d'ammonium ont été élaborées. Le mode d'action de ces formulations est décrit ci-dessous. De nombreuses références traitent de l'ignifugation de l'EVA par l'ATH [56] [57]. Le mode d'action des formulations à base d'hydrate métallique est basé sur des procédés physiques et chimiques (figure 22). En présence d'une source d'ignition, la décomposition thermique de l'hydroxyde d'aluminium produit de l'oxyde d'aluminium et de l'eau. Le composé subit une déshydratation endothermique comme nous montre l'équation ci-dessous.



La vapeur d'eau libérée entraîne le refroidissement de la surface du polymère et dilue la concentration des gaz combustibles, provoquant ainsi un retard à l'inflammation. Une céramique protectrice composée d'oxyde d'aluminium se forme en surface. De plus, ce résidu d'oxyde joue un rôle de bouclier thermique agissant comme un pare-feu protégeant le polymère contre la décomposition ultérieure [58].

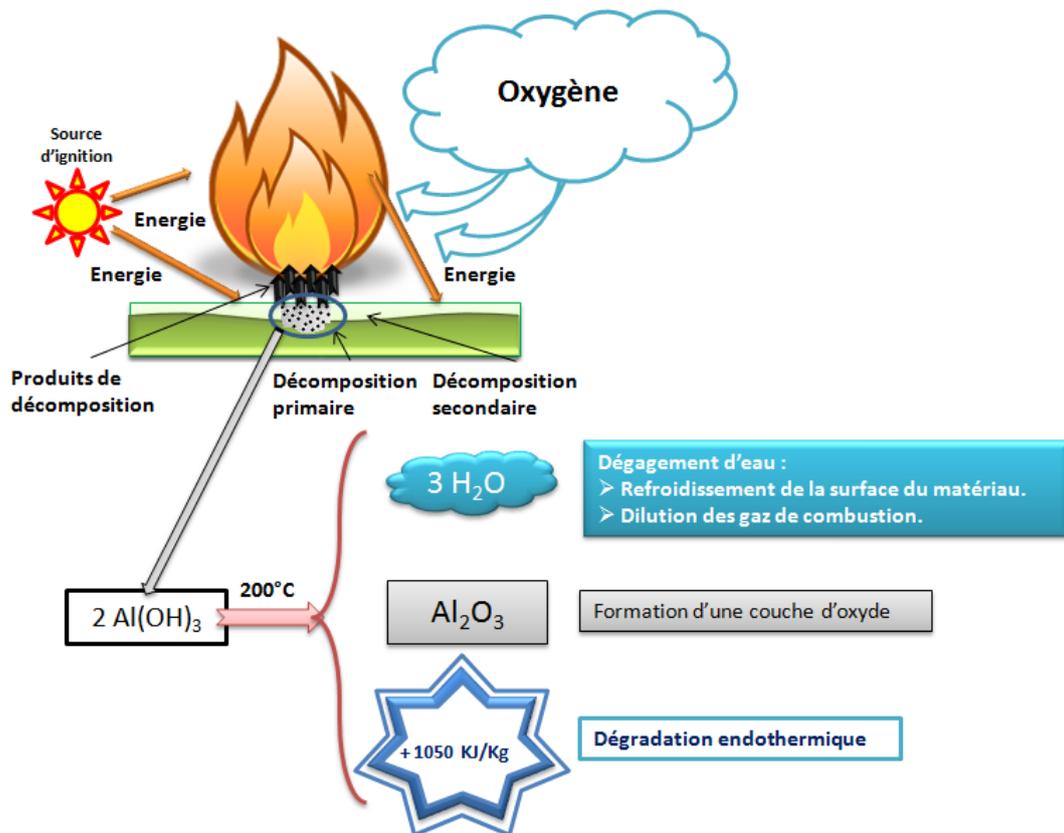


Figure 22 : Mécanisme du retardateur de flamme à base d'hydroxyde métallique [58].

Le borate de zinc est principalement utilisé comme retardateur de flamme dans les plastiques et les fibres de cellulose, le papier, le caoutchouc et les textiles. En formulation pour les isolants électriques, il supprime l'apparition d'arc électrique [59]. En synergie avec les formulations EVA/ATH, il entraîne une amélioration du comportement au feu et est un suppresseur de fumée (figures 23 A et B). La principale action du borate de zinc est de renforcer l'efficacité de la couche d'oxyde protectrice en jouant un rôle de liant via la formation d'oxyde de bore [50]. Il permet d'obtenir une céramique plus cohésive qui va résister mécaniquement aux différentes contraintes thermiques et aux contraintes liées au dégagement de gaz.

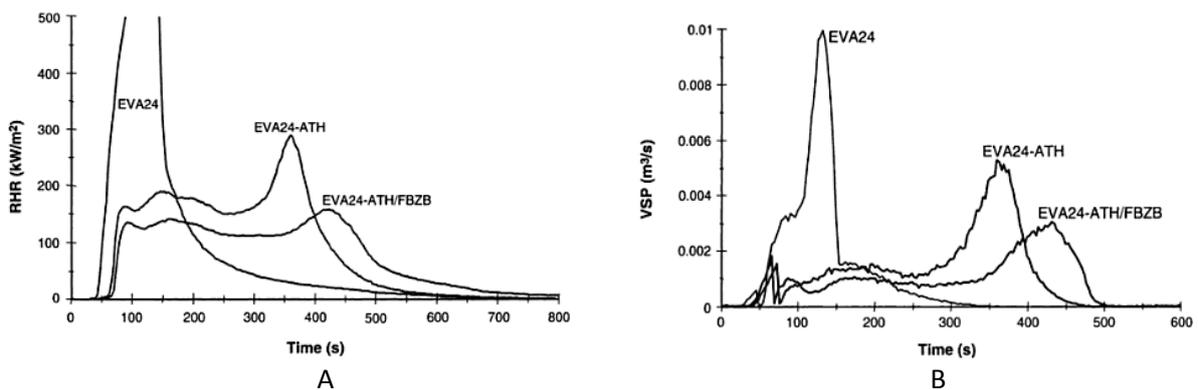


Figure 23 : Débit calorifique (A) et débit de production des fumées (B) des formulations EVA24/ATH et EVA24/ATH/FB comparé à l'EVA vierge [60].

Les formulations intumescentes contiennent en général trois ingrédients [32] : une source acide, un agent source de carbone, un agent gonflant. Le polyphosphate d'ammonium peut, lorsqu'il se décompose, jouer le rôle de source acide avec la formation d'acide phosphorique et d'agent gonflant avec la formation d'ammoniac. Ce composé fournit deux des trois ingrédients nécessaires à la formation d'un revêtement carboné. Un matériau intumescent soumis à un flux de chaleur développe en surface un bouclier carboné expansé, plus communément appelé char. Le rôle de ce

bouclier carboné est de limiter les transferts de chaleur et les transferts de matière (diffusion d'oxygène vers le polymère, alimentation de la flamme en fuel) entre la flamme et le polymère (figure 24).

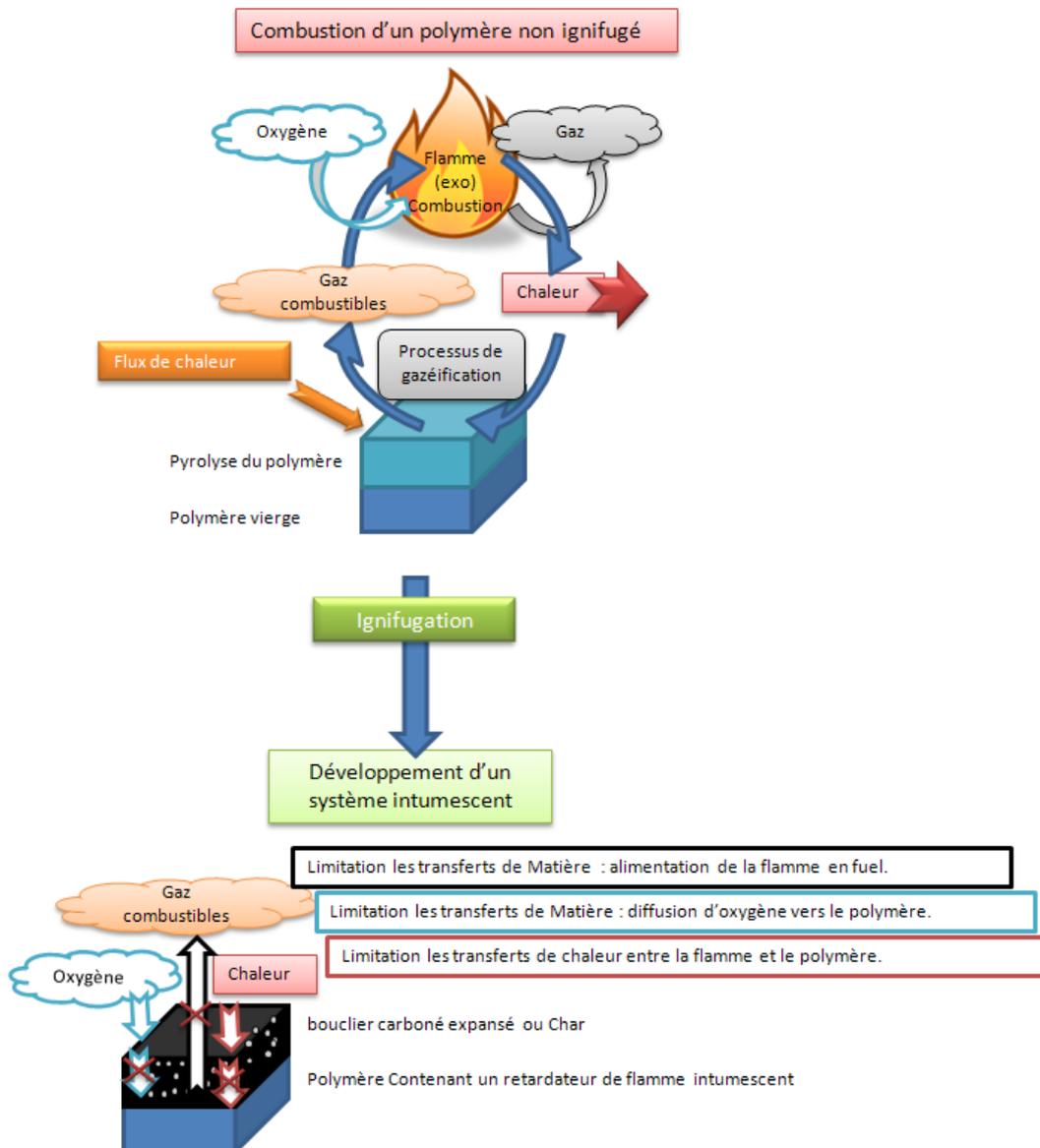


Figure 24 : Combustion d'un polymère non ignifugé et mode d'action des systèmes intumescents [32].

Afin de tester les formulations, il a été nécessaire de concevoir un dispositif permettant la mise en forme de câble électrique simple. En ce qui concerne les câbles utilisés en basse tension, la structure du câble se résume à un conducteur mono ou multibrin et d'une gaine isolante. Deux approches ont été envisagées : la première était l'extrusion de câble à l'aide d'un module complémentaire adapté sur une extrudeuse et la seconde était l'utilisation d'un moule spécifique et d'une presse à mouler. La seconde option a été privilégiée pour des raisons de coût et de réalisation.

2. Elaboration des échantillons.

L'utilisation d'un moule pour la mise en forme des échantillons, nous a amené, pour la réalisation des formulations, à utiliser le mélangeur thermo scientifique HAAKE* Rheomix OS[®] du laboratoire (figure 25). Le protocole d'élaboration des formulations est le suivant : un maximum de 250 g de matière est ajouté dans la chambre de mélange. Le temps de mélange est de 15 minutes à une température T qui dépend de la charge avec une vitesse de rotation des mélangeurs de 40 rpm. Pendant les 5 premières minutes, le polymère pur est fondu. Ensuite l'ATH, ATH/FB (T=180°C) ou

l'AP760 (T= 200°C) est ajouté dans la chambre de mélange. Puis, on poursuit le mélange pendant encore 10 minutes.

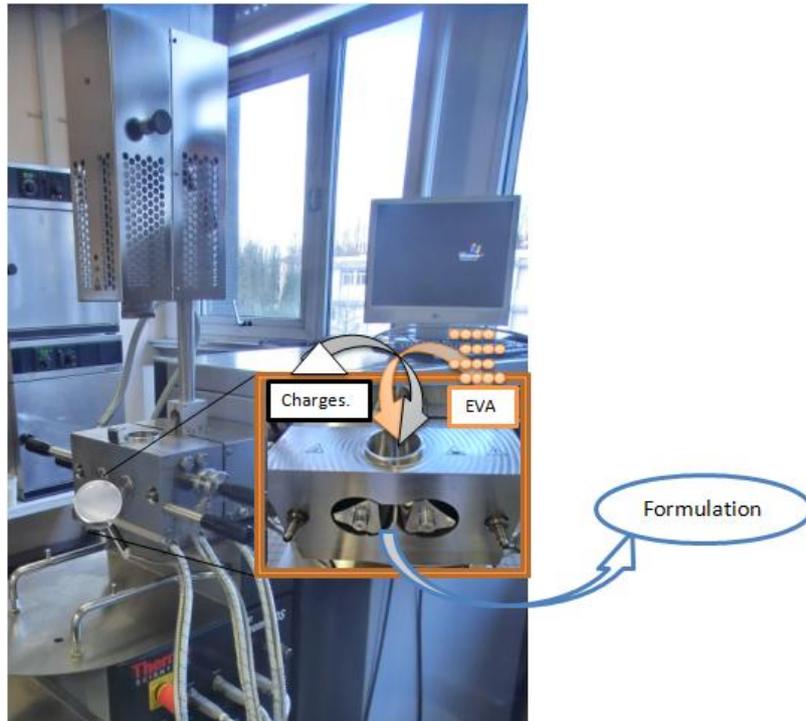


Figure 25 : Mélangeur thermo scientifique HAAKE* Rheomix OS®.

Afin de mettre en forme les échantillons contenant des conducteurs, il a été nécessaire d'élaborer deux moules spécifiques permettant la réalisation d'une plaque de 520 x 100 mm (figure 26) et un autre moule, sur le même principe que le précédent, pour réaliser une plaque ayant pour dimension 100 x 100 mm².

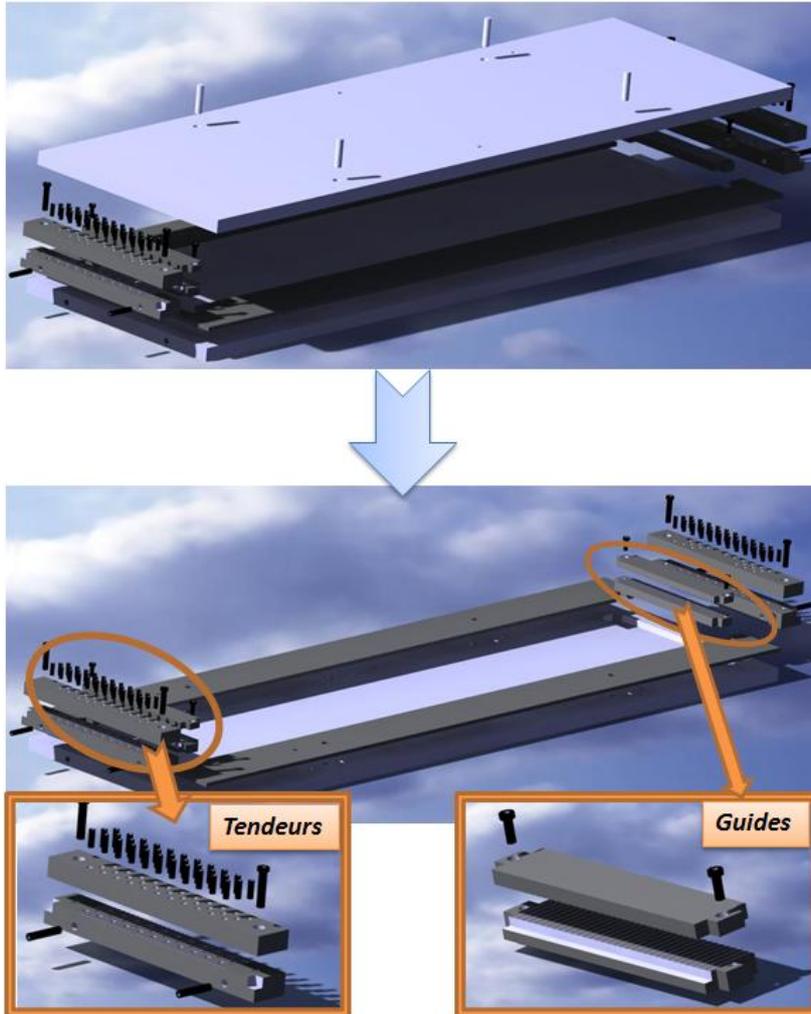


Figure 26 : Moules pour la fabrication de câble.

Les câbles simulés ont été réalisés à l'aide d'une presse hydraulique SOGEMA ENGINEERING®. On utilise le moule 520 x 100 mm pour la fabrication de câble. Pour obtenir une plaque de la formulation désirée contenant des conducteurs, on place les conducteurs dans le dispositif à l'aide des deux tendeurs et de deux guides (figure 27), on ajoute ensuite la formulation et on applique une pression à chaud. Les températures des deux plateaux sont fixées à 180°C pour l'EVA pur et les formulations contenant de l'ATH et à 200°C pour les formulations contenant de l'AP760. Le protocole de mise en forme des câbles est détaillé en *annexe 1*.

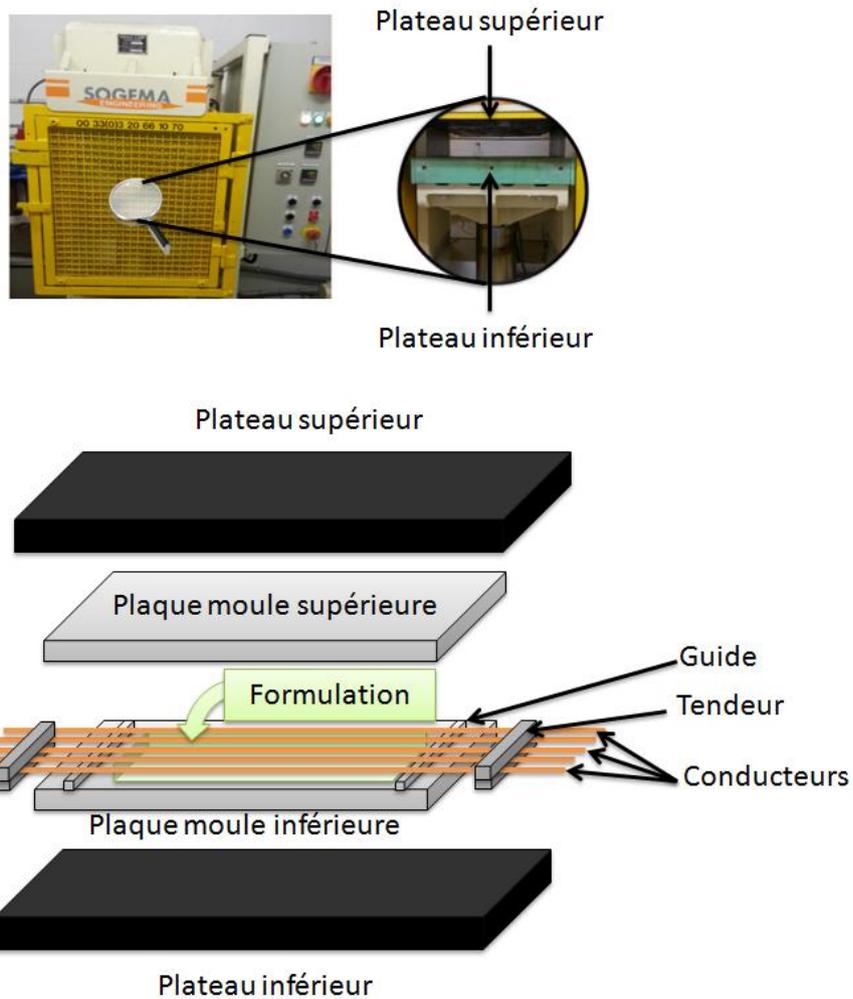
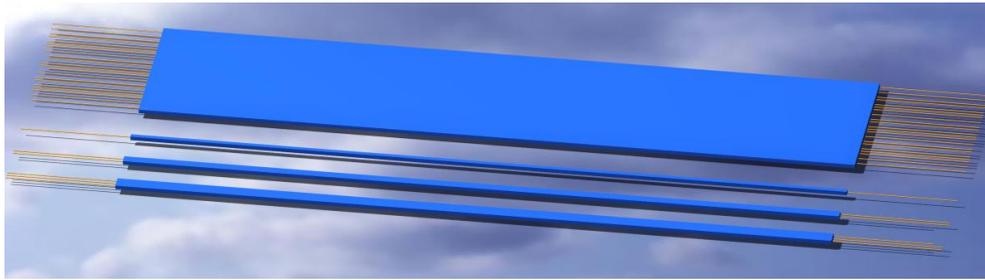
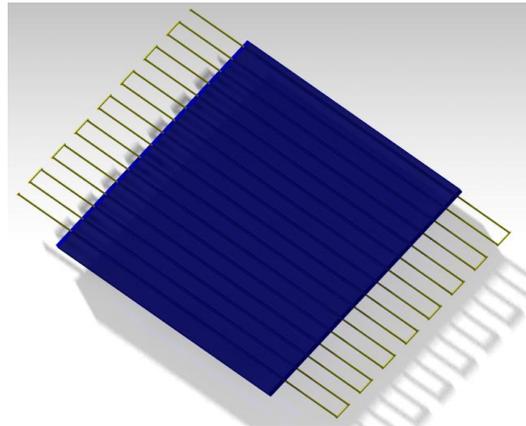


Figure 27 : Presse hydraulique de SOGEMA ENGINEERING®.

Il suffit ensuite de découper cette plaque pour obtenir les câbles. Cette méthode permet d'obtenir des câbles avec un ou plusieurs conducteurs selon les besoins (figure 28.A). Le second moule est utilisé pour obtenir une plaque de dimension 100 x 100 mm pour le passage de l'échantillon au cône calorimètre (figure 28.B).



A : Plaque de dimension 520 x 100 x 3 mm
Câble de dimension 520 x 3 x 3 mm par conducteur.



B : Plaque de dimension 100x100x3 mm

Figure 28 : Représentation des échantillons réalisés à l'aide de la presse.

En 2001, un programme nommé FIPEC (Fire Performance of Electric Cables) a permis d'établir avec un haut niveau de discrimination un test grande échelle. Ce projet a eu pour objectif, la mise en place de procédure d'essai petite échelle pour les câbles et les matériaux qui peuvent être utilisés pour le développement de gaine isolante. Ceci afin de se placer dans des conditions proches de la réalité, en se basant sur la disposition réelle des centrales électriques, des véhicules (trains, bateaux et avions), des tunnels et des locaux [61]. Ces différents tests se résument à un protocole d'essai au cône calorimètre et à un protocole d'essai pour le suivi de l'inflammation et la propagation de la flamme selon les scénarios, décrit précédemment. Ceux-ci prennent en compte : la configuration horizontale et verticale, le positionnement des câbles et l'environnement (local ouvert, fermé, semi fermé). Dans la suite de ce chapitre, nous allons décrire deux tests petite échelle couramment utilisés pour caractériser le comportement au feu des formulations de gaine isolante de câble électrique.

3. Principe du cône calorimètre couplé FTIR.

Le cône calorimètre est l'instrument le plus important à l'échelle laboratoire dans le domaine des tests au feu, car il mesure d'importantes propriétés caractéristiques d'un feu réel. Pour effectuer des mesures de débit calorifique, nous avons utilisé un mass loss cone de Fire Testing Technology (FTT). Cet appareil utilise une thermopile située dans la cheminé du cône calorimètre pour évaluer le HRR (Heat Release Rate) ou RHR (Rate of Heat Release) suivant la procédure définie dans la norme ISO 13 927, au lieu d'une mesure de la consommation d'oxygène (ISO 5660). L'intégration de la courbe exprimant l'évolution de HRR en fonction du temps donne la quantité de chaleur totale dégagée THR (Total Heat Release) exprimée en kJ.m^{-2} . Le maximum du débit calorifique ou pic de débit calorifique (pHRR) est considéré comme un paramètre représentatif d'un feu, car il permet de définir sa capacité de propagation [62]. D'autres paramètres sont mesurés au cours de la combustion tels que le temps d'ignition TTI (Time To Ignition) et le temps d'extinction TOF (Time Of Flame-out). L'évolution de la masse de l'échantillon est suivie tout au long de la combustion au moyen d'une

balance, ce qui permet de déterminer la vitesse de perte de masse de l'échantillon MLR (Mass Loss Rate).

Pour étudier les gaz dégagés lors de l'analyse au cône calorimètre, nous l'avons relié à un Spectromètre Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les gaz dégagés sont analysés en ligne quantitativement et qualitativement. Pour effectuer ces mesures, nous avons utilisé l'analyseur Thermo Scientific™ Antaris™ IGS. Les gaz sont recueillis par un pistolet de prélèvement et transitent via une ligne de transfert fournis par M & C Tech Group. La ligne de transfert entre le cône calorimètre et le FTIR est de 2 m de long et a été chauffée à 180°C pour limiter la condensation des gaz. Pour assurer une température constante de la ligne de transfert, deux régulateurs de température ont été installés. Avant d'analyser les gaz, les particules de suie ont été filtrées par deux filtres différents (2 µm et 0,1 µm). La cellule à gaz du FTIR a été réglée à 185 ° C et 652 Torr. Le chemin optique est de 2 m de long et la chambre du spectromètre est remplie d'air sec. Les spectres FTIR obtenus sont traités avec le logiciel OMNIC. L'analyse des gaz émis lors de la décomposition thermique d'un matériau polymère répond à une double préoccupation : l'identification des mécanismes de dégradation du matériau et l'évaluation de la toxicité des gaz. La figure 29 montre le dispositif expérimental de couplage cône calorimètre / FTIR.

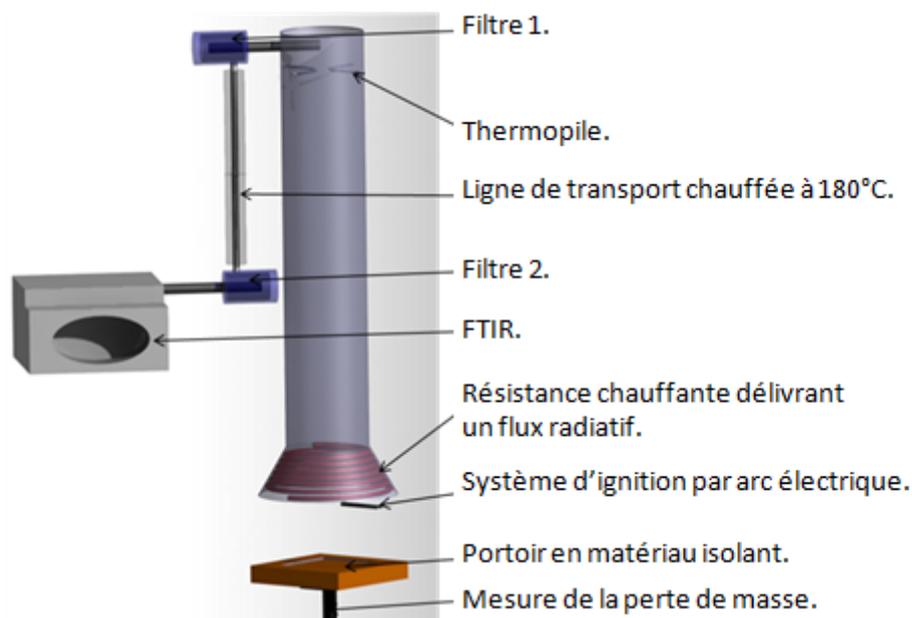


Figure 29 : Schéma du couplage cône calorimètre / FTIR.

Pour l'étude au cône calorimètre, des plaques de dimensions 100 × 100 × 3mm³ sont exposées à un flux radiatif de 35kw/m². La distance (td) entre la résistance chauffante et l'échantillon est de 25 mm. Ces conditions correspondent à un scénario d'un incendie déclaré. L'analyse au cône calorimètre permet d'obtenir de nombreuses informations. Cependant, cette étude n'apporte aucun renseignement sur la propagation de la flamme lorsque la gaine est exposée à une flamme. Pour cette raison, nous avons développé, sur la base des normes existantes, un test petite échelle permettant l'étude la propagation de la flamme.

4. Caractéristiques de l'étude de la propagation de la flamme des câbles électriques.

Dans la normalisation, l'étude de la propagation de la flamme des câbles électriques comprend des essais qui combinent le comportement de la flamme après son allumage et la propagation qui s'en suit. Le format de l'échantillon à tester est fonction du moule élaboré. Les dimensions d'un câble seront dans notre étude de 520 x 3 x 3 mm³. Pour des raisons pratiques, le système d'ignition sera de type bec bunsen. En se basant sur les différentes normes citées dans le premier chapitre de ce mémoire, nous étudierons la propagation de la flamme en position horizontale et verticale (figure 30).

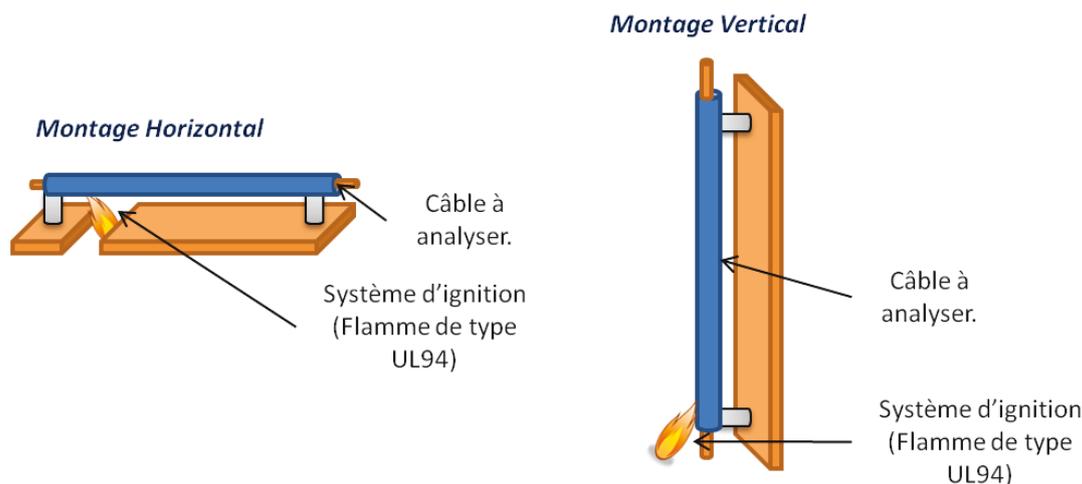


Figure 30 : Schémas du montage pour l'étude de l'inflammabilité et de la propagation de la flamme.

Pour cette étude, nous avons défini un débit de 200 ml/min qui correspond à une flamme bleu de 25 mm et à une montée en température de 600°C (entre 100°C et 700°C) en 46 s +/-3s. La caractérisation de la flamme est présentée en *annexe 2*. Pour étudier la propagation de la flamme, nous nous placerons en convection naturelle qui correspond au scénario ouvert présenté dans le tableau 13.

Tableau 13 : Présentation des différentes configurations réelles des câbles selon le programme FIPEC [61].

Configuration	Ouvert	Semi-fermé	Fermé	Fermé avec ventilation	« vide* »
Horizontale	Centrale électrique	Centrale électrique	Centrale électrique	Tunnels	Véhicules
	Véhicules	Tunnels	Véhicules	Locaux	Locaux
	Tunnels		Tunnels		
Verticale	Centrale électrique	Centrale électrique	Centrale électrique	Tunnels	Véhicules
	Locaux		Tunnels	Locaux	Locaux
	Tunnels		Locaux		

*La configuration « vide » décrit une mise en place des câbles dans un mur avec un accès d'air limité.

Dans les différentes normes citées précédemment, il est habituel de mesurer la distance détruite par la flamme. Dans cette étude, au vue de l'échelle du test, nous avons privilégié la mesure de la vitesse de propagation de la flamme plutôt que la distance détruite.

5. Conclusion.

Dans ce chapitre, nous avons présenté les matériaux et formulations qui seront utilisés dans ce mémoire. Nous avons également détaillé le mode d'action des différents ignifugeants utilisés dans cette étude permettant d'améliorer le comportement au feu du matériau. Nous avons ensuite, décrit la démarche permettant la mise en œuvre au laboratoire de câble simulé. Ce chapitre se termine sur la description de la méthodologie basée sur un modèle feu existant permettant la caractérisation du comportement au feu des formulations ignifuges.

Avant de développer de nouvelle méthodologie de test, il est nécessaire de visualiser la réaction au feu de câble simulé réalisé au laboratoire ayant pour gaine isolante les différentes formulations ignifuges décrites dans ce chapitre.

Chapitre 3 :
Méthodologie d'essai pour test évaluant
la réaction au feu de câble simulé.

Le but de ce chapitre est l'étude des différentes formulations à l'aide de méthodologie basée sur un modèle feu existant.

Ces méthodologies d'essai, décrites précédemment, permettront de mesurer le débit calorifique et le dégagement des gaz provoqués par les différentes formulations lorsqu'elles sont soumises à un scénario d'incendie déclaré. Nous suivrons également le potentiel de propagation de la flamme des formulations. Grâce à ces études, nous visualiserons et étudierons l'action des ignifugeants.

1. Etude au cône calorimètre couplé FTIR.

D'après les études de *Brabaukas et al.* [63], lorsque l'étude au cône calorimètre est effectuée avec un flux de 35 kW/m^2 , les valeurs de répétabilité sont les suivantes (tableau 14).

Tableau 14 : Définition des valeurs de répétabilité pour l'étude au cône calorimètre.

Paramètres	Répétabilité
Temps d'ignition	+/-15%
Peak heat release rate	+/-10%
Total heat release	+/-10%

On visualise que la répétabilité des essais sur le matériau vierge (EVA 28) est bonne (figures 31 et 32).

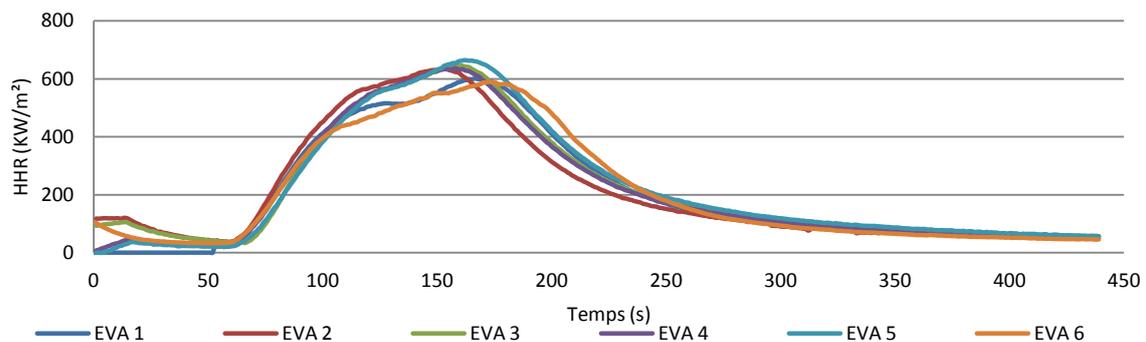


Figure 31 : Evolution du débit calorifique en fonction du temps d'EVA 28 vierge ($q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$).

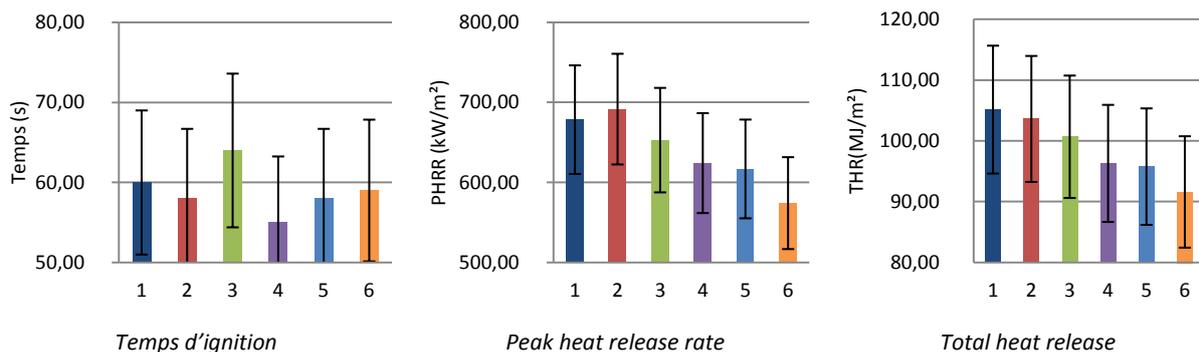


Figure 32 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA 28 vierge ($q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$).

Pour l'analyse des gaz à l'aide du FTIR, nous avons suivi l'évolution des spectres 2D enregistrés au cours des analyses effectuées au cône calorimètre. Pour créer une méthode de quantification, des régions représentatives dans les spectres du gaz sélectionné doivent être choisies et les interactions avec d'autres gaz doivent être prises en compte. Pour déterminer les gaz dégagés lors de l'analyse IR, nous avons comparé ces spectres avec une base de données bibliothèques de gaz de référence (figure 33).

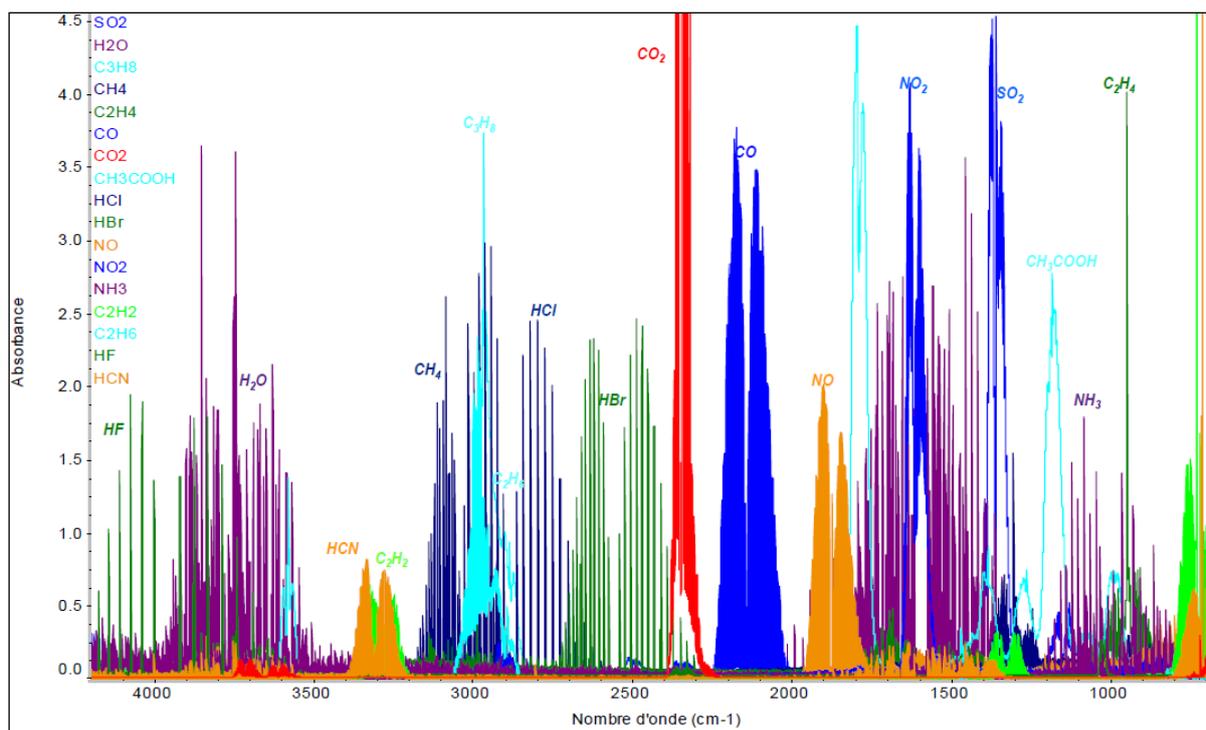


Figure 33 : Bibliothèques de gaz de référence [64].

Différentes études ont été effectuées sur les gaz produits lors de la dégradation thermique de l'EVA. De ces études, nous pouvons citer celle de McGrattan obtenue dans les essais au feu à petite échelle en utilisant l'analyse thermogravimétrique couplée à la chromatographie gazeuse et la spectroscopie infrarouge (TG / GC / IR) [65], de Marcilla en couplant analyse thermogravimétrique avec Fourier spectroscopie infrarouge (TG / FTIR) [66] et de Witkowski par analyse thermique simultanée couplée à un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (STA/FTIR) [67]. D'autres études ont également été menées comme celle de Soudaisa couplant l'analyse thermique différentielle à une analyse thermogravimétrique et à un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (DTA / TG / FTIR) [68] ou celle de Rimez couplant l'analyse thermogravimétrie à la spectrométrie de masse et analyse thermique différentielle (TG / MS / ATG) [69]. Ces résultats montrent, que lorsque l'EVA est soumis à une température importante, il se décompose en deux étapes. Il a été observé, dans un premier temps, une pyrolyse de l'acétate avec la formation d'acide acétique, de monoxyde de carbone et de dioxyde de carbone, suivie ensuite, de l'effondrement de la colonne vertébrale d'hydrocarbures pour produire un grand nombre de produits hydrocarbonés (alcanes, alcènes) et des composés aromatiques.

Le dégagement des différents gaz observé lors de notre étude de l'EVA par cône calorimètre / FTIR est en accord avec les travaux décrits dans la littérature (figure 34). Lors de l'application d'un scénario d'incendie déclaré (35kW/m^2) avec ignition forcée, nous détectons de l'acide acétique (CH_3COOH), du dioxyde de carbone (CO_2), du monoxyde de carbone (CO), du méthane (CH_4), de l'éthylène (C_2H_4), et la vapeur d'eau (H_2O) (figure 34). Le dégagement d'acide acétique observé correspond à la déacetylation du polymère (figure 35). Le monoxyde de carbone, le dioxyde de carbone et l'eau proviennent de la réaction de pyrolyse secondaire du groupe vinyle acétate [66] [70]. La formation de méthane résulte de la dégradation des liaisons saturées en fin de chaîne de polymère [71].

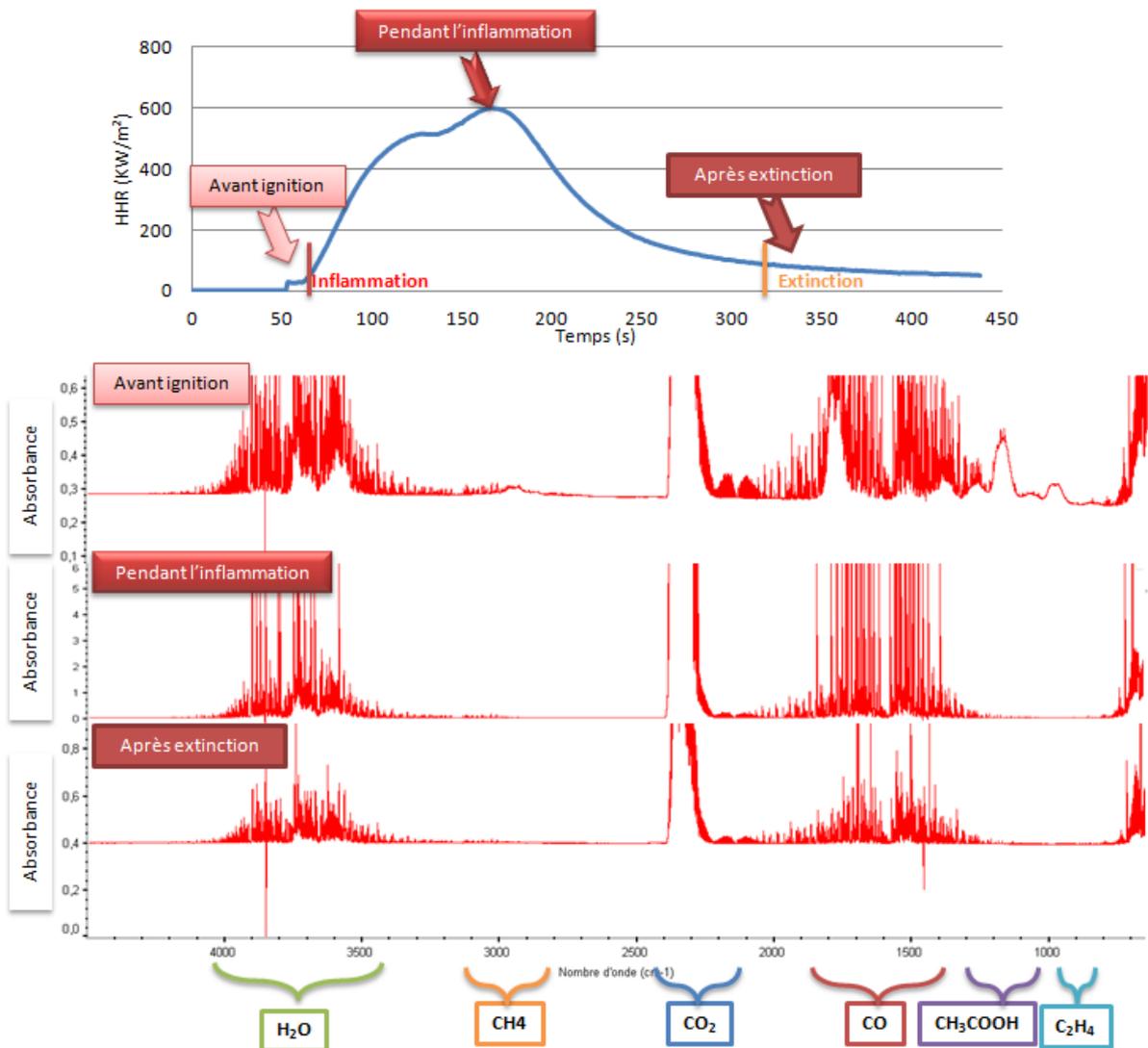


Figure 34 : Spectre IR de l'EVA 28 avant, pendant et après l'inflammation, obtenu lors de l'analyse au cône calorimètre $q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$.

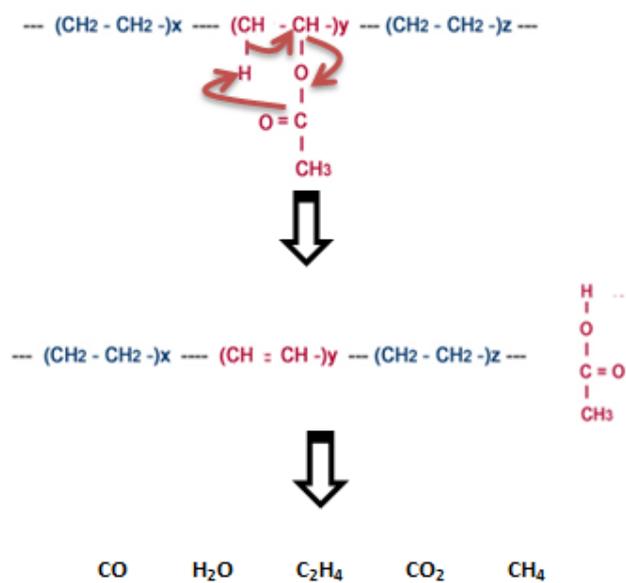


Figure 35 : Mécanisme de dégradation thermique de l'EVA [66] [70].

Lors des essais préliminaires au FTIR, nous avons remarqué une évolution de la répétabilité des concentrations des différents gaz obtenues au cours du temps. Les suies générées par la combustion du matériau provoquent le colmatage du premier filtre qui entraîne une variation du débit de prélèvement au cours des essais. Suite à ce constat, nous avons décidé d'inclure dans notre protocole de tests, le nettoyage du premier filtre. Nous obtenons, suite à cela, pour la plupart des concentrations des différents gaz obtenues au cours du temps, une bonne répétabilité à plus ou moins 10% (figure 36). Cependant nous remarquons que l'évolution de la concentration de l'acide acétique au cours du temps n'est pas répétable à plus ou moins 10% pour les différentes expériences. Cet écart s'explique par la différence du temps d'inflammation de l'EVA qui va induire un dégagement plus ou moins important d'acide acétique.

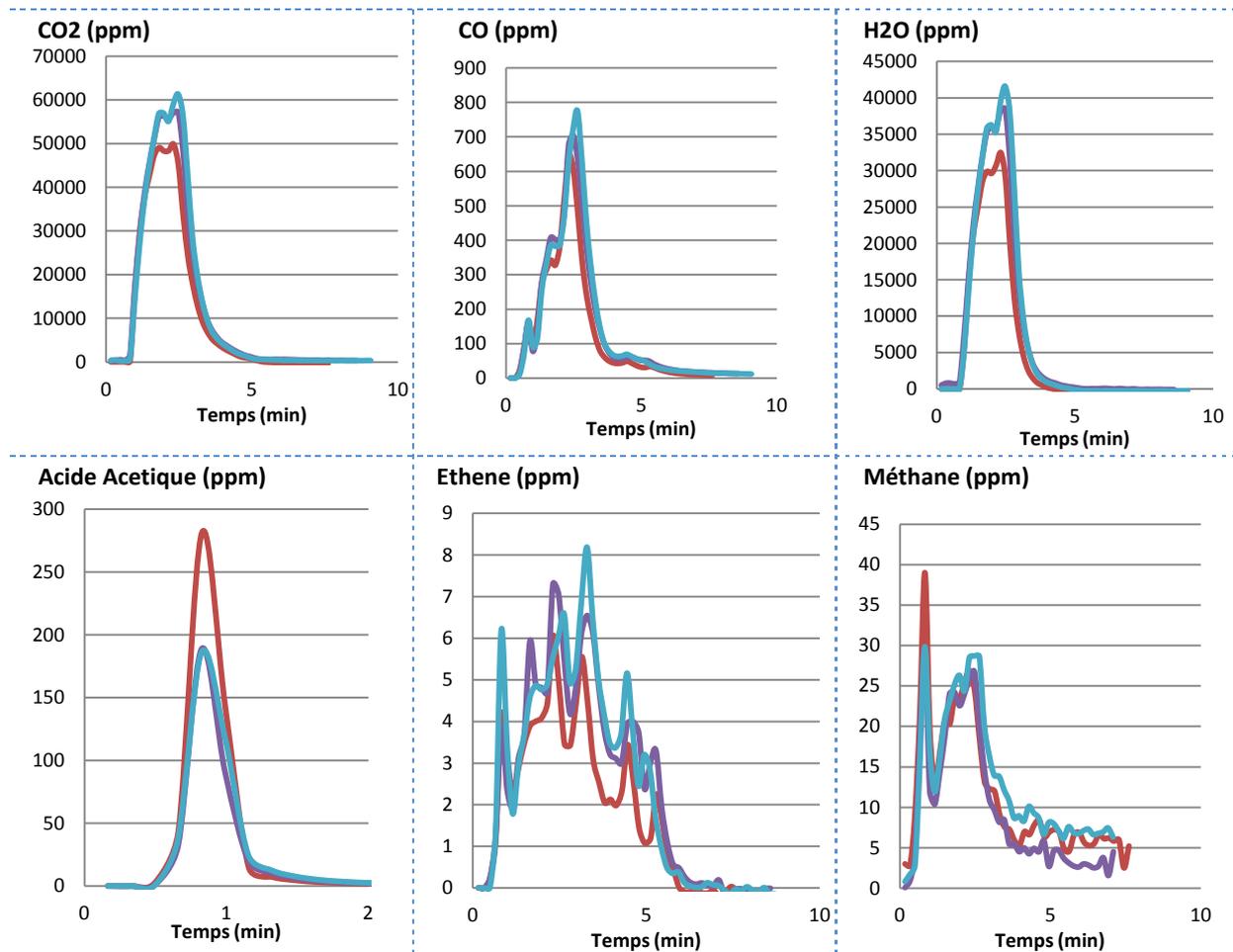


Figure 36 : Répétabilité de l'analyse quantitative des principaux gaz au cours de la décomposition thermique d'EVA 28 par FTIR.

Nous observons, lors de l'analyse cône calorimètre/FTIR, que la dégradation de l'EVA, comme il a déjà été mentionné précédemment, s'effectue en deux étapes (figure 37) :

La première débute au début de l'analyse jusqu'à l'inflammation de l'EVA. Elle est caractérisée par la libération de l'acide acétique accompagnée par une faible concentration de méthane, d'éthylène et de monoxyde de carbone. Du dioxyde de carbone et de l'eau sont également détectés avant l'inflammation mais les concentrations mesurées sont très faibles par rapport à celles observées le long de l'inflammation. Nous remarquons, que l'analyse quantitative de l'acide acétique provenant de la déacetylation a la plus forte concentration de gaz libéré au cours de la première étape de la décomposition thermique de l'EVA.

La deuxième étape s'étend de l'inflammation à l'extinction de la flamme. Elle est caractérisée par une augmentation importante de dioxyde de carbone et de la vapeur d'eau avec un maximum atteint au pic de HRR (figure 37), tandis que la concentration de l'acide acétique diminue

brusquement après l'allumage. En ce qui concerne le monoxyde de carbone, il y a une brève diminution au moment de l'inflammation puis une augmentation qui suit l'évolution du dioxyde de carbone et de la vapeur d'eau. Pendant l'inflammation, la plaque d'EVA devient liquide.

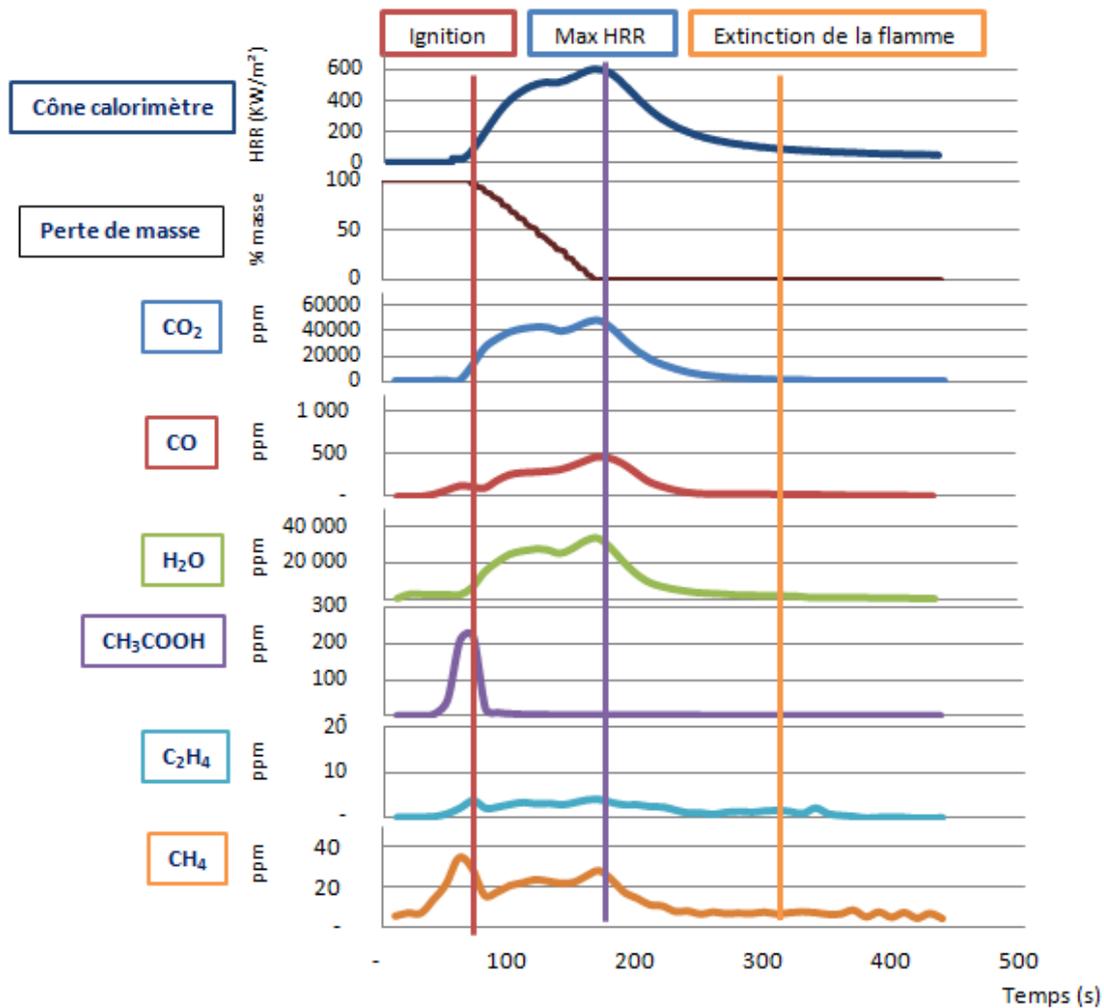


Figure 37 : Analyse au cône calorimètre couplé FTIR de l'EVA 28 vierge.

Nous avons ensuite appliqué le couplage cône calorimètre / FTIR aux quatre formulations ignifuges. Le suivi du débit calorifique montre l'évolution de la réaction au feu des formulations comparées au polymère vierge (figures 38 et 39). En ce qui concerne le temps d'inflammation, nous observons une augmentation pour les formulations EVA/ATH et EVA/ATH FB et une diminution pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w par rapport à l'EVA seul. La formulation EVA/AP760 chargée à 30%w présente un temps d'inflammation similaire à celui de l'EVA.

La seconde observation est la réduction de PHRR obtenue pour toutes les formulations testées (flux radiatif de 35KW/m²). Pour les formulations EVA/ATH, EVA/ATH/FB et EVA/AP760 chargée à 30%w, la diminution du PHRR est de plus de 70% par rapport à l'EVA vierge. Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, la diminution atteint environ 50%. Cette donnée démontre l'amélioration du comportement au feu de ces formulations. Par contre, nous ne remarquons pas une diminution significative du THR pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w comparée à l'EVA vierge (figure 39).

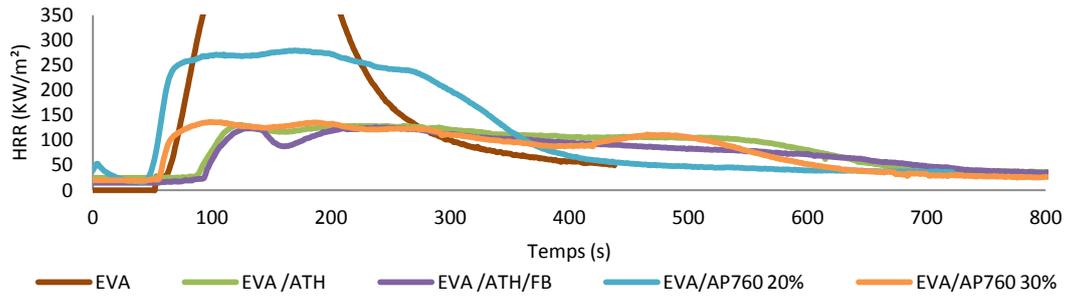


Figure 38 : Evolution du débit calorifique en fonction du temps des différentes formulations comparées à l'EVA 28 vierge ($q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$).

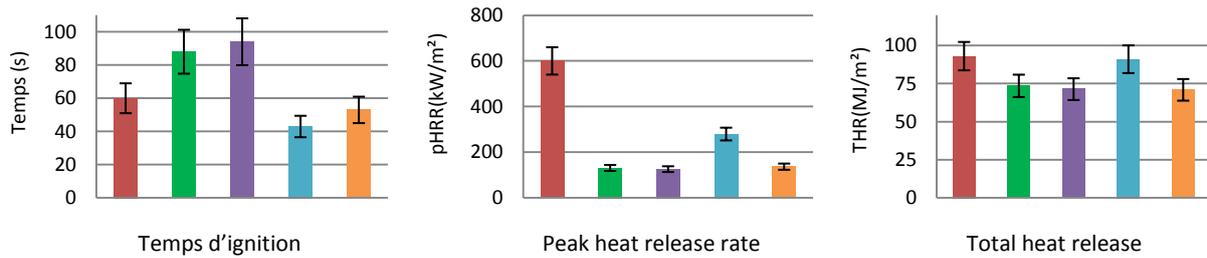


Figure 39 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre des différentes formulations comparées à l'EVA 28 vierge ($q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$).

En ce qui concerne le résidu obtenu après l'analyse au cône calorimètre, nous observons pour les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB un résidu important (figure 40). Celui-ci correspond principalement à la formation d'alumine formée par la déshydratation de l'ATH [60]. Pour les formulations EVA/AP760, on observe le développement d'un revêtement carboné expansé (intumescence) au cours de l'analyse. On constate, pour la formulation contenant 30%w d'AP760, une structure alvéolaire caractéristique d'une mousse carbonée que l'on n'observe pas ou peu pour la formulation contenant 20%w d'AP760.

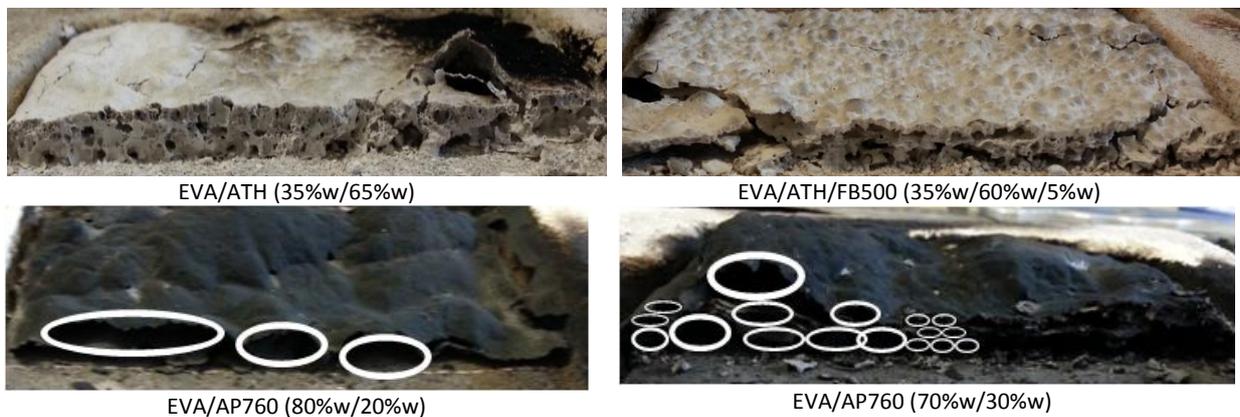


Figure 40 : Résidu observé après l'analyse obtenue au cône calorimètre des formulations. ($q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$).

L'analyse FTIR de l'EVA/AP760 (figure 41) montre la détection de différents gaz supplémentaires, par rapport à l'EVA et aux formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, provoqués par la dégradation de l'AP760. Nous observons de l'ammoniac, du monoxyde d'azote et de l'acide cyanhydrique.

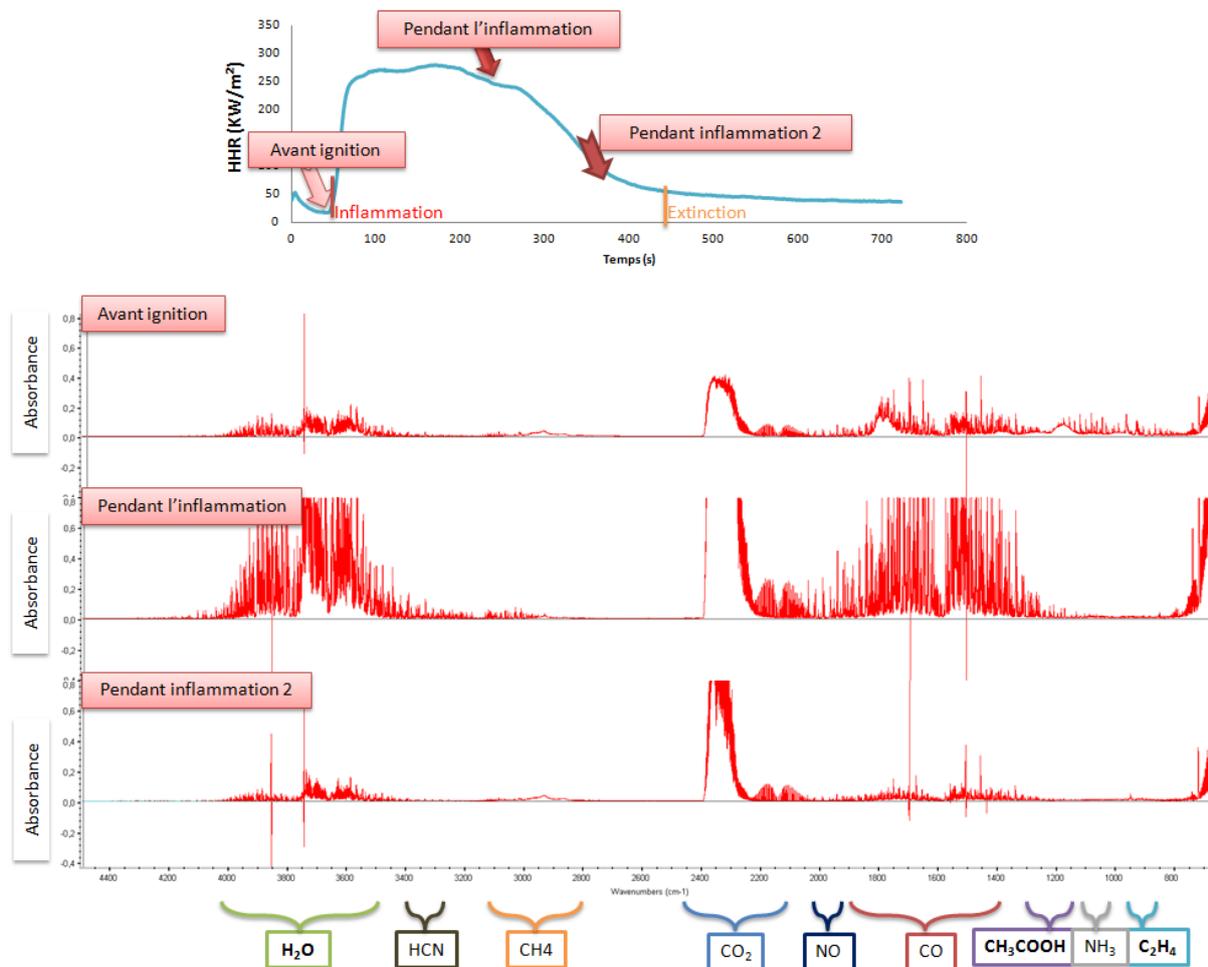


Figure 41 : Analyse FTIR de l'EVA/AP760 (20%w) avant, pendant et après l'inflammation, obtenue au cône calorimètre $q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$.

L'ammoniac observé provient de la décomposition du polyphosphate d'ammonium (figure 42). L'acide cyanhydrique provient de la décomposition du THEIC (tris(2-hydroxyethyl) isocyanurate contenu dans l'AP760.

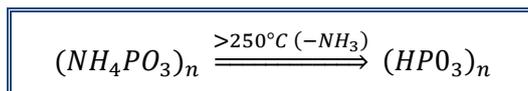
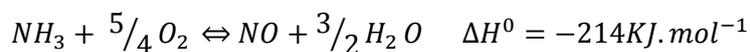


Figure 42 : Décomposition du polyphosphate d'ammonium.

L'oxydation de l'ammoniac peut produire du monoxyde d'azote. De même l'acide cyanhydrique peut, sous certaines conditions, également produire du monoxyde d'azote [72].



Nous remarquons, lors de l'analyse des gaz dégagés au cône calorimètre avec un flux de 35KW/m^2 , pour les formulations EVA/ATH, EVA/ATH/FB et EVA/AP760 chargée à 30%w que la dégradation du matériau peut être divisée en trois étapes (Cf. Annexe 3). Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, comme pour l'EVA 28 vierge, la dégradation du matériau se divise en deux étapes.

La première étape se situe à partir du début de l'analyse jusqu'à l'inflammation du matériau.

Pour les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, cette étape est surtout caractérisée par une concentration élevée d'eau associée à la déshydratation de l'ATH [60]. On observe également une concentration beaucoup plus faible en acide acétique par rapport à l'EVA vierge (figure 43). Cette

diminution s'explique en partie par la différence de masse d'EVA entre les deux échantillons lors de l'analyse provoquée par un taux de charge élevé (65%w).

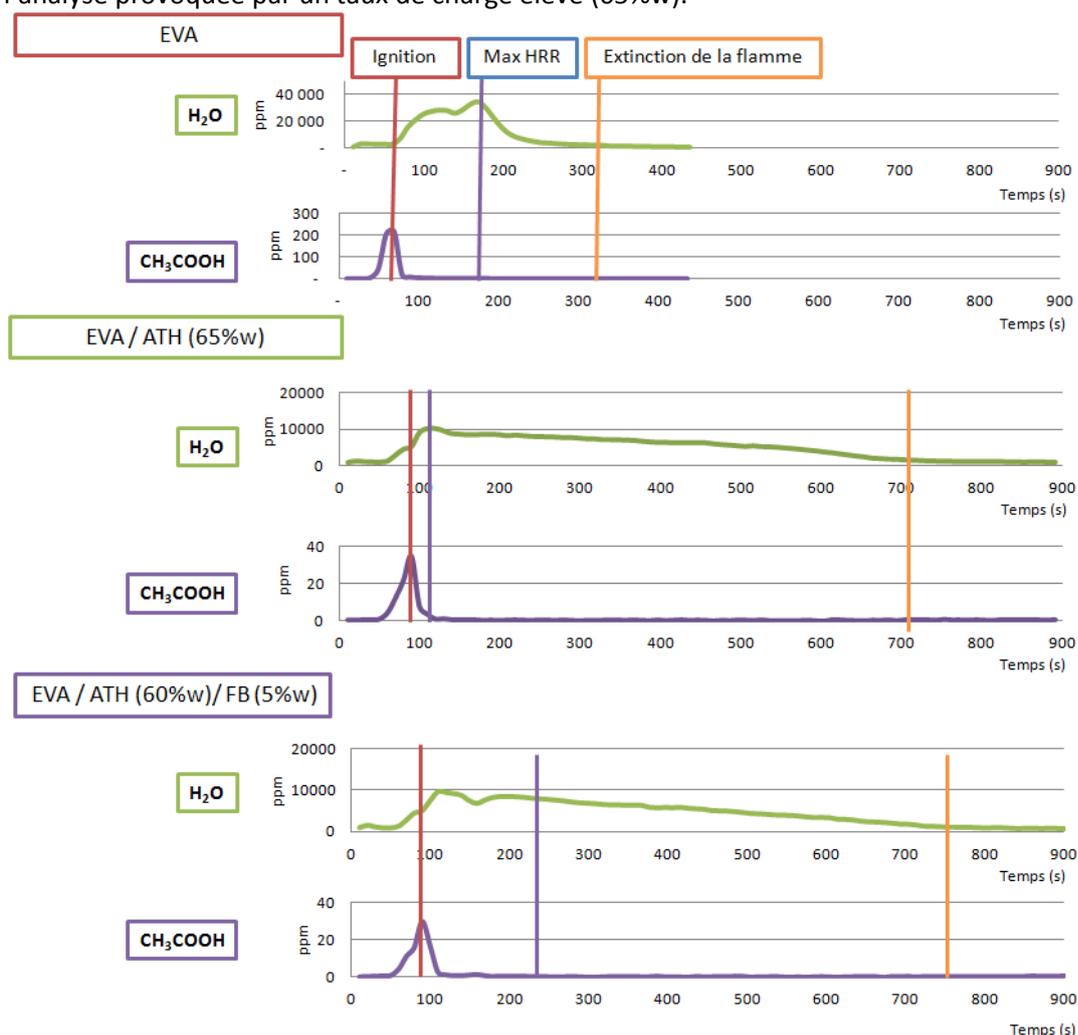


Figure 43 : Evolution de la concentration en eau et en acide acétique pour les formulations EVA/ATH, EVA/ATH/FB et l'EVA vierge lors de l'analyse au cône calorimètre $q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$.

Lors de la comparaison des spectres infra rouge des gaz obtenus juste avant l'inflammation de l'EVA vierge et de la formulation EVA/ATH, nous visualisons la présence d'acétone (figure 44).

L'effet catalytique de l'alumine (Al_2O_3) formé dans la phase condensée au cours de la décomposition de l'hydrate d'alumine entraîne la transformation de l'acide acétique en acétone [64]. Lors de nos expérimentations à l'aide du FTIR, il ne nous a pas été possible de quantifier la concentration en acétone car nous ne disposions pas de la calibration nécessaire.

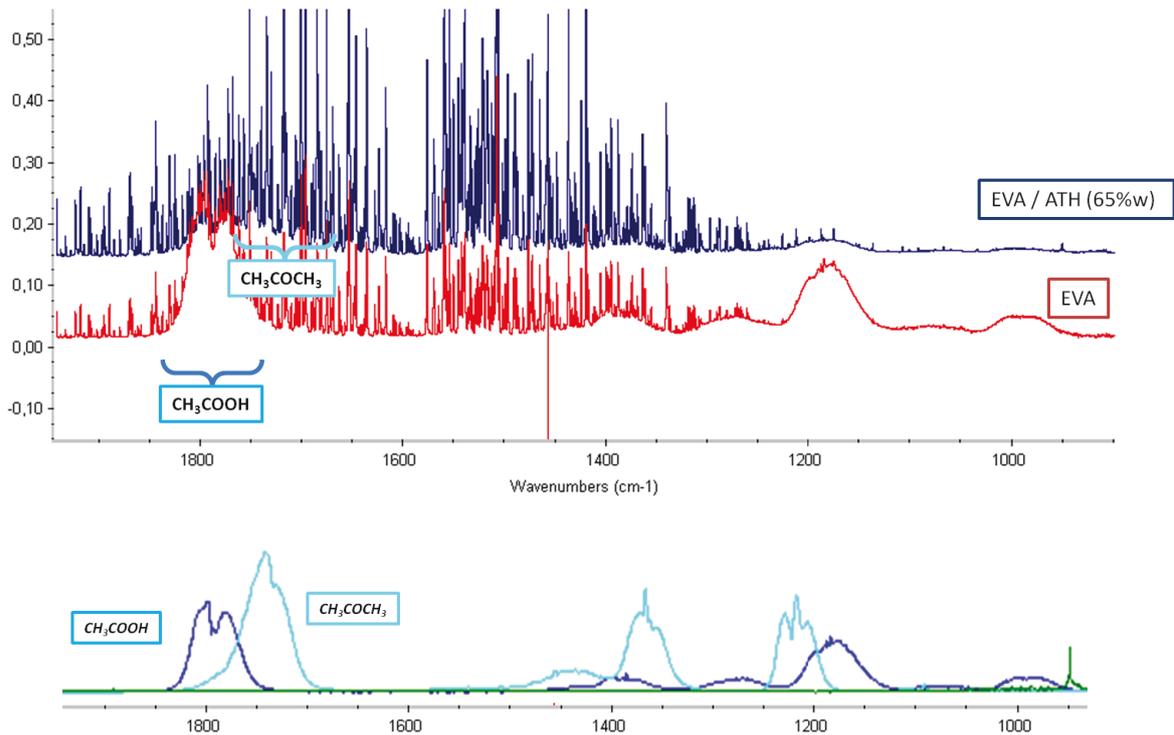


Figure 44 : Spectre Infrarouge des formulations EVA et EVA/ATH compare au spectre infra rouge de l'acide acétique et de l'acétone.

Pour les formulations EVA/ AP760 chargée à 20%w et à 30%w, on visualise durant cette première étape, avant l'inflammation, des différences significatives. Celles-ci concernent la concentration en acide acétique et en ammoniac dégagée lors de la dégradation des formulations.

L'évolution de la concentration en acide acétique observée pour les deux formulations d'EVA 28 chargées de polyphosphate d'ammonium est provoquée par la variation du temps d'inflammation. Un temps de dégradation plus important va provoquer une augmentation de la concentration en acide acétique (figures 45 et 46).

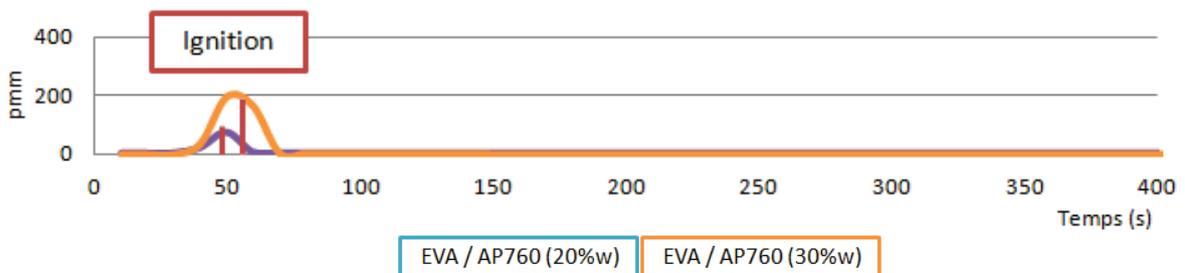


Figure 45 : Evolution de la concentration en acide acétique pour les formulations EVA/AP760 au cours du temps soumis à un flux radiatif de 35KW/m².

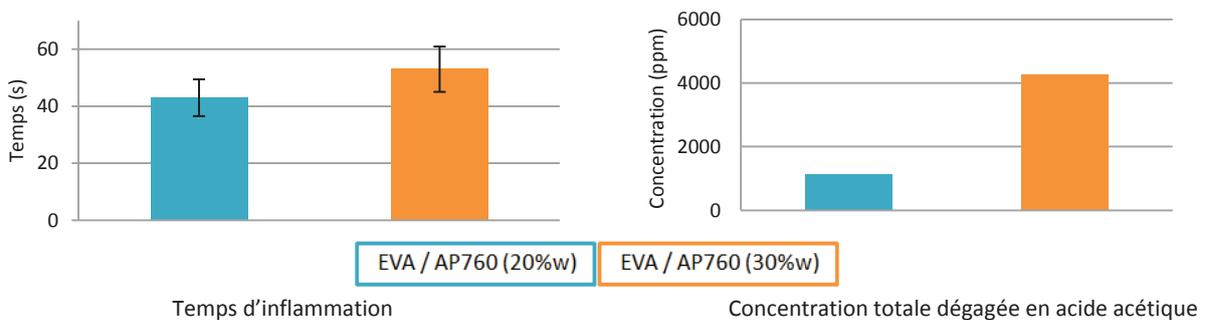


Figure 46 : Temps d'inflammation et concentration totale dégagée en acide acétique pour les formulations EVA/AP760 à 20%w et 30%w.

Nous observons également pour cette première étape une importante différence concernant le dégagement d'ammoniac (figure 47).

La formulation EVA/AP760 à 20%w entraîne lors de l'analyse au cône calorimètre un dégagement d'ammoniac plus important que pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w.

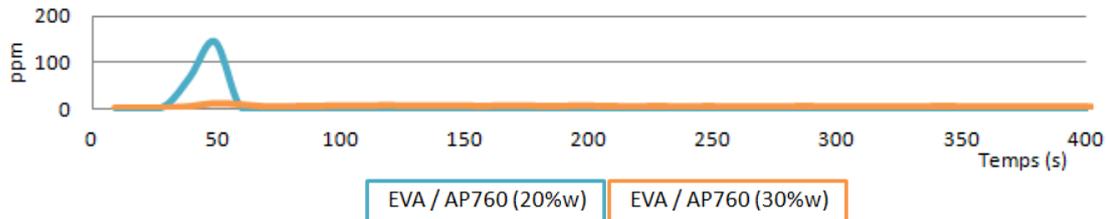


Figure 47 : Evolution de la concentration en ammoniac lors de l'analyse FTIR de la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w et 30%w.

La seconde étape se situe à partir de l'inflammation jusqu'à l'extinction de la flamme.

Pour les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, on observe, comme pour l'EVA seul, un maximum de concentration en dioxyde de carbone et en eau au pic de HRR, puis la concentration décroît progressivement pendant l'inflammation.

Contrairement à l'EVA seul, nous remarquons, avant la phase d'extinction, une augmentation de la concentration en monoxyde de carbone, en méthane et en éthylène (figure 48). Nous observons, lors de cette phase, l'apparition de petite flamme localisée. On en conclut que l'évolution de la concentration des gaz est provoquée d'une part par la combustion du matériau et d'autre part par la dégradation thermique du matériau sans inflammation des gaz produits.

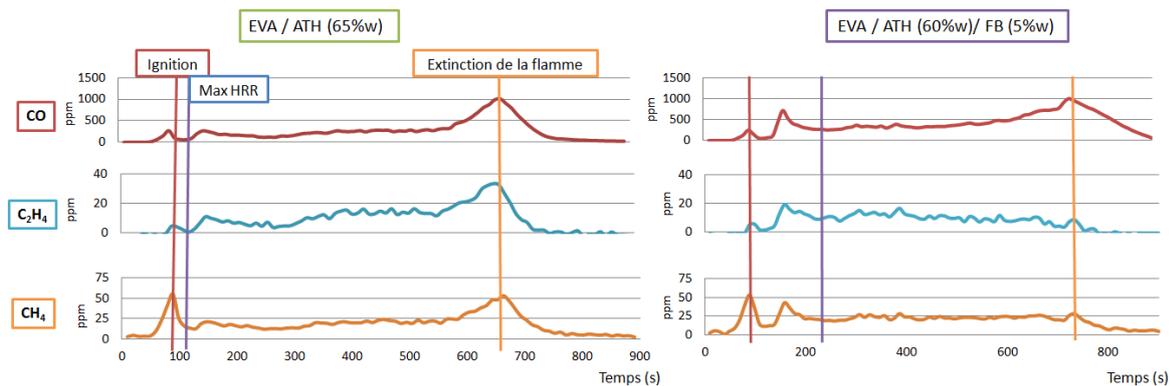


Figure 48 : Evolution de la concentration en CO, CH₄, C₂H₄ lors de l'analyse au cône calorimètre/FTIR des formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB. ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

Pour les formulations chargées d'AP760, on observe comme pour l'EVA seul, une augmentation importante de la concentration en dioxyde de carbone, en monoxyde de carbone et en eau, puis un plateau, pour ensuite décroître progressivement pendant l'inflammation (figure 49).

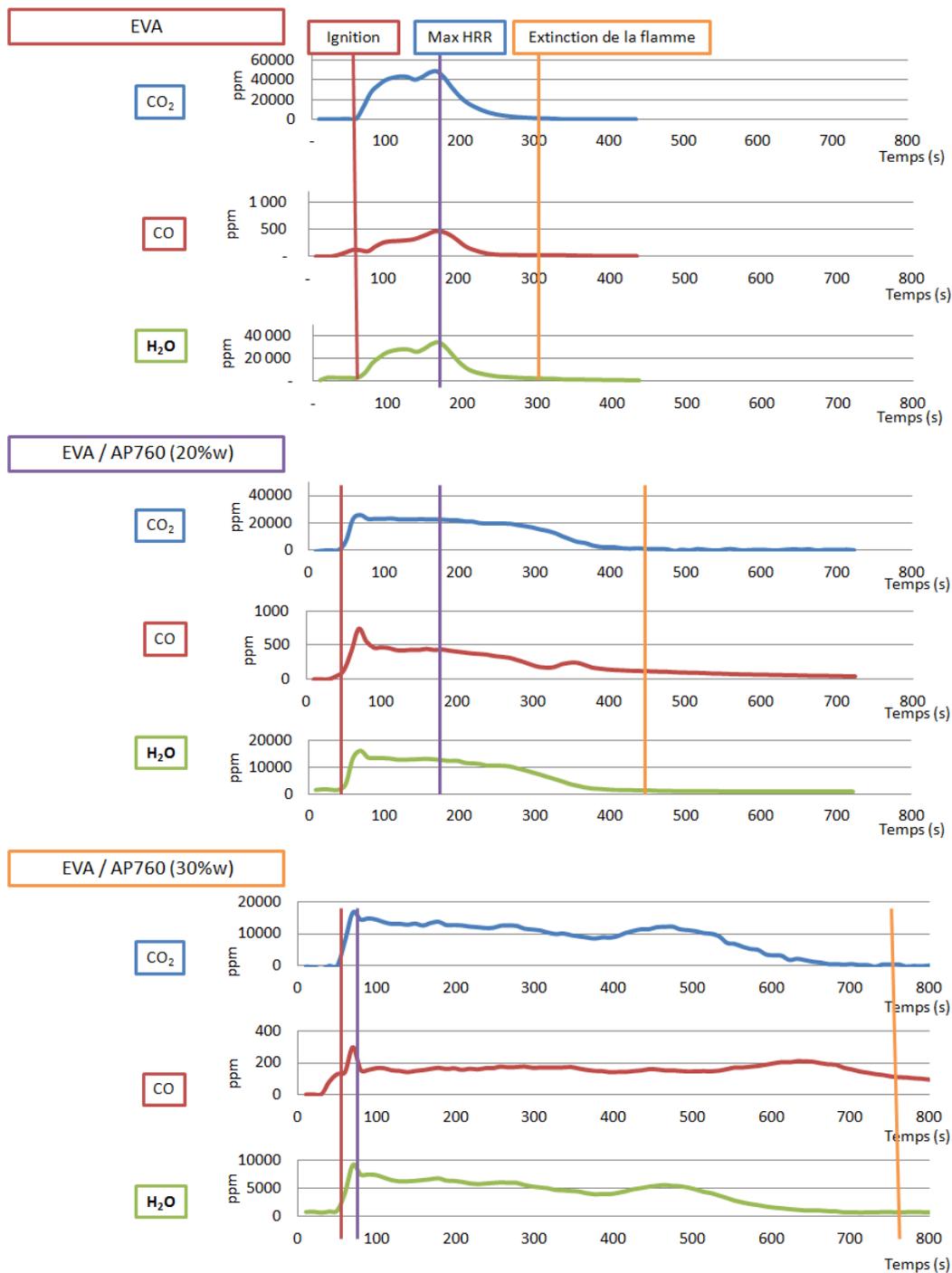


Figure 49 : Evolution de la concentration en dioxyde de carbone, en monoxyde de carbone et en eau pour les formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w et l'EVA vierge lors de l'analyse au cône calorimètre ($q_r=35\text{KW/m}^2$ $e=3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$).

On remarque également, pour les formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w, une variation de la concentration en monoxyde d'azote dans cette seconde période (figure 50).

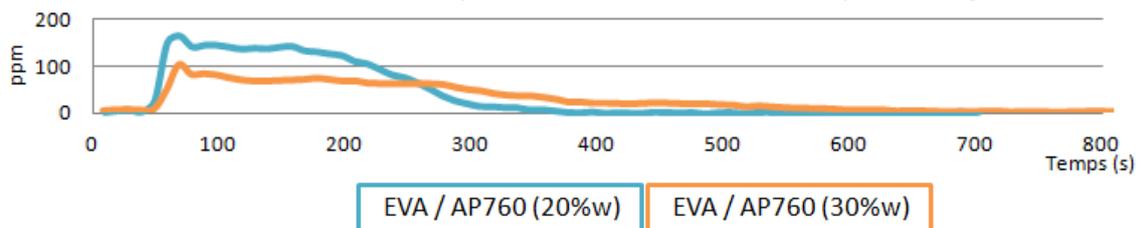


Figure 50 : Evolution de la concentration en monoxyde d'azote lors de l'analyse FTIR de la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w et 30%w

Pour ces formulations, nous visualisons, en fin d'inflammation, une augmentation de la concentration en monoxyde de carbone, en méthane et en éthylène (figure 51). Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, le décalage de concentration observé pour ces gaz par rapport à l'extinction est provoqué par l'apparition de petite flamme localisée qui décale le temps d'extinction mesuré.

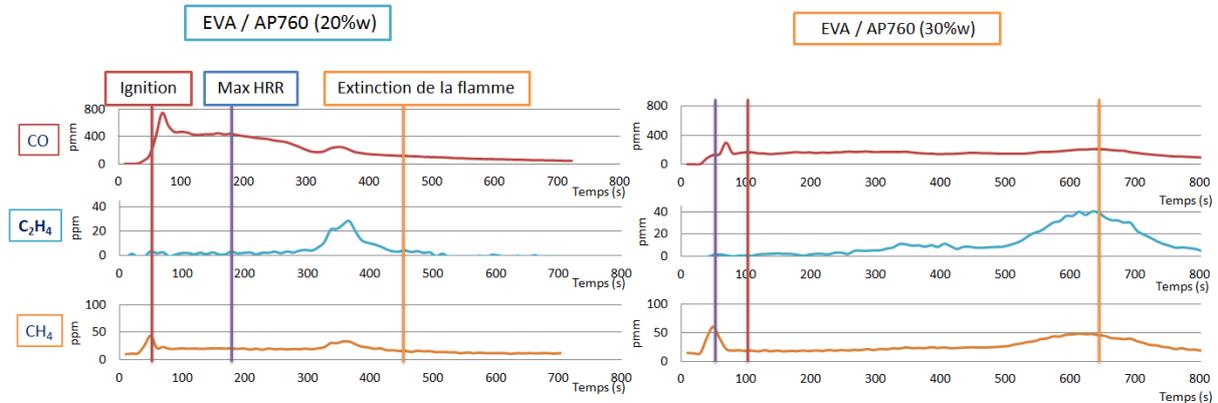


Figure 51 : Evolution de la concentration en monoxyde de carbone, en éthylène et en méthane pour les formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w et l'EVA vierge lors de l'analyse au cône calorimètre ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

La troisième étape, pour les formulations EVA/ATH, EVA/ATH/FB et EVA/AP760 chargée à 30%w, se situe de l'extinction de la flamme à la fin de l'analyse.

Cette étape est caractérisée par une diminution de la concentration en monoxyde de carbone, en méthane et en éthylène qui marque la fin de la décomposition du matériau.

Comme mentionné précédemment, nous observerons, en fin d'analyse, une différence importante concernant l'expansion du bouclier carboné entre les deux formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w (figure 52).



Figure 52 : Résidu observé après l'analyse obtenue au cône calorimètre des formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w. ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

En ce qui concerne les formulations EVA/AP760 chargées à 20%w et 30%w, on observe, lors du test au cône calorimètre, que malgré une quantité plus importante de polyphosphate d'ammonium dans la formulation chargée à 30%, un dégagement maximal moins important en ammoniac et en monoxyde d'azote (figure 53).

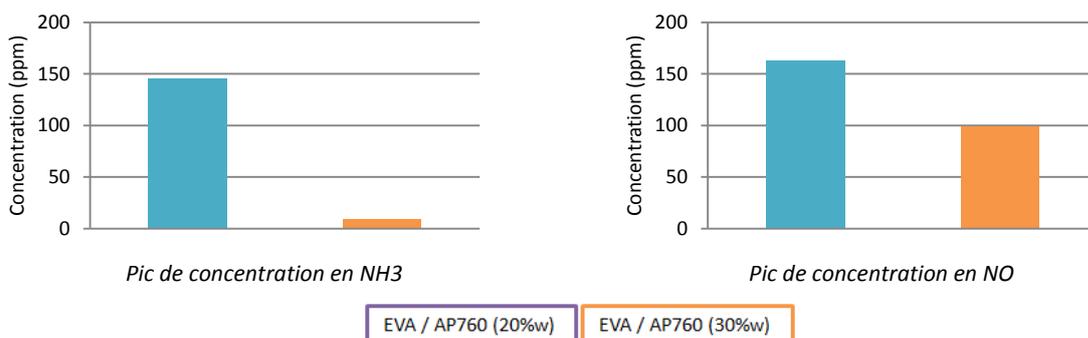


Figure 53 : Concentration maximale enregistrée par FTIR lors d'une analyse au cône calorimètre de formulation chargée de polyphosphate d'ammonium ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

Dans un système intumescent, l'ammoniac formé peut soit réagir avec la matrice, soit permettre le gonflement de la structure en permettant le développement d'une structure alvéolaire. Suite à ces observations concernant les formulations contenant de l'AP760, nous observons une possible corrélation entre l'expansion et la résistance du bouclier carboné et le dégagement d'ammoniac et de monoxyde d'azote. Nous observons avant l'inflammation de la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w que la dégradation de l'AP760 produit de l'ammoniac qui après inflammation s'oxyde en monoxyde d'azote. Nous observons que l'acide cyanhydrique produit lors de la dégradation du THEIC apparaît après l'inflammation du composé (figure 54).

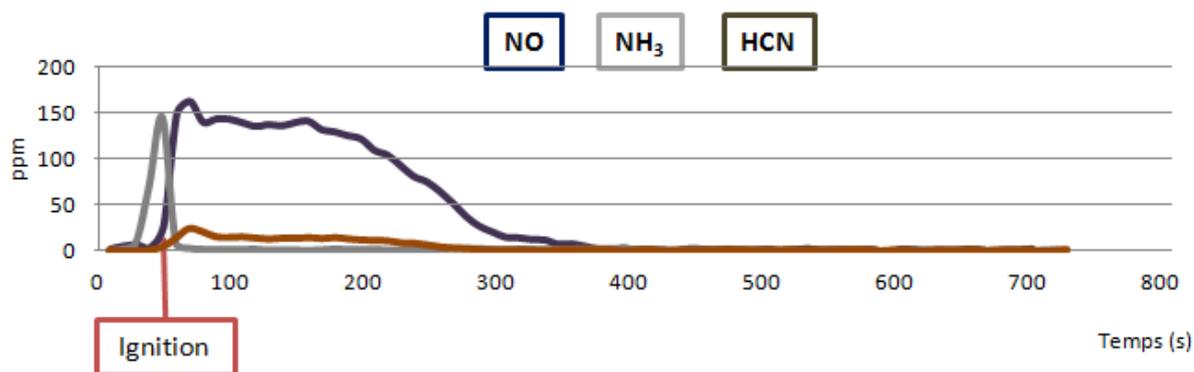


Figure 54 : Evolution de la concentration en monoxyde d'azote, en ammoniac et en acide cyanhydrique pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w lors de l'analyse au cône calorimètre ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

En ce qui concerne l'expansion du bouclier carboné, nous pouvons supposer, pour la formulation EVA/AP760 à 20%w, que la quantité de peau carbonnée formée n'est pas suffisante, ne permettant pas l'emprisonnement de l'ammoniac limitant par la même occasion la réaction de celui-ci avec la matrice.

Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, la quantité de charge supérieure à la formulation précédente, entraîne la formation d'une quantité de matière carbonneuse plus importante et une augmentation de la viscosité de la peau carbonnée dans la phase fondue. Ces phénomènes expliquent un emprisonnement de l'ammoniac plus important dans le cas de la formulation chargée à 30%w en AP760 permettant un développement plus important de la structure alvéolaire. La présence de monoxyde d'azote pendant l'inflammation du composé, comme vu précédemment, semble provenir de l'oxydation de l'ammoniac contenue dans les alvéoles du bouclier carboné lorsque celui-ci se dégrade.

Suite à ces observations, pour les formulations EVA/AP760, nous proposons comme aspect mécanistique : l'expansion et la résistance du bouclier carboné en fonction du dégagement d'ammoniac et de monoxyde de carbone (figure 55). Il serait nécessaire, pour valider cette hypothèse, de suivre au cours du temps la viscosité et l'expansion du bouclier carboné au cours d'un essai.

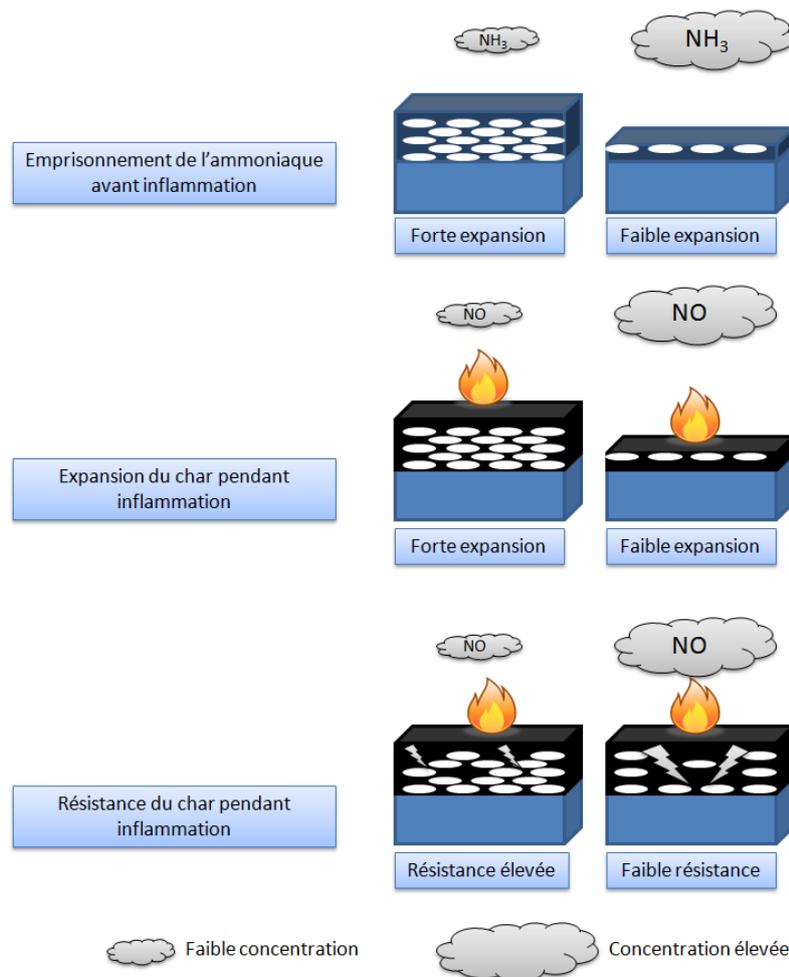


Figure 55 : Schématisation de l'aspect mécanistique de l'expansion et de la résistance du bouclier carboné en fonction de la concentration en ammoniac et en monoxyde d'azote observée au FTIR.

Suite aux tests, nous pouvons conclure que l'utilisation des différentes charges améliore de façon significative le comportement au feu de l'EVA. On visualise lors des analyses effectuées deux modes d'action différents : Les formulations à base d'ATH entraînent la formation d'une céramique et celles à base d'AP760 provoquent la formation d'un revêtement intumescent protecteur. Le couplage FTIR permet l'étude de la phase gaz. On observe nettement l'action de l'ATH en phase condensée avec la formation d'eau. Cette réaction endothermique a pour effet le refroidissement de la matière et provoque une augmentation du temps nécessaire à l'inflammation du composé. On remarque également le rôle de l'AP760 qui en quantité suffisante permet le développement d'une structure alvéolaire qui permet la diminution de la réaction au feu du matériau. En quantité insuffisante, nous observons un dégagement de l'agent gonflant, ici l'ammoniac, qui ne participe pas à l'expansion du char.

Même si l'analyse à l'aide d'un cône calorimètre permet l'évaluation de la réaction au feu des formulations, elle ne permet pas de mesurer la propagation de la flamme lorsque le matériau est soumis à une source d'inflammation. Il a donc été nécessaire, pour compléter le comportement au feu de nos formulations, d'étudier la propagation de la flamme sur un câble simulé.

2. Etude de la propagation de la flamme.

À l'aide du dispositif décrit précédemment (chapitre 2§4), nous avons étudié la propagation de la flamme de l'EVA en position horizontale et verticale (figures 56 et 57). Suite à différents essais, on observe une bonne répétabilité de la vitesse de propagation en position horizontale. La vitesse moyenne de la propagation de la flamme sur un câble en EVA 28 vierge est de 2.9cm/min avec un

écart de plus ou moins 15% soit 2.9 cm/min +/-0.4 cm/min. Nous avons ensuite effectué le même test en position verticale où nous mesurons une vitesse moyenne de 7.4 cm/min +/-1.1 cm/min.

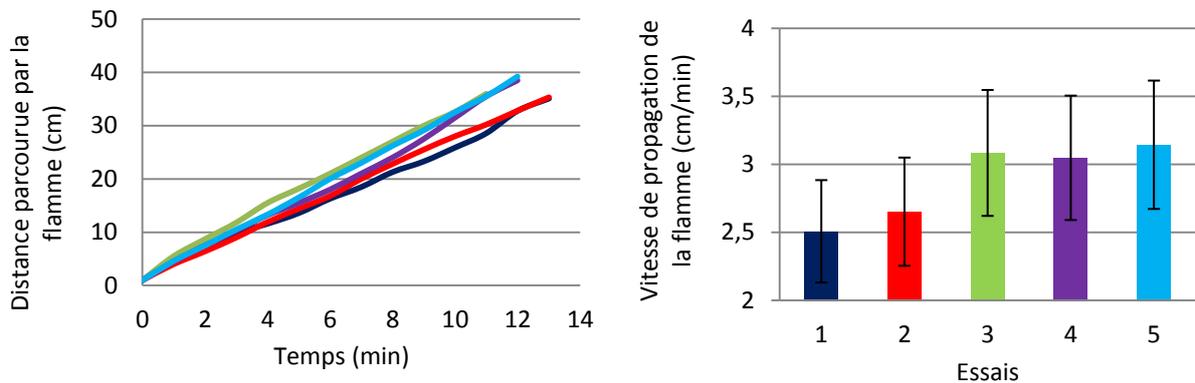


Figure 56 : Propagation de la flamme sur un câble en EVA vierge en position horizontale.

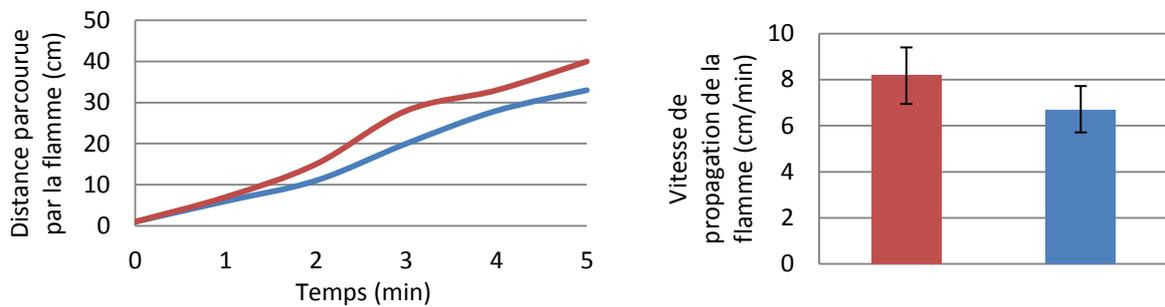


Figure 57 : Propagation de la flamme sur un câble en EVA vierge en position verticale.

Il est également important de noter que l'inflammation de la gaine en EVA est rapide et que la propagation de la flamme s'accompagne de gouttes enflammées (figures 58 et 59). Ce dernier paramètre est à prendre en considération car ces gouttes peuvent enflammer l'environnement et être responsable de la propagation de l'incendie.



Mise à la flamme



Inflammation de la gaine isolante



Propagation de la flamme avec production de gouttes enflammées

Figure 58 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA en position horizontale.

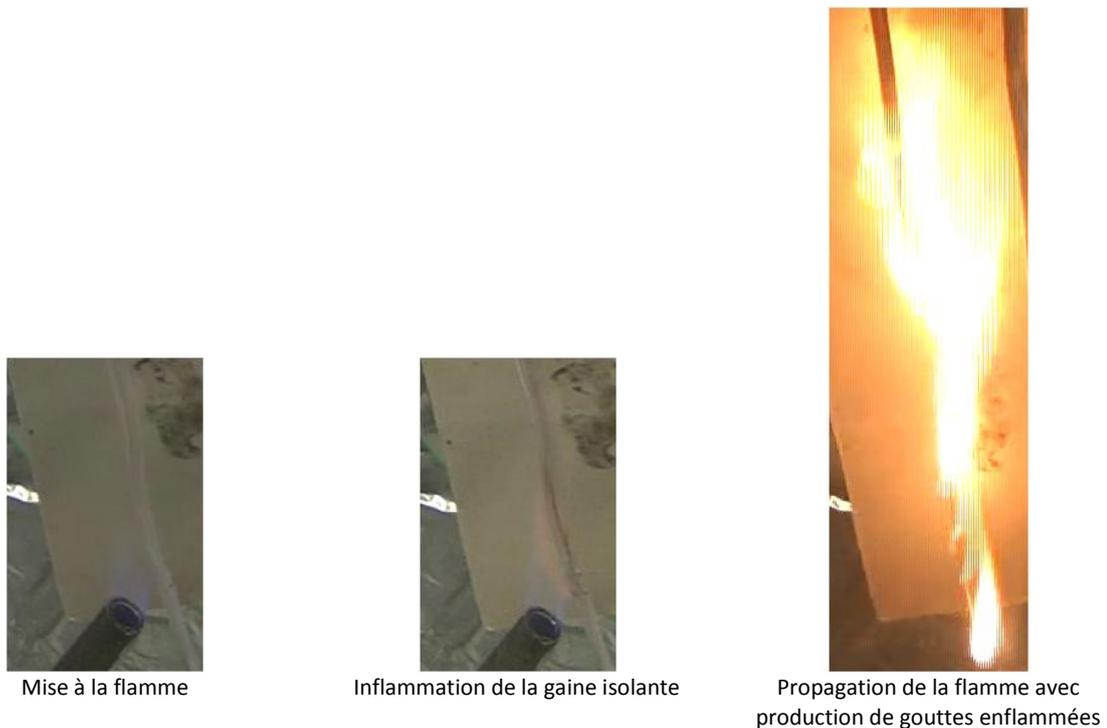


Figure 59 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA en position verticale.

Pour la suite de notre étude de la propagation de la flamme, nous avons voulu voir l'impact du nombre de câble sur la vitesse de propagation. Nous avons pour cela suivi les vitesses de propagation de la flamme de deux et trois câbles placés en parallèle (figure 60). On visualise que la propagation de la flamme pour deux câbles est de 2.6 cm/min +/-0.4 cm/min et pour trois câbles de 3.4 cm/min +/-0.5 cm/min. Comparé à un câble seul dans la même configuration (2.9 cm/min +/-0.4 cm/min), nous n'observons pas de différence significative. Suite à ce constat, nous avons décidé, pour l'étude de la propagation de la flamme, de tester un câble seul.

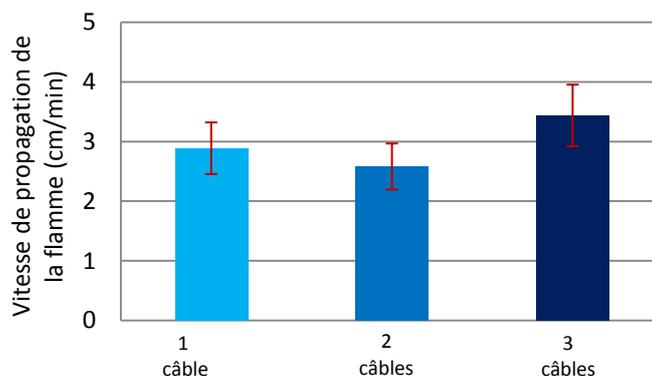


Figure 60 : Vitesse de propagation de la flamme en position horizontale pour 1, 2 ou 3 câbles placés en parallèle.

Ensuite, nous avons appliqué l'étude de l'inflammation et de la propagation de la flamme aux formulations ignifuges.

En ce qui concerne les deux formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, nous n'observons pas de propagation de la flamme que ce soit en position horizontale ou en position verticale (figures 61 et 62). Après l'inflammation de la gaine isolante, il y a formation d'une céramique en périphérie de la flamme. Cette céramique formée d'alumine empêche la propagation de la flamme. Il est important de noter qu'une fois le test terminé, la céramique formée est très fragile et entraîne la mise à nu du conducteur au moindre choc.

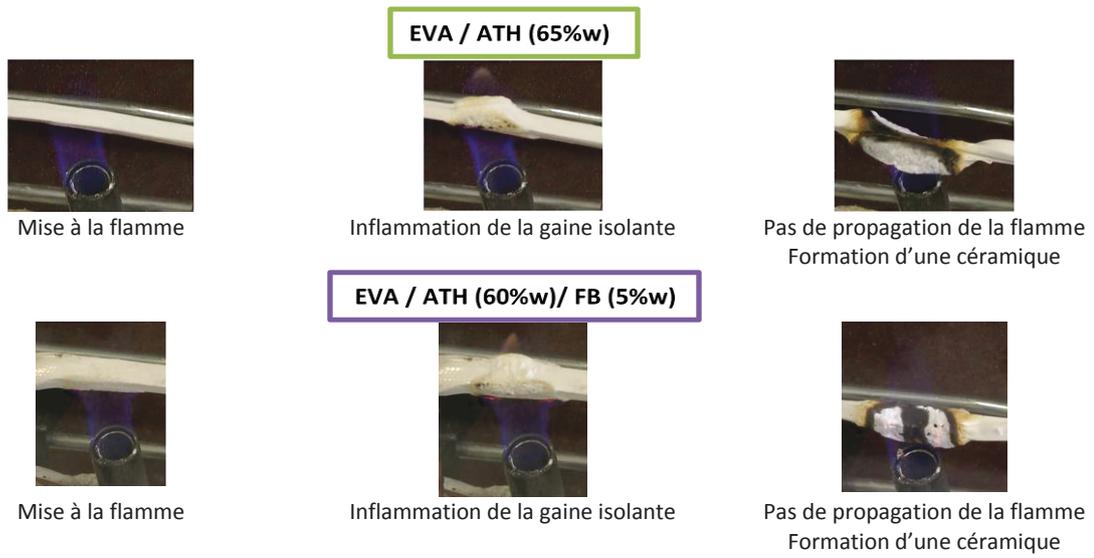


Figure 61 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/ATH et EVA/ATH/FB en position horizontale.

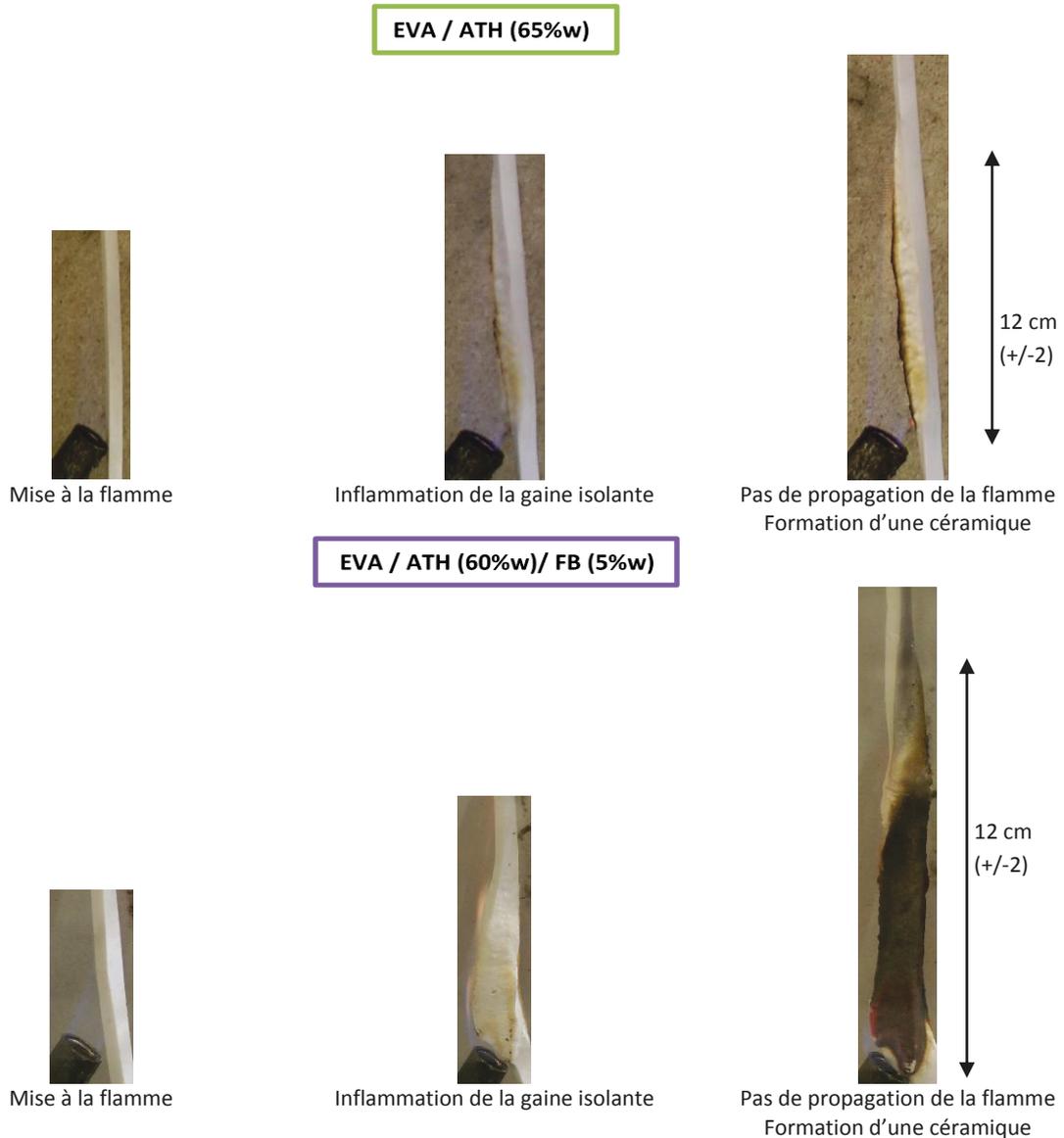


Figure 62 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/ATH et EVA/ATH/FB en position verticale.

Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, on observe une propagation de la flamme équivalente à celle mesurée pour l'EVA vierge pour une configuration horizontale (figure 63). La vitesse mesurée est de 2.53 cm/min +/-0.38 cm/min.

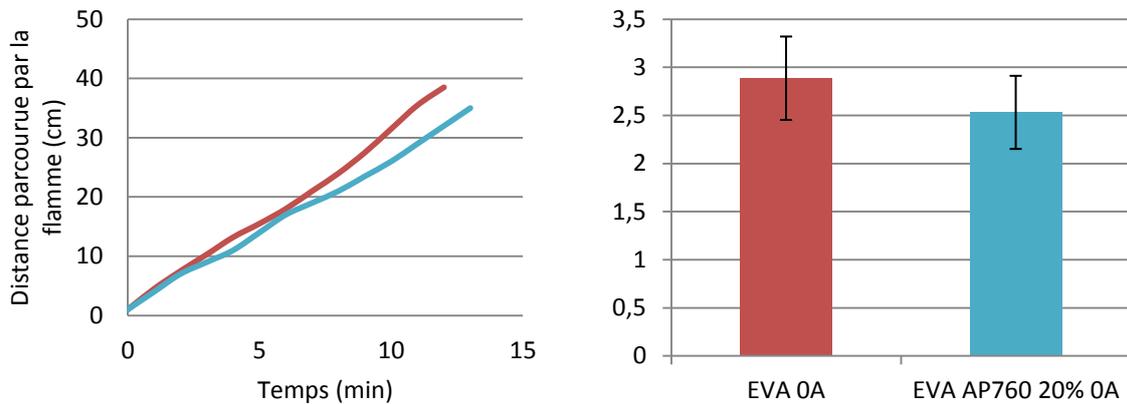


Figure 63 : Propagation de la flamme sur un câble en EVA/AP760 chargée à 20%w comparée à la propagation de la flamme pour un câble en EVA vierge en position horizontale.

Par contre, il n'a pas été possible de mesurer la vitesse de propagation en position verticale. En effet, l'application d'une flamme sur la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w en position verticale entraîne, lorsque la gaine s'enflamme, la délaminéation de celle-ci et stoppe la propagation (figure 64).



Figure 64 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/AP760 chargée à 20%w en position verticale.

Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, comme pour les formulations chargées d'ATH, nous n'observons pas de propagation de la flamme en position horizontale et en position verticale (figure 65). Après l'inflammation de la gaine isolante, il y a formation d'un bouclier carboné en périphérie de la flamme. Cette formation empêche la propagation de la flamme.



Mise à la flamme



Inflammation de la gaine isolante



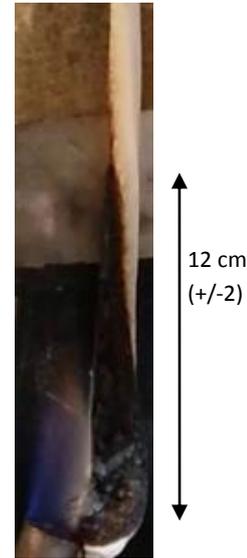
Pas de propagation de la flamme
Formation d'un char



Mise à la flamme



Inflammation de la gaine isolante



Pas de propagation de la flamme
Formation d'un char

Figure 65 : Inflammation et propagation de la flamme d'un câble en EVA/AP760 chargée à 30%w en position horizontale et en verticale.

Lors de cette étude de l'inflammation et de la propagation, on observe, comme au cône calorimètre, le développement des différents modes d'ignifugation pour les formulations EVA/ATH, EVA/ATH/FB et EVA/AP760 chargée à 30%w. On observe, pour les formulations contenant de l'ATH la formation d'une céramique et pour les formulations contenant 30%w d'AP760 le développement d'un bouclier carboné. Ces différents modes d'action sont suffisants pour éviter la propagation de la flamme. Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, la quantité de polyphosphate d'ammonium n'est pas suffisante pour éviter la propagation de la flamme. On explique ce phénomène par la formation d'un bouclier carboné peu expansé ne permettant pas la protection de la gaine et ne faisant pas barrière à la propagation de la flamme.

3. Conclusion.

Comme nous l'avons vu précédemment, les câbles électriques peuvent être la source d'ignition d'un incendie et peuvent être d'important vecteur de propagation. Il est essentiel de préciser qu'il soit victime ou responsable d'un incendie, que les câbles électriques sont le plus souvent sous tension et peuvent de par l'incendie, être sujet à des dysfonctionnements provoquant le passage d'un courant important. Les deux études effectuées précédemment ne permettent pas l'étude de la réaction au feu des câbles électriques soumis à différentes intensités. Les résultats obtenus, nous permet de visualiser les différents modes d'action des ignifugeants permettant une amélioration du comportement au feu de l'EVA 28. Mais l'action de ces ignifugeants évolue-t-elle lorsque le câble est parcouru par une intensité de courant plus ou moins importante ?

Pour appliquer un scénario représentatif de la réalité, nous devons adapter les méthodologies de test basées sur un modèle feu connu. L'adaptation de ces méthodologies de test consiste à appliquer différentes intensités représentatives de la réalité aux différents échantillons

élaborés au laboratoire. Cette méthodologie de test permettra de tester le comportement au feu de câble simulé au laboratoire dans des situations pouvant être rencontrées lors d'un incendie réel ou avant ignition de celui-ci.

Chapitre 4 :
Méthodologie d'essai pour test évaluant
la réaction au feu de câble simulé
soumis à des intensités de courant.

L'objectif de ce mémoire est l'élaboration de test représentatif de la réalité permettant de caractériser le comportement au feu de formulations utilisées ou susceptible d'être utilisées comme gaine isolante de câble électrique basse tension.

Ce chapitre est consacré à l'adaptation de la méthodologie d'essai basée sur un modèle feu connu évaluant la réaction au feu de câble simulé. L'originalité de cette nouvelle méthodologie d'essai est l'application de différentes intensités permettant de simuler des scénarios représentatifs de la réalité et de tester dans ces conditions la réaction au feu des formulations. Basé sur les chapitres deux et trois, nous avons élaboré deux structures permettant l'application des scénarios. Nous étudierons, ensuite, l'échauffement provoqué par effet joule et l'évolution de la température du conducteur et de la gaine isolante. Cette première étape permettra de définir les caractéristiques du conducteur étudié pour l'élaboration des câbles simulés au laboratoire. Nous avons ensuite défini les protocoles expérimentaux basés sur une étude sur l'EVA vierge pour ensuite l'appliquer aux différentes formulations.

1. Elaboration des structures de test évaluant la réaction au feu de câble simulé.

1.1. Rappel et résumé des scénarios.

Comme décrit dans le premier chapitre, plusieurs intensités peuvent être appliquées à un conducteur de 1.5 mm². Pour des raisons d'instrumentation, l'intensité maximale, lors des essais, sera limitée à 60A et non à 65A. Cette différence impliquera une diminution de l'effet joule. Les scénarios feu sont résumés dans les tableaux 15 et 16. Un autre paramètre peut être ajouté à ces scénarios : l'ignition forcée utilisée pour l'analyse au cône calorimètre. Les essais sans ignition forcée permettront de simuler un câble soumis seulement au flux thermique provoqué par l'incendie. Ce scénario peut correspondre par exemple à un câble pris dans une cloison.

Tableau 15 : Résumé des scénarios feu pour l'étude de l'inflammabilité et de la propagation.

Scénarios	Intensité équivalente	Configuration	Moment d'ignition
Câble non alimenté victime d'un incendie	0A	Horizontale Verticale	/
Câble alimenté victime d'un incendie.	16A	Horizontale	Après la mise sous tension.
	32A	Verticale	
	60A		
Câble responsable de l'incendie.	16A	Horizontale	En même temps que la mise sous tension.
	32A	Verticale	
	60A		
Câble de sécurité victime de l'incendie.	16A	Horizontale	Avant la mise sous tension.
	32A	Verticale	
	60A		

Pour l'étude au cône calorimètre, il est délicat d'effectuer la mise sous tension après ou en même temps que l'on place l'échantillon sous le flux radiatif. Pour cette raison, l'échantillon sera alimenté avant d'être soumis au flux radiatif (10 minutes).

Tableau 16 : Résumé des scénarios feu pour l'étude au cône calorimètre.

Scénario	Intensité équivalente (A)	Configuration	Flux radiatif (kW/m ²)
Câble victime de l'incendie	0	Avec ignition forcée	35
		Sans ignition forcée	
Câble alimenté victime d'un incendie.	16	Avec ignition forcée	35
	32	Sans ignition forcée	
	60		
Câble responsable de l'incendie.	60	Avec ignition forcée	0
		Sans ignition forcée	

Après avoir défini les différents scénarios, il a été nécessaire d'élaborer une structure pour l'étude de la propagation de la flamme et un système permettant l'alimentation des câbles avec différentes intensités.

1.2. Elaboration des structures.

Les cahiers des charges techniques de la structure et du bloc d'alimentation sont présentés en *annexe 4*. Ces cahiers des charges ont pour objectif d'énumérer les besoins, les risques et les contraintes techniques. Les principaux besoins identifiés pour la réalisation de la structure pour l'étude de l'inflammation et de la propagation de la flamme du test sont : la mobilité de la structure permettant une étude dans une configuration horizontale et une configuration verticale, l'application d'un courant d'intensité contrôlée au conducteur de ce câble et la possibilité d'initier ou non un câble à l'aide d'un brûleur. En plus de ces besoins, il est nécessaire d'inclure dans la structure, différents systèmes permettant de tendre les câbles avant analyse, et l'installation de thermocouple sur les échantillons (figures 66 et 67). Les thermocouples assureront le suivi de l'échauffement causé par effet joule au conducteur et de la gaine isolante lorsque l'on applique différentes intensités au conducteur.

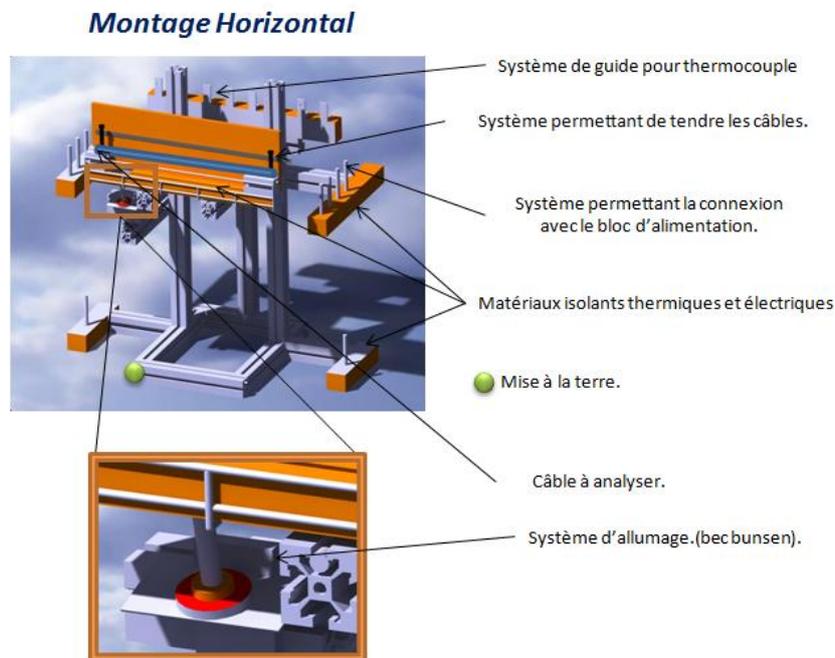


Figure 66 : Schémas de la structure pour l'étude de l'inflammation et de la propagation de la flamme en position horizontale.

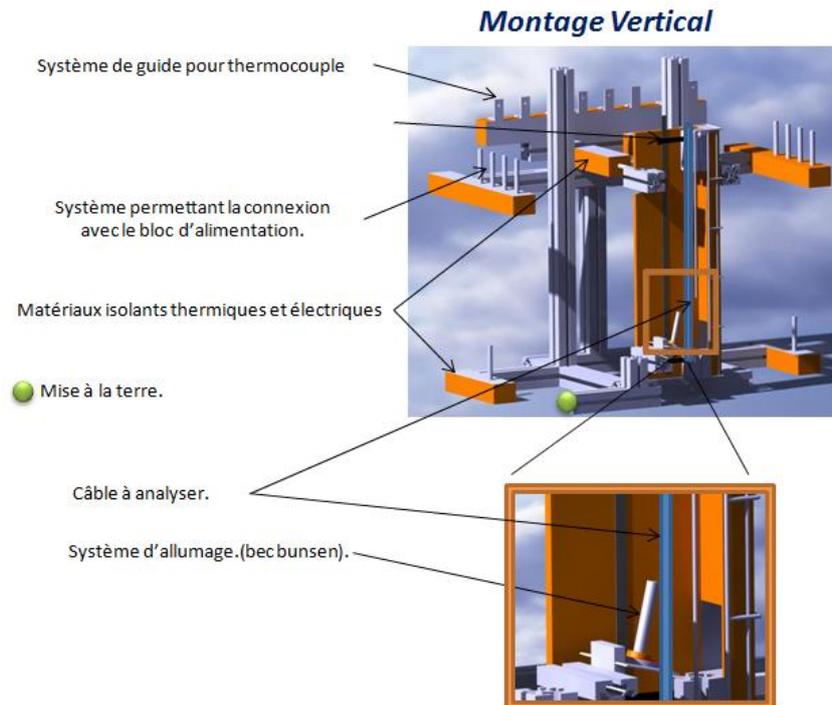


Figure 67 : Schémas de la structure pour l'étude de l'inflammation et de la propagation de la flamme en position verticale.

Selon les besoins décrits dans le cahier des charges techniques, le bloc d'alimentation doit permettre la mise sous tension de plusieurs câbles et la possibilité de mesurer l'intensité parcourue par les conducteurs sans risque pour l'utilisateur. Il doit également posséder un système de coupure d'urgence en cas de dysfonctionnement.

Pour répondre à ces besoins, nous avons utilisé une alimentation de laboratoire VOLT-CRAFT® à mémoire réglable 1 à 15 V DC 0 à 60 A. Nous avons ensuite placé en série un disjoncteur différentiel 16A/30mA et un interrupteur coup de poing permettant la coupure de l'alimentation en cas de dysfonctionnement (figure 68). Les spécificités du bloc d'alimentation sont décrites en *annexe 5*. Afin de contrôler les paramètres extérieurs mais aussi pour garantir la sécurité, toute manipulation se fera sous hotte et les câbles sous tension seront tenus à distance de l'utilisateur.

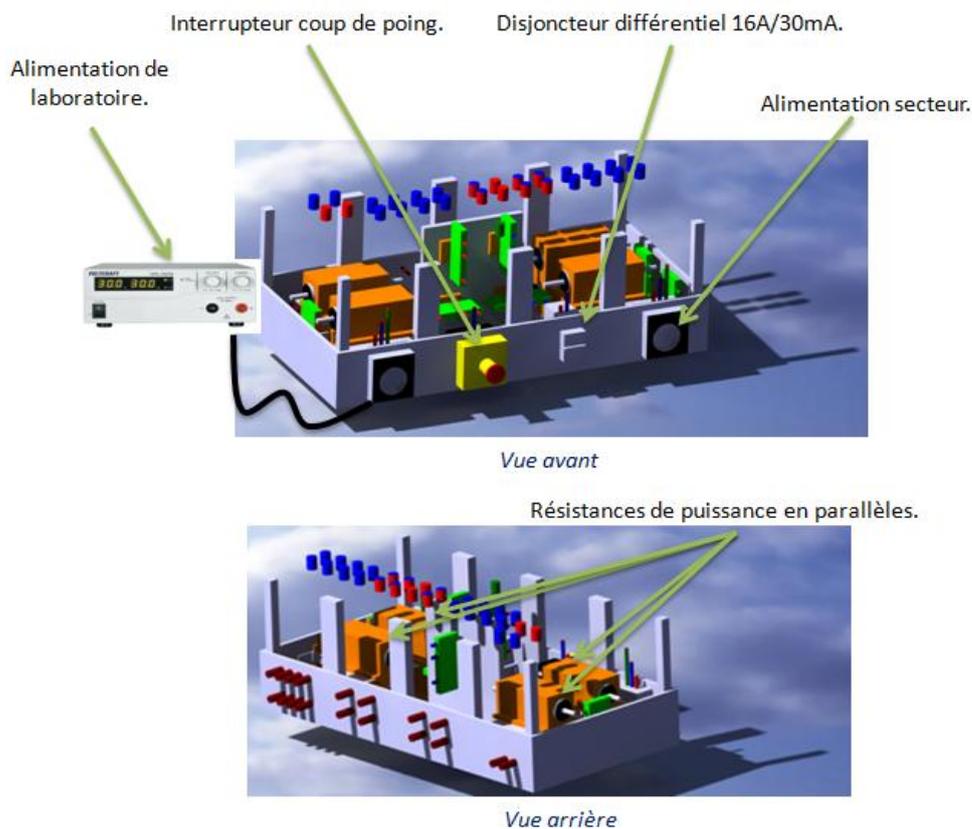


Figure 68 : Schémas du bloc d'alimentation.

1.3. Mesure et suivi des paramètres.

Pour visualiser le comportement d'un câble électrique lors des différents tests, nous avons décidé de suivre plusieurs paramètres qui sont : la vitesse de propagation de la flamme, la variation de la température de l'isolant et du conducteur et l'intensité appliquée au câble.

Le suivi de la propagation de la flamme et de la distance de câble détruite est un paramètre important. Celui-ci sert de référence pour de nombreux classements de comportement au feu de câble électrique. Pour notre suivi de la propagation de la flamme, la méthode utilisée est une méthode de lecture directe de la distance parcourue. Celle-ci consiste à l'installation d'un système gradué permettant de suivre au cours du temps la distance parcourue par la flamme. L'enregistrement des essais à l'aide d'une caméra permet, après analyse, de déterminer la vitesse de propagation de la flamme.

Le suivi de l'intensité parcourue par le ou les câbles alimentés permettra de corréliser l'échauffement observé aux intensités appliquées lors des scénarios. Au vue de différentes intensités testées, nous avons utilisé une pince ampérométrique pour des raisons évidentes de sécurité afin de ne pas ouvrir le circuit. Pour cette étude, nous avons choisi la pince ampérométrique de la marque VOLT-CRAFT®. L'avantage de celle-ci est qu'elle convertit l'intensité en tension. Cette conversion rend possible la liaison de la pince ampérométrique à une centrale d'acquisition et permet le suivi et l'enregistrement de l'intensité au cours du temps.

Le suivi de la température permettra d'étudier les échauffements au niveau du conducteur et de la gaine isolante. Nous avons utilisé deux méthodes de mesure : une mesure à l'aide de thermocouple et un suivi à l'aide d'une caméra thermique.

Les thermocouples utilisés sont de type K. Le suivi et l'enregistrement de la température sont réalisés à l'aide d'une centrale d'acquisition. Pour le thermocouple, on a choisi un thermocouple avec une soudure chaude isolée. Ce choix a été fait pour éviter tout transfert électrique qui pourrait se propager vers la centrale d'acquisition par contact entre le conducteur et les deux électrodes du capteur de température. Pour l'utilisation de ces thermocouples sur des câbles de faible diamètre, nous avons élaboré un système de fixation permettant un contact intime entre le thermocouple et le

conducteur ou la gaine isolante. Ce système consiste à fixer le thermocouple au conducteur ou à la gaine isolante à l'aide d'un fil de cuivre de faible diamètre (figure 69). Ce système présente une faible finesse afin de ne pas perturber la mesure de la température. L'avantage principal est un contact faible entre le système et le câble diminuant le transfert thermique par conduction. De plus, le fil de cuivre est malléable et s'adapte très bien au thermocouple.

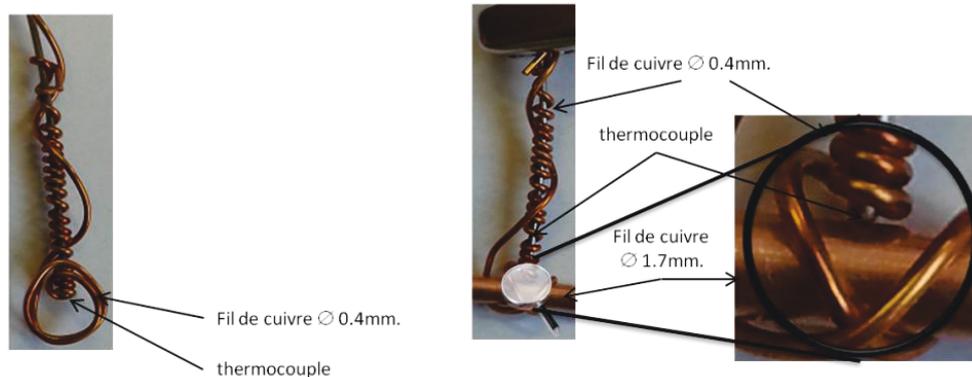


Figure 69 : Système de fixation.

Une caméra thermique permet d'enregistrer le rayonnement infrarouge (ondes de chaleur) émis par les corps et qui varie en fonction de leur température. Pour cette étude, on a utilisé une caméra thermique de la marque FLIR® de la série A40. Les caractéristiques de celle-ci sont une haute sensibilité du détecteur (< 70m K pour des images plus nettes), une résolution de 320 x 240 pixels et une lentille 25 degrés intégrée avec mise au point motorisée et automatique. À l'aide de cette caméra, il est possible de visualiser et de suivre dans le temps l'évolution de la température d'un câble électrique soumis à une forte intensité (figure 70).

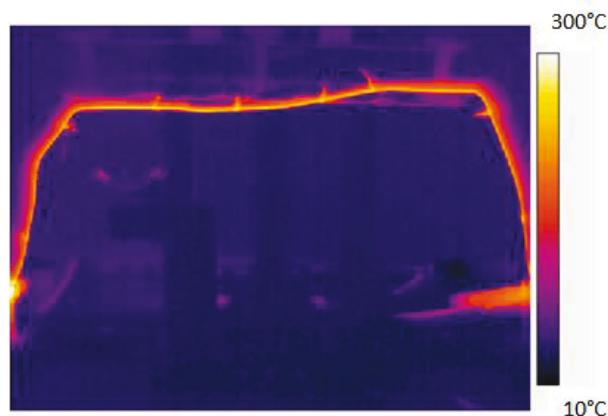


Figure 70 : Photo IR d'un conducteur soumis à une intensité importante.

Dans notre étude, nous avons combiné les deux méthodes de mesure. La mesure de la température à l'aide de thermocouple a permis, grâce au logiciel de la caméra thermique, d'estimer l'émissivité du matériau. Il est important de noter qu'en ce qui concerne la mesure de la température du conducteur seul, nous avons été confrontés à différents problèmes. Nous observons, lors de la montée en température, la présence d'un dépôt d'oxyde de cuivre à la surface du conducteur. Ce dépôt engendre une évolution de l'émissivité et entraîne une dérive de la mesure de la température par caméra thermique. De plus, la mise en contact entre le thermocouple et le conducteur est difficile. L'élévation de la température provoque la dilatation du fil de cuivre et provoque une modification du contact entre le conducteur et le thermocouple. Pour cette raison, plusieurs thermocouples sont disposés sur le conducteur afin de corréliser les mesures entre elles. La figure 71 nous permet de visualiser un comparatif du suivi de la température entre les mesures avec la caméra thermique et à l'aide de thermocouple. Ces mesures ont été effectuées sur une gaine isolante afin d'augmenter la surface de contact entre le thermocouple et l'échantillon. De plus, celle-ci ne

présente pas la formation d'oxyde à sa surface ce qui limite l'évolution de l'émissivité avec la température lors des différents tests. Lors du comparatif, nous observons une différence inférieure à 10% entre les deux techniques de mesure de température. Pour la suite de l'étude, nous utiliserons les deux méthodes pour augmenter la précision de la mesure de la température.

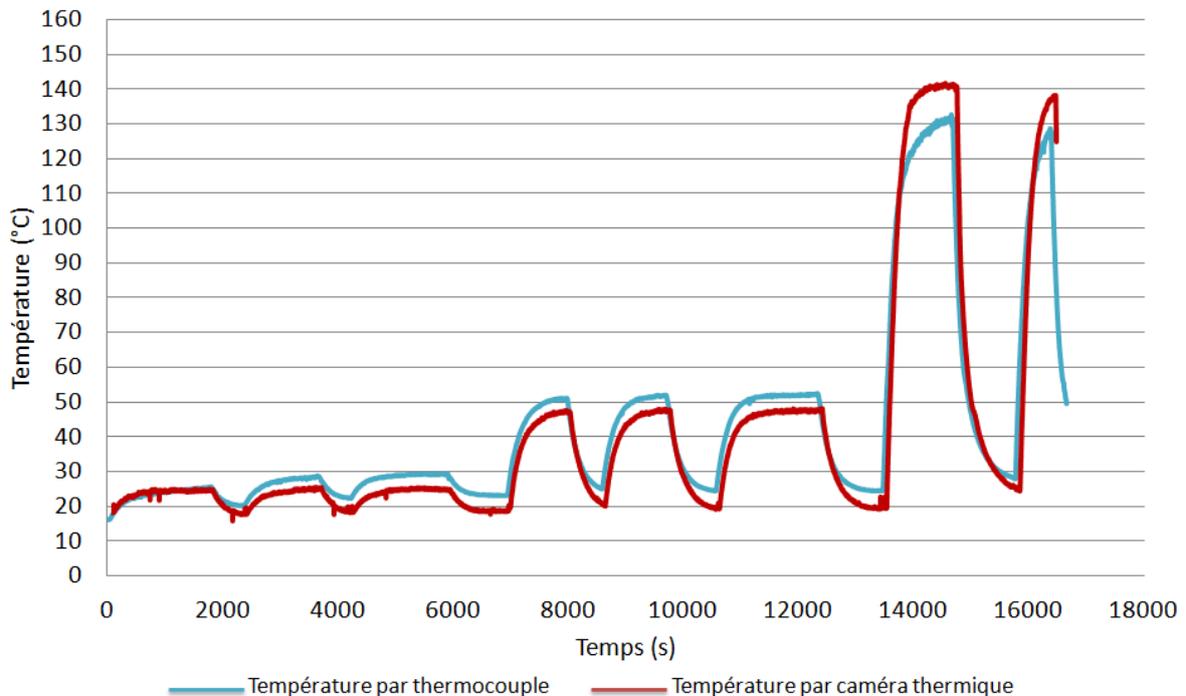


Figure 71 : Suivi de la température de la gaine isolante en fonction du temps à l'aide de thermocouples et par caméra thermique pour une formulation EVA/ATH/FB pour différentes intensités.

Pour les raisons évoquées précédemment, nous utiliserons comme référence, dans cette étude, un câble ayant un conducteur de 1.5 mm². Nous nous sommes intéressés dans un premier temps, au conducteur seul et avons suivi le comportement de celui-ci lorsqu'il est soumis à une intensité plus ou moins importante et à une source d'inflammation.

2. Etude du conducteur en cuivre.

Nous avons voulu, dans un premier temps, visualiser l'évolution de la température dans le conducteur en cuivre lorsque celui-ci est soumis à une intensité importante. Pour cela, nous avons utilisé un conducteur en cuivre de diamètre de 1,0 mm possédant une longueur de 1m. Lorsque celui-ci est soumis à une intensité de 42A, nous observons une augmentation importante de la température causée par l'effet joule. Celle-ci atteint 300°C en environ 1 min. Nous observons comme attendu, à l'aide de la caméra thermique que la température s'élève uniformément (figure 72). Pour la suite de l'étude, la mesure de la température du conducteur se fera à l'aide de différents thermocouples placés sur le conducteur en cuivre et de la caméra thermique.

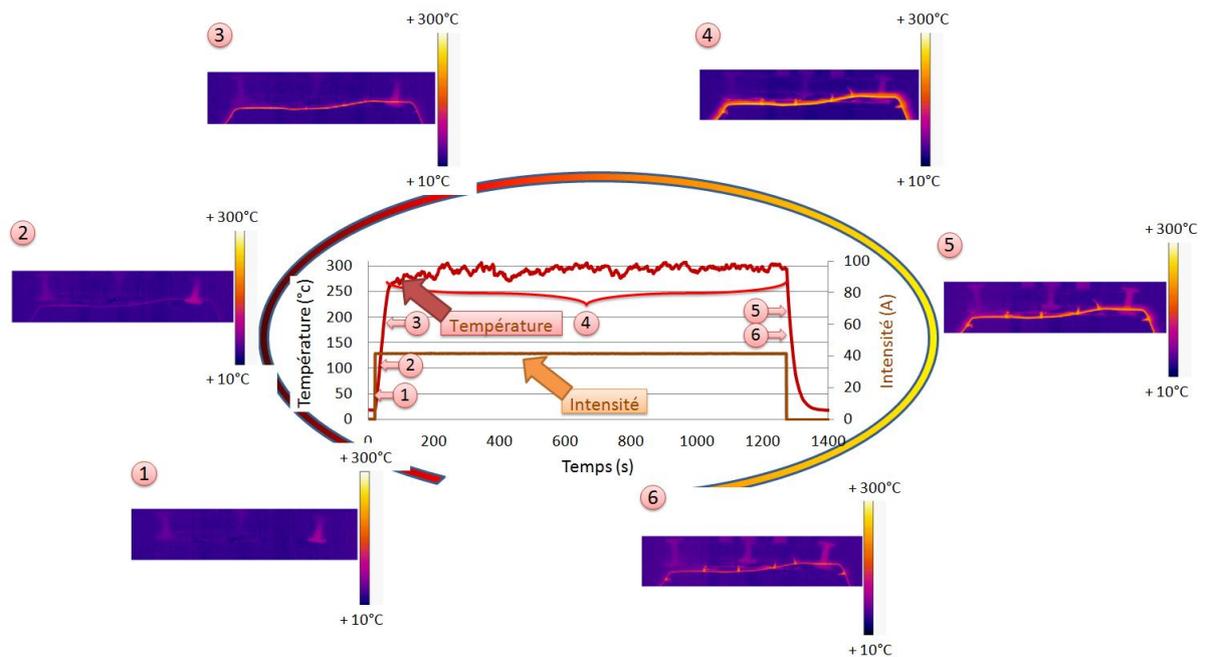


Figure 72 : Evolution de la température en fonction du temps, mesurée à l'aide de thermocouple et de la caméra thermique, dans un câble de longueur de 1000 mm et de diamètre de 1.00 mm soumis à une intensité de 42A pour un montage horizontal.

Nous avons ensuite voulu visualiser l'impact d'une flamme sur la propagation de chaleur d'un conducteur qu'il soit ou non alimenté. Nous remarquons, sur un câble non alimenté, que l'application d'une source de chaleur va conduire à un échauffement localisé et que la chaleur ne se propage pas. L'application d'une source d'inflammation sur un câble alimenté va entraîner également un échauffement localisé mais celui-ci va s'étendre dans un périmètre plus important que précédemment (figure 73).

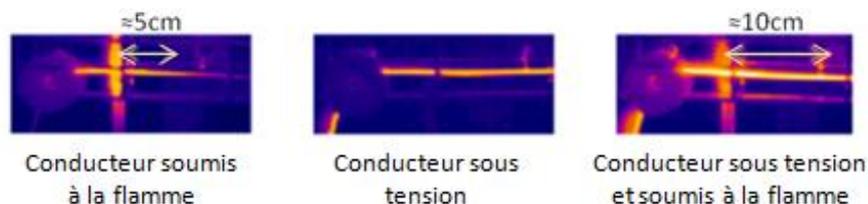


Figure 73 : Photos de la caméra thermique des différentes configurations.

Après avoir visualisé la propagation de la chaleur dans un conducteur de diamètre de 1,0 mm, nous nous sommes intéressés aux échauffements causés par effet joule lorsque différents conducteurs en cuivre ayant une section de 1.5 mm² sont soumis à différentes intensités. Dans le commerce, deux câbles ayant un conducteur en cuivre ayant une section de 1.5mm² sont disponibles : le câble mono conducteur et le câble multibrin.

L'objectif est ici de réaliser au laboratoire un câble simulé provoquant le même échauffement qu'un câble commercial. Le suivi de la température, lorsque le conducteur est soumis à différentes intensités, permet de visualiser si la réalisation d'un câble simulé au laboratoire n'ayant pas les mêmes caractéristiques physiques qu'un câble commercial présente le même échauffement quand il est soumis aux mêmes intensités. Pour cela, nous avons mesuré la température maximale atteinte lorsqu'un câble multibrin de 1.5 mm² commercial (27 conducteurs de 0.266 mm de diamètre) est soumis à différentes intensités. Nous avons ensuite effectué la même expérience avec un câble multibrin de 1.5 mm² réalisé au laboratoire (12 conducteurs de 0.40 mm de diamètre). Suite aux tests effectués, nous observons que l'échauffement des deux câbles est similaire en acceptant un écart de 10% (figure 74).

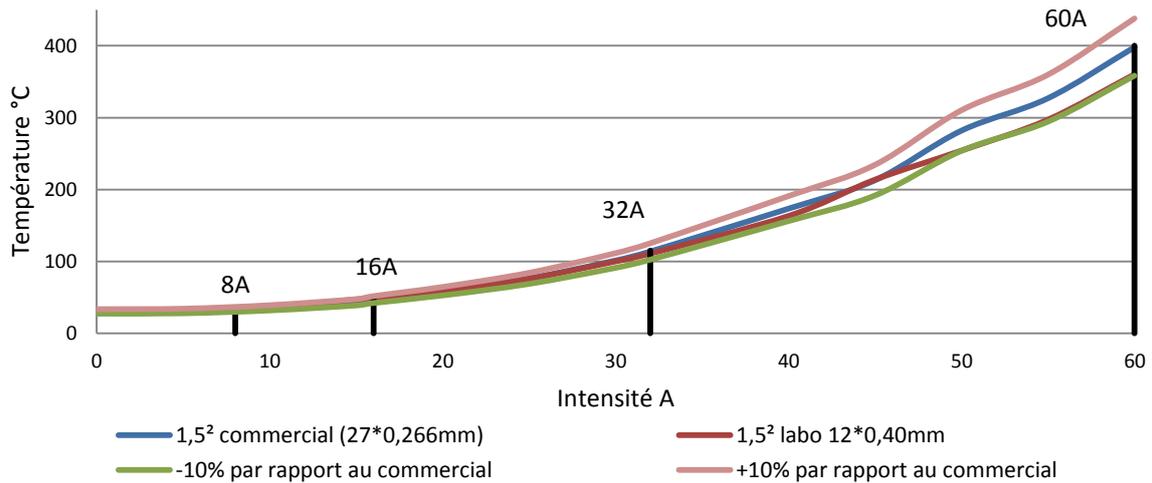


Figure 74 : Evolution de la température du conducteur en fonction de l'intensité appliquée au conducteur.

Suite aux différents essais, la conception des câbles ayant une surface de 1.5 mm² s'est avérée délicate. Afin de faciliter la réalisation des câbles simulés au laboratoire, nous avons décidé de réduire la section du conducteur. Nous avons donc étudié la possibilité de corrélérer l'échauffement causé par effet joule d'un câble de 1.5 mm² lorsqu'il est soumis à une intensité I avec un câble de plus faible diamètre soumis à une intensité I_{eq}. Nous avons, pour cela, calculé les intensités à appliquer au conducteur de plus faible section entraînant un échauffement équivalent à un échauffement provoqué par l'application d'une intensité définie à un câble de section de 1.5 mm². Afin de calculer les différentes intensités, nous émettons comme hypothèse que la chaleur transmise à la gaine par conduction ne dépend que de l'effet joule provoqué par l'application d'une intensité I au conducteur. Suite à cette hypothèse, nous posons, à longueur de conducteur équivalent :

$$P_{1.5^2} = P_{eq}$$

$$R_{1.5^2} \cdot I_{1.5^2}^2 = R_{eq} \cdot I_{eq}^2$$

$$I_{eq} = I_{1.5^2} \cdot \frac{d_{1.5^2}}{d_{eq}}$$

- P_{1.5²}** : Puissance dissipée par effet joule par un conducteur de section 1.5 mm² (W).
- P_{eq}** : Puissance dissipée par effet joule par un conducteur de section S (W).
- R** : Résistance du conducteur (Ω) avec $R = \rho \left(\frac{L}{S}\right)$
- I** : Intensité (A)
- ρ** : Résistivité du conducteur (Ω.m)
- L** : Longueur du conducteur (m)
- S** : Section du conducteur m² $S = \left(\frac{\pi \cdot d^2}{4}\right)$
- D** : Diamètre du conducteur.

Les résultats obtenus pour des diamètres de conducteur de 0,4mm à 1,00mm sont présentés dans le tableau 17.

Tableau 17 : Intensités équivalentes en fonction du diamètre de câble.

Intensité pour 1.5 mm ²	Diamètre de 0.40 mm	Diamètre de 0.63 mm	Diamètre de 0.85 mm	Diamètre de 1.00 mm
16 A	4.6 A	7.3 A	9.8 A	11.6 A
32 A	9.3 A	14.6 A	19.7 A	23.2 A
60 A	17.4 A	27.4 A	36.9 A	43.4 A

Dans un premier temps, nous avons visualisé la répétabilité de la mesure de la température sur le conducteur en cuivre. On obtient, une bonne répétabilité, avec un écart inférieur ou égal à 10% (figure 75).

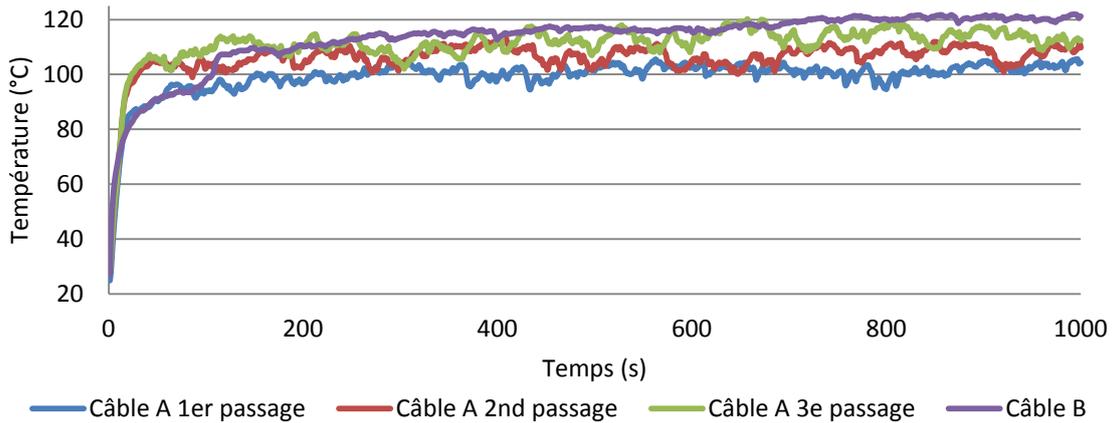


Figure 75 : Evolution de la température du conducteur de diamètre 0,63mm soumis à une intensité de 14,6A.

Suite aux résultats obtenus, nous appliquerons un écart de plus ou moins 10% aux valeurs de températures mesurées.

Nous avons, ensuite, appliqué les intensités équivalentes aux différents diamètres de conducteur. Lors des essais, nous n'observons pas de différences significatives sur l'augmentation de température finale entre un diamètre de 1,38 mm (1,5 mm²) et les diamètres 0,63 mm et 0,85 mm pour l'échauffement total du conducteur nu (figure 76).

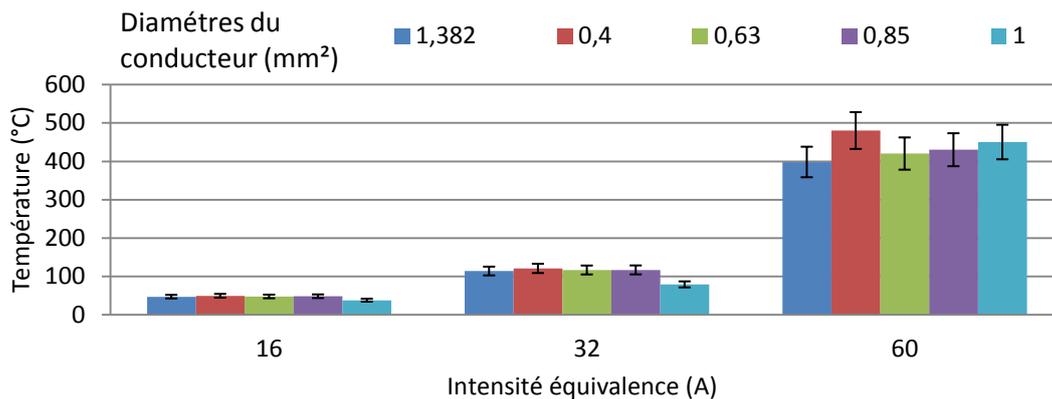


Figure 76 : Température du conducteur en fonction du diamètre de câble pour différentes intensités et une longueur de conducteur de 0.52m +/- 0.01m.

Après avoir étudié le conducteur en cuivre et trouvé une alternative au conducteur de section de 1,5mm², nous avons suivi l'évolution de la température de la gaine isolante des câbles simulés. Comme précédemment, nous avons d'abord visualisé la répétabilité de la mesure de la température sur la gaine isolante. Pour cela, nous avons appliqué différentes intensités à un câble constitué d'un conducteur de diamètre de 0,63mm et d'une gaine isolante en EVA. On obtient, comme précédemment un écart inférieur ou égal à 10% (figures 77 et 78). Pour la mesure de la température, nous avons placé différents thermocouples sur la gaine isolante et suivi l'évolution de la température à l'aide de la caméra thermique. Nous remarquons, comme observé pour le conducteur en cuivre, que la température à la surface de la gaine isolante est homogène quelques soit l'intensité appliquée au conducteur en cuivre. Au sein du conducteur en cuivre la température est uniforme, et implique une conduction identique à travers la gaine isolante. Pour cette raison, une seule température sera présentée dans les exemples ci-dessous.

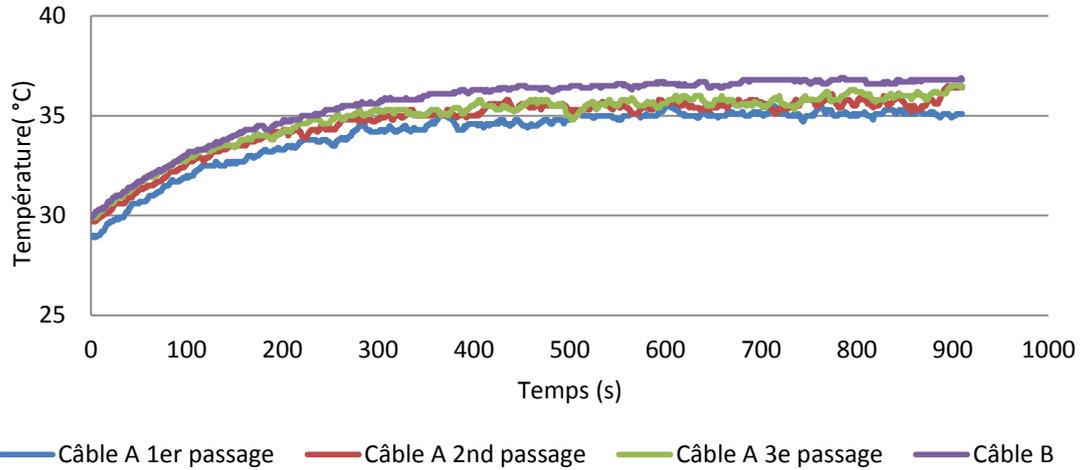


Figure 77 : Evolution de la température de la gaine isolante en EVA lorsque le conducteur (0,63 mm) est soumis à une intensité de 7,3A.

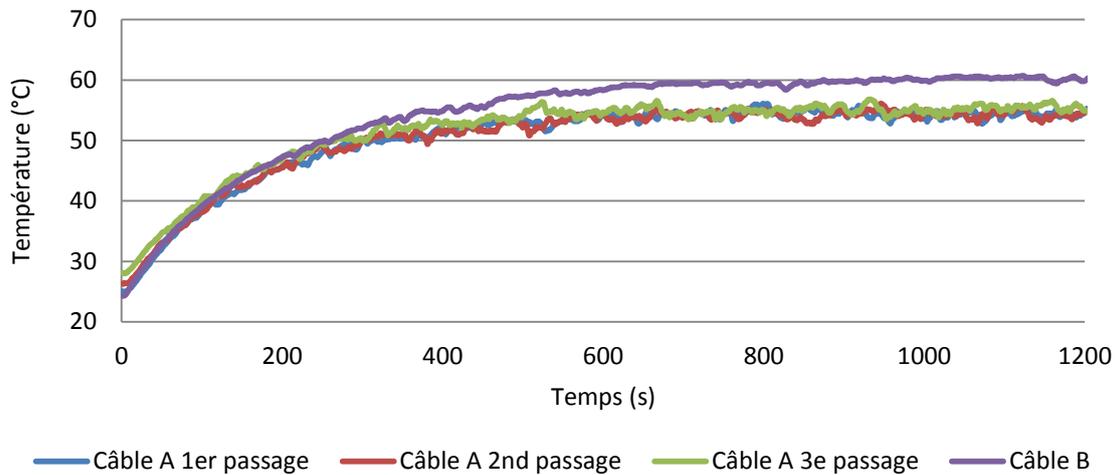


Figure 78 : Evolution de la température de la gaine isolante en EVA lorsque le conducteur (0,63 mm) est soumis à une intensité de 14,6A.

Il est important de préciser que, lors des différents essais, nous avons utilisé un moule spécifique pour l'élaboration des câbles simulés au laboratoire. Les spécificités de ce moule sont une épaisseur de 3mm. Cette spécificité entraîne une variation de la quantité de matière en fonction du diamètre du conducteur utilisé. Malgré ce fait, nous observons, pour l'échauffement total de l'EVA qui recouvre le conducteur, un écart inférieur à 10% entre le diamètre 1,38 mm (1,5 mm²) et les autres diamètres (figure 79). Il est important de préciser que les températures relevées à 60Aeq sont indicatives. Ces températures sont les températures maximales enregistrées avant la délamination de la gaine en EVA du conducteur.

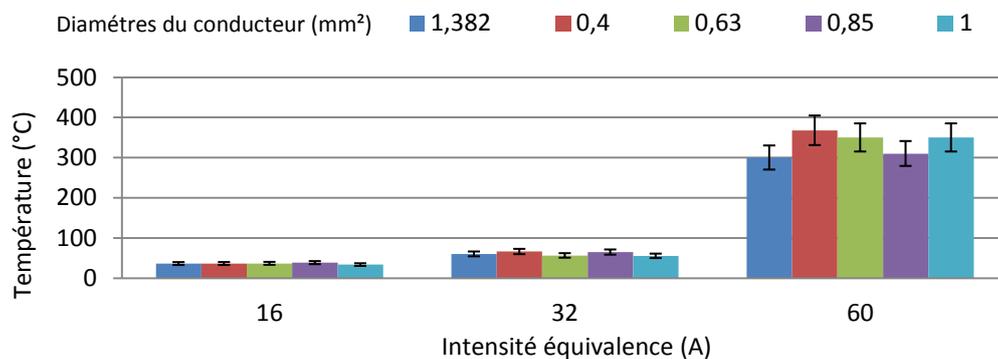


Figure 79 : Température du polymère en fonction du diamètre de câble pour différentes intensités et une longueur de conducteur de 0.52 m +/- 0.01m.

l'étude de l'inflammabilité et de la propagation. Ce choix permettra l'application d'intensité plus faible que dans le cas d'un conducteur de 1.5 mm² et facilitera l'élaboration des câbles électriques au laboratoire. Pour la suite de l'étude, on parlera d'intensité équivalente selon le tableau 18.

Tableau 18 : Définition des intensités équivalentes.

Intensité équivalente	Intensité réelle
16Aeq	7.3 A
32Aeq	14.6 A
60Aeq	27.4 A

Nous avons ensuite suivi l'échauffement des différentes formulations utilisées comme gaine isolante quand le câble était soumis à une intensité de 32Aeq. Lorsque le conducteur est soumis à une intensité de 32Aeq, nous n'observons pas de différence significative vis-à-vis de l'échauffement en surface des différentes formulations de gaine isolante (figure 80). La température atteinte en régime stationnaire, lors des différents tests, se situe dans la même gamme quelques soit la formulation, soit 57°C +/-5°C.

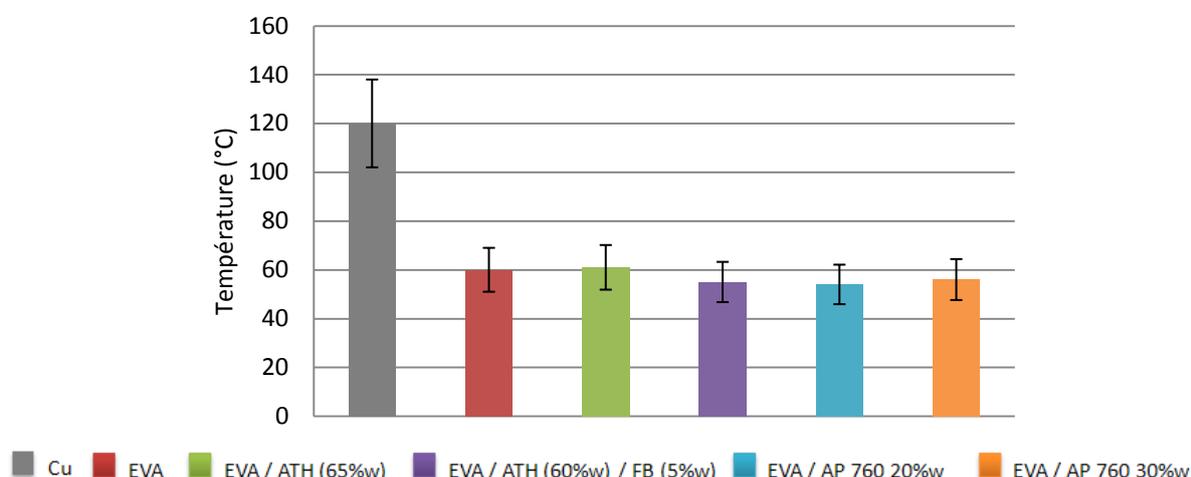


Figure 80 : Evolution de la température des différentes formulations de gaine isolante lorsque un conducteur de diamètre 0,63mm est soumis à une intensité de 32AeqA.

Nous avons établi précédemment des scénarios représentatifs de la réalité, ceci afin de tester, dans un objectif de développement et d'optimisation, des formulations ignifuges. Suite à l'étude du conducteur permettant la réalisation au laboratoire de câble électrique simple, la seconde étape consiste à établir un protocole d'étude au cône calorimètre/FTIR et un protocole d'étude de la propagation de la flamme.

3. Etude au cône calorimètre couplé FTIR de câble simulé soumis à différentes intensités.

3.1. Définition d'un protocole de test.

Nous avons appliqué les scénarios présentés précédemment à un échantillon d'EVA 28 vierge dans le but d'établir un protocole de test pour l'étude au cône calorimètre couplé FTIR. Ce protocole devra permettre la comparaison du comportement au feu des formulations. Deux types d'échantillons seront testés dans ce chapitre : une plaque traditionnelle de dimension 100 mm x 100 mm x 3 mm et contrairement au chapitre précédent, une plaque de dimension traditionnelle possédant un conducteur (figure 81). Lors de ces essais, nous n'avons pas appliqué d'intensité de 16Aeq, nous avons jugé négligeable l'échauffement mesuré précédemment sur la gaine isolante lorsque le conducteur était soumis à une intensité de 16Aeq comparé au flux radiatif de 35 kW/m². Les résultats obtenus sont présentés en annexe 3.

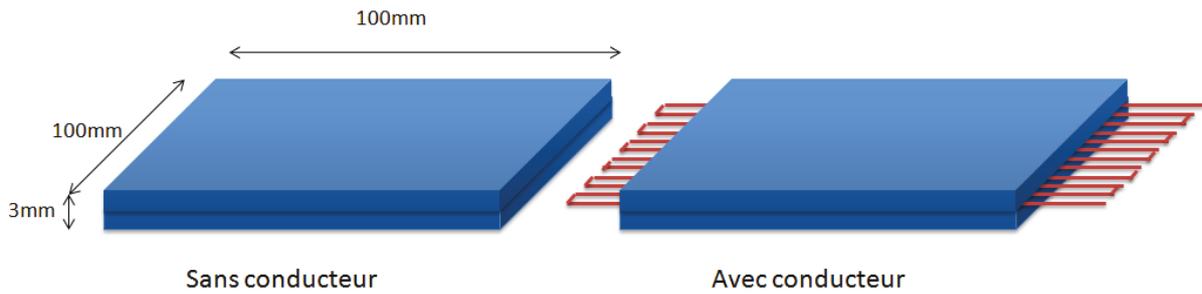


Figure 81 : Echantillons pour le passage au cône calorimètre/FTIR.

Lors de la comparaison du temps d'inflammation entre un échantillon avec ou sans conducteur, nous n'observons pas de différences significatives (figure 82).

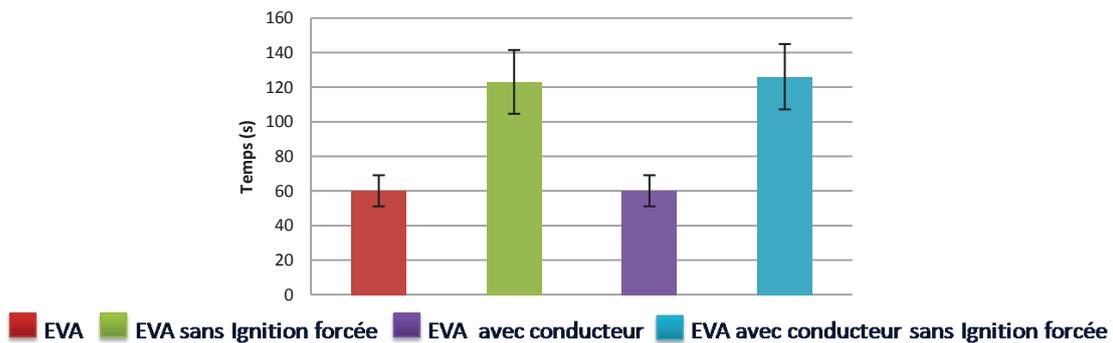


Figure 82 : Temps d'inflammation de l'EVA obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre selon le protocole d'essai défini ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

L'application d'une intensité de 32Aeq provoque une évolution du temps d'ignition (figure 83). L'apport de chaleur provoqué par effet joule va permettre de diminuer le temps nécessaire à l'inflammation de l'EVA. Nous n'observons pas, pour un échantillon possédant un conducteur avec ou sans application d'une intensité de 32Aeq, de variation du pic de HRR et du THR lorsque l'échantillon est soumis à une ignition forcée ou non (figure 83).

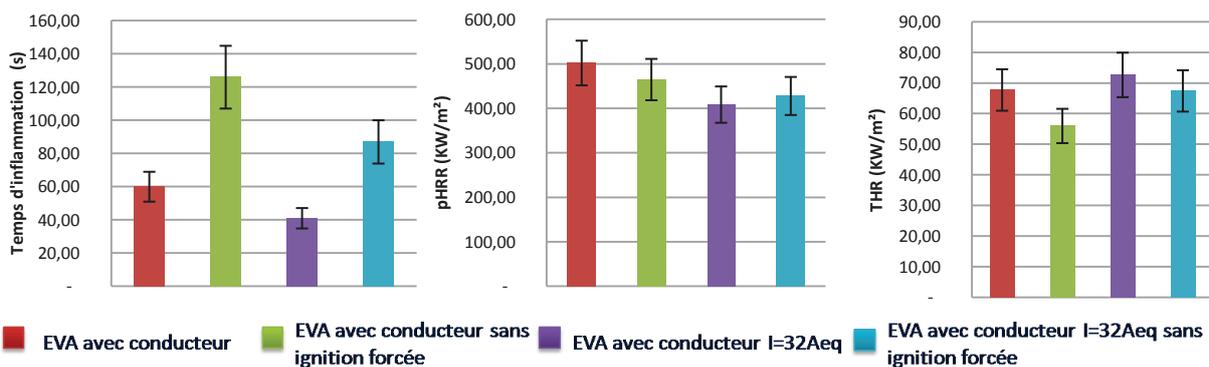


Figure 83 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre selon le protocole d'essai défini d'échantillon d'EVA avec conducteur avec ou sans application d'une intensité de 32Aeq ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

L'application d'une intensité de 60Aeq avec un flux radiatif de 35Kw/m² avec ou sans ignition forcée ne permet pas d'obtenir des résultats reproductibles sur le temps d'inflammation, le HRR et le THR. L'échauffement important provoqué par effet joule combiné au flux radiatif entraîne la rupture du conducteur. Celle-ci est aléatoire et est la cause de la non répétabilité des essais car elle met un terme à l'apport généré par effet joule et donc à l'échauffement du matériau.

L'échauffement provoqué par l'application d'une intensité de 60Aeq sans flux radiatif va entraîner la dégradation du matériau permettant l'inflammation de celui-ci au contact d'un arc électrique. De plus, l'échauffement va contribuer à l'alimentation de la flamme en gaz combustible. Lors les différents essais, nous remarquons que le temps d'inflammation de l'échantillon est

répétable à plus ou moins 15%. Par contre, nous observons une extinction de l'échantillon rapide. Celle-ci est provoquée par la rupture du conducteur qui entraîne l'arrêt de l'apport de chaleur par effet joule. Cette rupture est provoquée par une augmentation importante de la température causée par la combinaison de l'échauffement occasionné par l'effet joule et un contact direct du conducteur avec la flamme. Le temps d'extinction est aléatoire et explique les résultats non reproductibles du HRR et du THR. Suite à ces résultats, nous avons défini un protocole de test qui se résume en 5 essais (tableau 19, figure 84).

Tableau 19 : Protocole de test pour l'étude au cône calorimètre / FTIR.

Expérience	Avec conducteur (oui/non)	Ignition forcée (oui/non)	Intensité (Aeq)	Flux radiatif (kW/m ²)
1	Non	Non		35
2	Non	Oui		35
3	Oui	Non	32	35
4	Oui	Oui	32	35
5	Oui	Oui	60	0

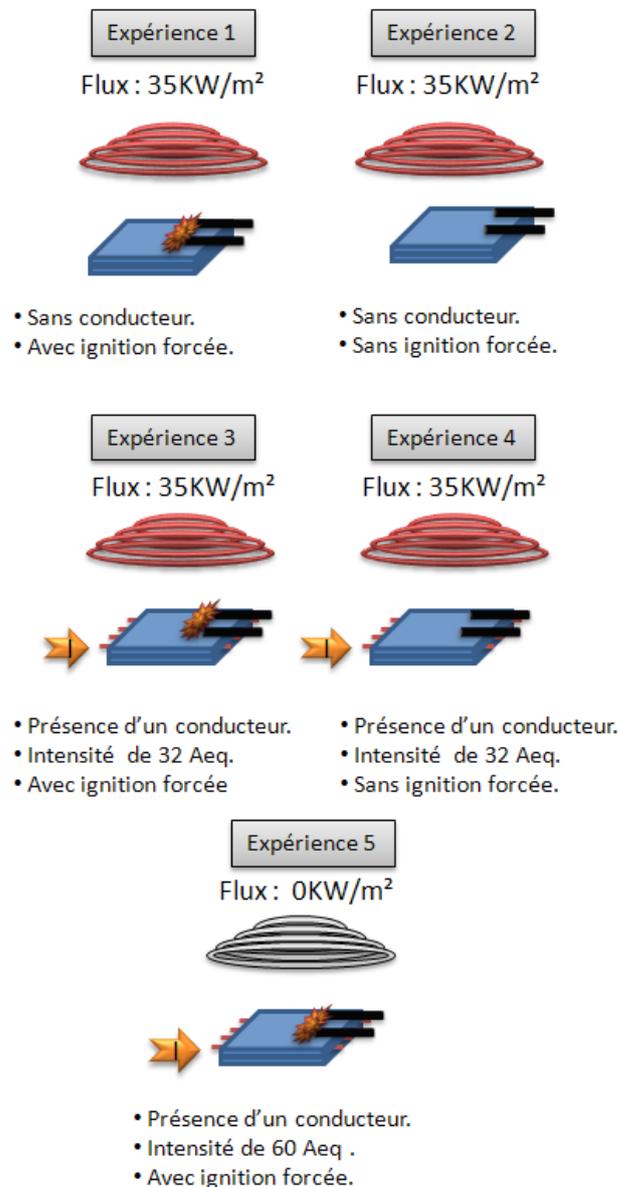


Figure 84 : Représentation des protocoles de test pour l'étude au cône calorimètre / FTIR.

Le mode opératoire pour l'étude au cône calorimètre/FTIR, selon le protocole décrit ci-dessus, est détaillé en *annexe 6*. Les résultats obtenus, selon le protocole de test pour l'EVA 28 vierge, sont présentés sur les figures 85 et 86.

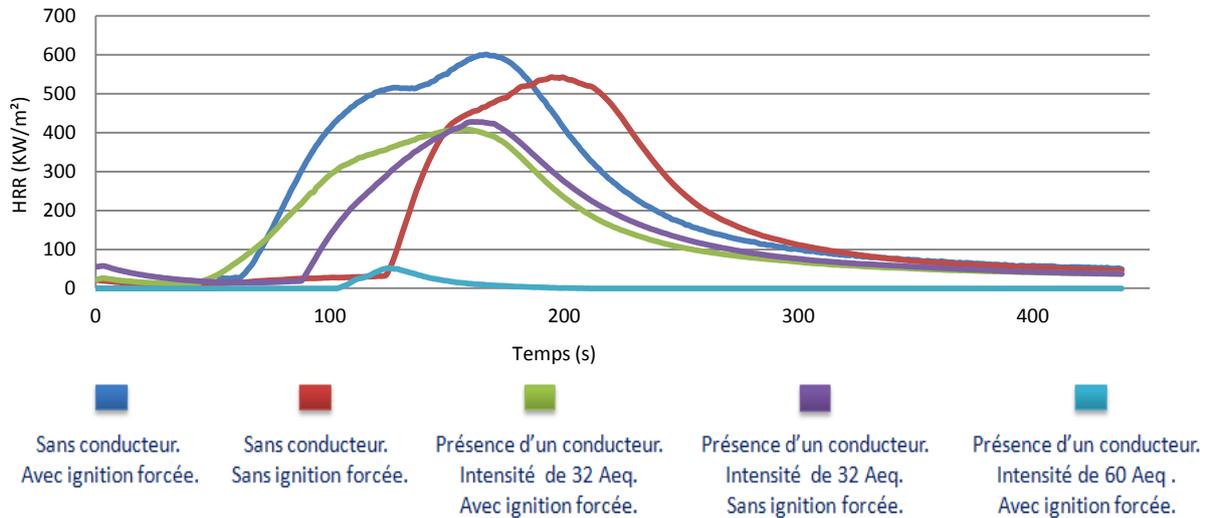


Figure 85 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA selon le protocole d'essai défini ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

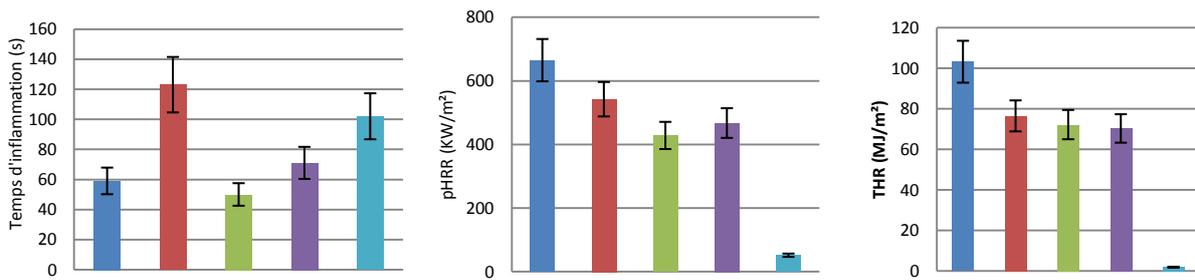


Figure 86 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA 28 vierge selon le protocole d'essai défini ($q_r=35KW/m^2$ $e=3mm$ $td=25mm$).

Nous avons précédemment établi un protocole de test basé sur la reproductibilité des essais obtenue au cône calorimètre. Il est nécessaire de visualiser l'impact des différents scénarios sur la concentration des gaz dégagés lors de l'analyse au cône calorimètre.

Comme vu précédemment, l'application ou non d'une ignition forcée va influencer le temps d'inflammation du matériau. Cette variation va entraîner une variation de la concentration des gaz avant inflammation. Dans le cas de l'EVA 28 vierge, nous observons une évolution importante de la concentration de monoxyde de carbone, d'acide acétique, d'éthylène et de méthane (figure 87).

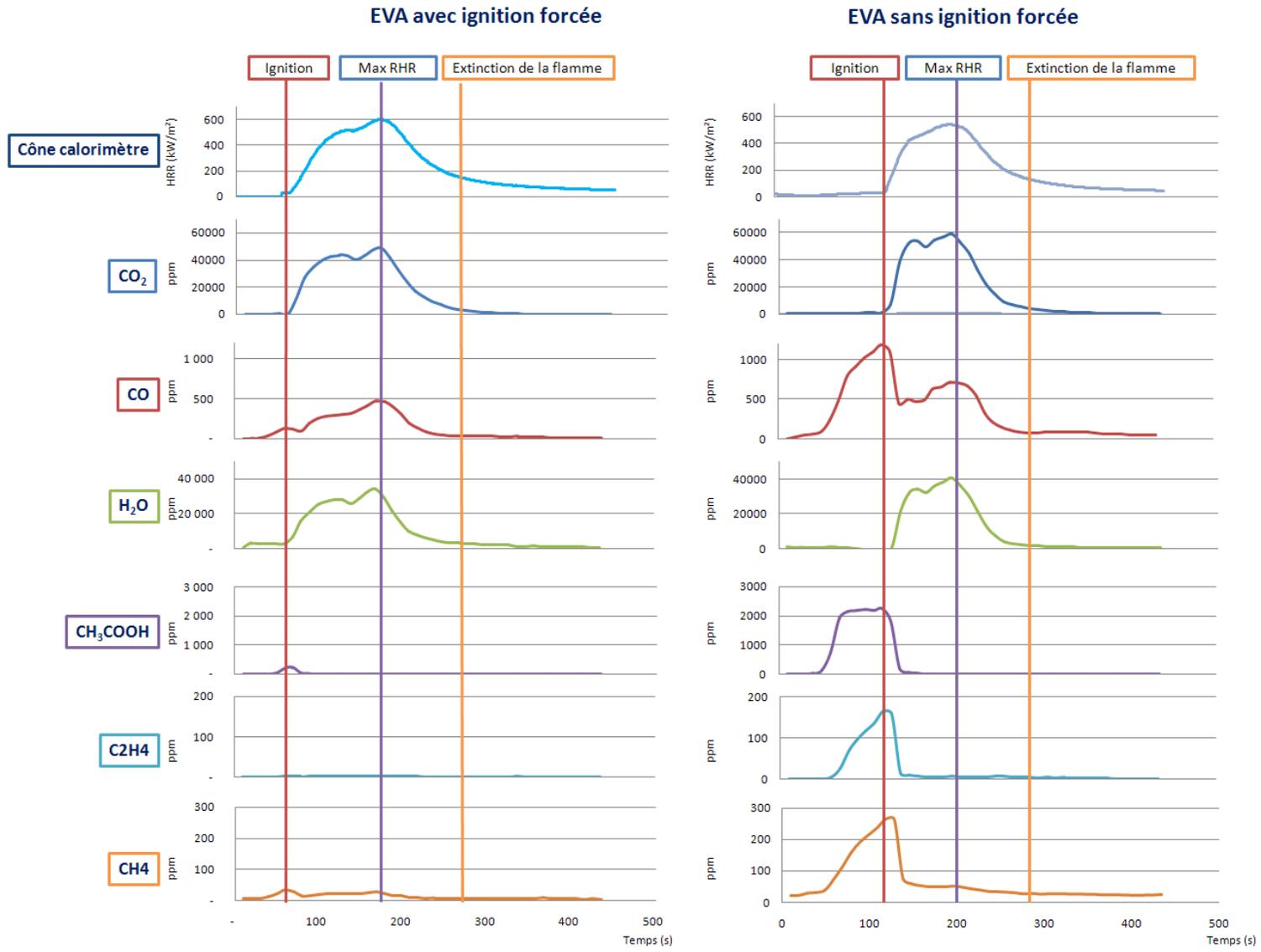


Figure 87 : Résultats obtenus lors de l'analyse au cône calorimètre d'EVA vierge ($q_r=35KW$ et $td=25mm$) couplé FTIR avec ou sans ignition forcée.

L'application d'une intensité de 32Aeq impacte, comme l'ignition forcée ou non, le temps d'allumabilité du matériau et la concentration des gaz dégagés lors de l'étape post inflammation. L'apport de chaleur fourni par effet joule participe à l'échauffement du matériau et diminue donc le temps nécessaire à l'inflammation de celui-ci.

Pour visualiser l'impact du temps d'inflammation du matériau sur l'évolution de la concentration d'acide acétique, on a représenté, sur la figure 88, sa variation en fonction du temps et du scénario choisi. Sans application de l'ignition forcée, le temps de dégradation du matériau augmente et se caractérise, dans notre exemple, par un dégagement plus important d'acide acétique. L'application d'une intensité de 32Aeq va entraîner une diminution du temps nécessaire au matériau pour s'enflammer et se traduit par une diminution de la concentration d'acide acétique par rapport à un échantillon non soumis à une intensité.

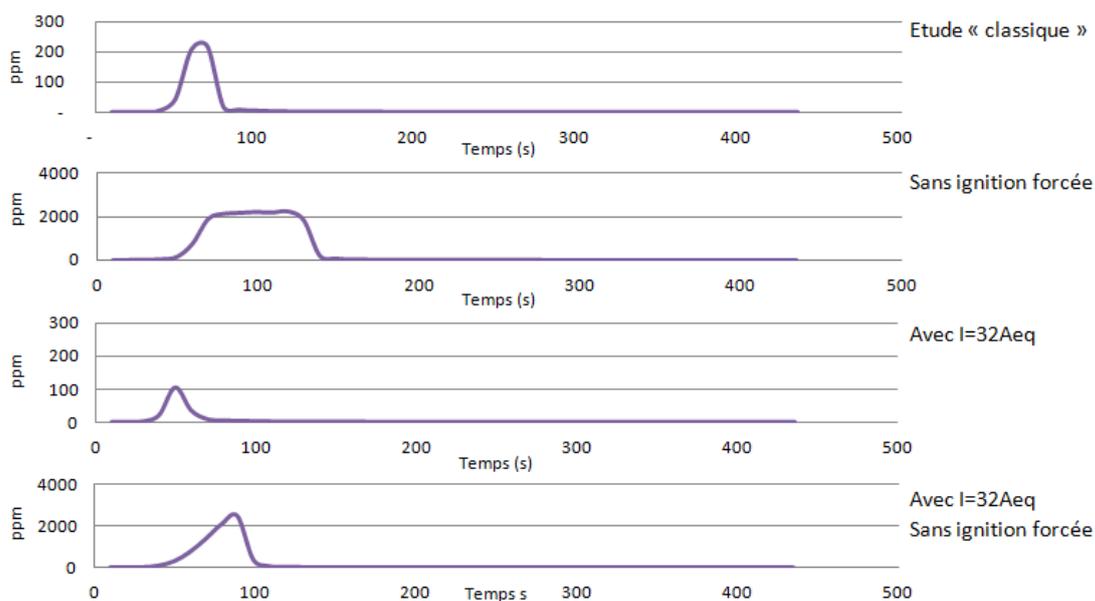


Figure 88 : Evolution de la concentration en acide acétique dans l'EVA en fonction du scénario.

L'application d'une intensité de 60Aeq avec la présence d'un arc électrique sans flux radiatif, nous permet de visualiser le comportement de la gaine isolante lorsque le conducteur est parcouru par une surintensité. Nous remarquons ici que contrairement aux expériences précédentes, le dégagement des différents gaz au cours du temps se décompose en 3 étapes (figure 89). Les deux premières étapes sont équivalentes à celles observées lors des expériences précédentes avec ignition forcée. Elles correspondent à la dégradation de l'EVA avant inflammation et à l'inflammation du composé. Nous observons, durant la troisième étape, un dégagement d'acide acétique, de monoxyde de carbone, d'éthylène et de méthane. Ces dégagements correspondent à la déacetylation de l'EVA et de la pyrolyse secondaire du groupe vinyle acétate [66] [73] après extinction du matériau sous l'effet de la chaleur résiduelle de la combustion du polymère.

L'extinction de l'échantillon est rapide. Celle-ci est provoquée par la rupture du conducteur qui interrompt l'apport de chaleur par effet joule. En fin d'analyse, nous constatons un résidu important confirmant la combustion incomplète de l'EVA (figure 90).

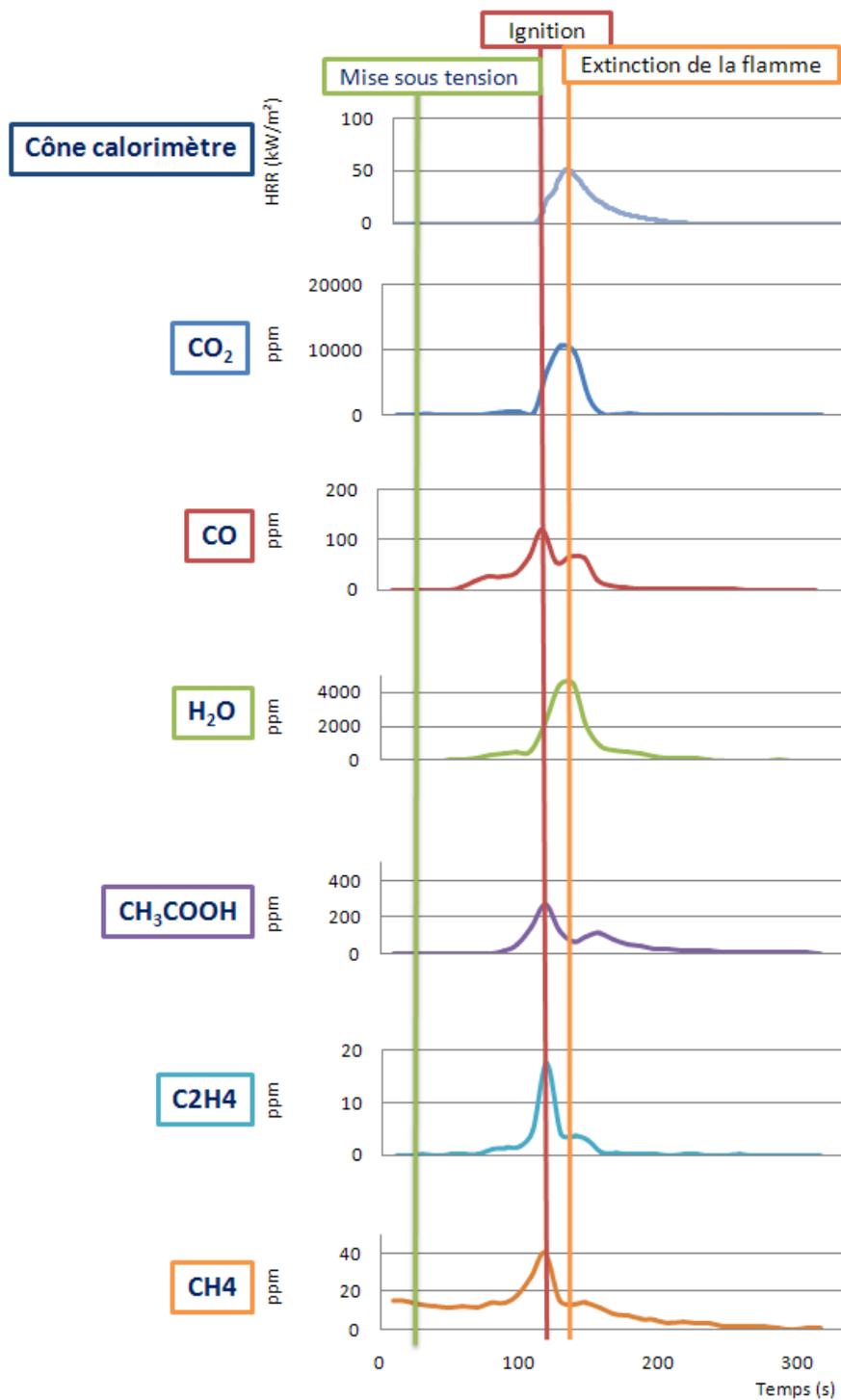


Figure 89 : Représentation des résultats obtenus par FTIR d'EVA 28 avec conducteur soumis à une intensité de 60Aeq sans flux radiatif avec ignition forcée.

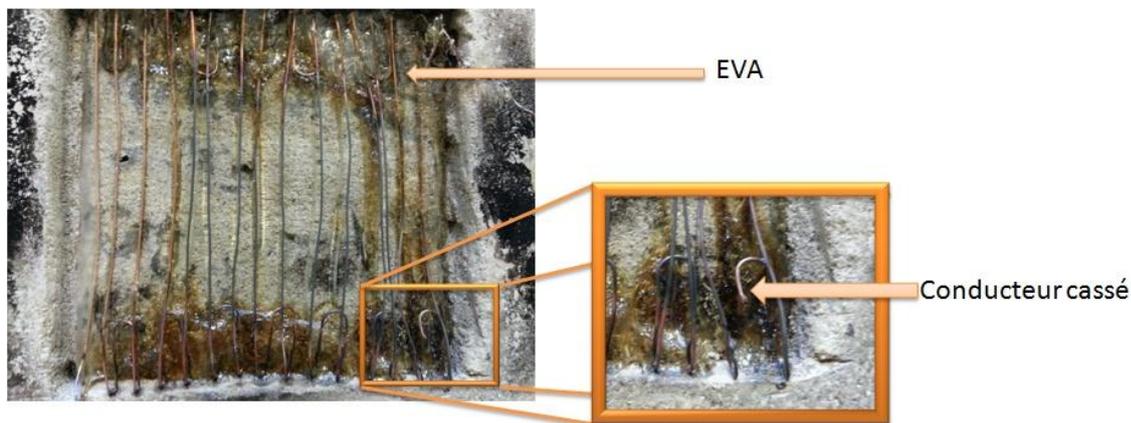


Figure 90 : Résidu obtenu pour une plaque en EVA 28 avec conducteur soumis à une intensité de 60Aeq sans flux radiatif avec ignition forcée.

Le protocole de test défini permet de visualiser l'évolution du débit calorifique et du temps d'inflammation du matériau selon différents scénarios représentatifs de la réalité définis précédemment. De plus, le couplage FTIR nous permet de suivre et de comparer la nature et la concentration des gaz.

Après avoir défini la méthodologie d'essai, pour l'étude au cône calorimètre / FTIR, évaluant la réaction au feu de câble simulé soumis à différentes intensités, nous l'avons appliqué aux formulations ignifuges testées dans ce mémoire. L'objectif étant de visualiser l'évolution de la réaction au feu des différentes formulations en fonction des scénarios.

3.2. Application de la nouvelle méthodologie d'essai aux formulations ignifuges.

Nous avons, pour ce chapitre, différencié la méthodologie d'essai avec flux radiatif et la méthodologie sans flux radiatif. Cette séparation, nous permettra de traiter dans un premier temps le scénario d'un câble soumis à un incendie déclaré et dans un second temps le cas d'un câble soumis à un dysfonctionnement entraînant le passage d'une très forte intensité en présence d'un arc électrique.

3.3. Méthodologie d'essai : scénario d'incendie déclaré.

L'application de la nouvelle méthodologie d'essai sur les formulations, avec l'application d'un scénario « incendie déclaré », nous permet de visualiser l'évolution du temps d'inflammation, du pHRR et du THR selon les différents scénarios définis dans le protocole de test (figures 91, 92 et 93). On observe lors des différents tests que l'absence d'ignition forcée, pour les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, ne provoque pas l'inflammation du matériau. Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, l'absence d'ignition forcée va entraîner, comme pour l'EVA, un temps d'inflammation plus important sans pour autant impacter le pHRR et le THR de façon significative. Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, l'absence d'ignition forcée va également entraîner, comme pour l'EVA, un temps d'inflammation plus important. Par contre, nous constatons une augmentation du pic de HRR entre le scénario sans conducteur et celui avec conducteur et l'application d'une intensité de 32Aeq, et cela malgré la différence de quantité de matière présente dans l'échantillon. Le résultat obtenu pour la formulation EVA/AP760 (30%w) est intéressant car malgré la différence de matière provoquée par la présence du conducteur (les dimensions du moule n'évoluant pas, la présence d'un conducteur va entraîner une diminution de la quantité de matière), l'application d'une intensité de 32Aeq provoque une augmentation du pic de HRR. Cette augmentation montre une diminution des propriétés ignifuges du matériau lorsqu'il y a présence d'un conducteur alimenté avec une intensité de courant de 32Aeq.

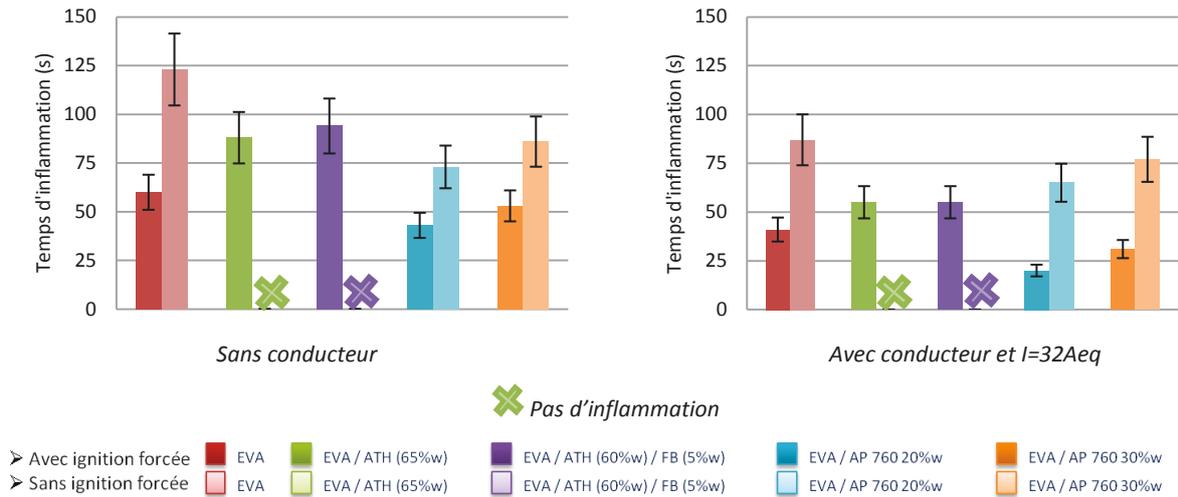


Figure 91 : Temps d'inflammation des différentes formulations comparées à l'EVA selon le scénario choisi.

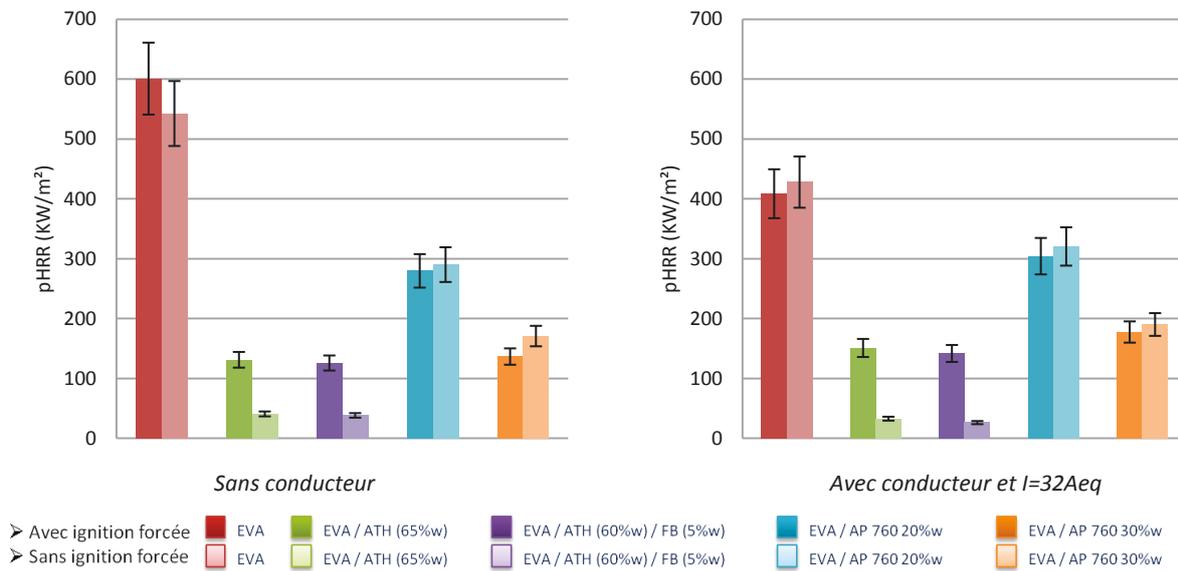


Figure 92 : Pic de HRR des différentes formulations comparées à l'EVA selon le scénario choisi.

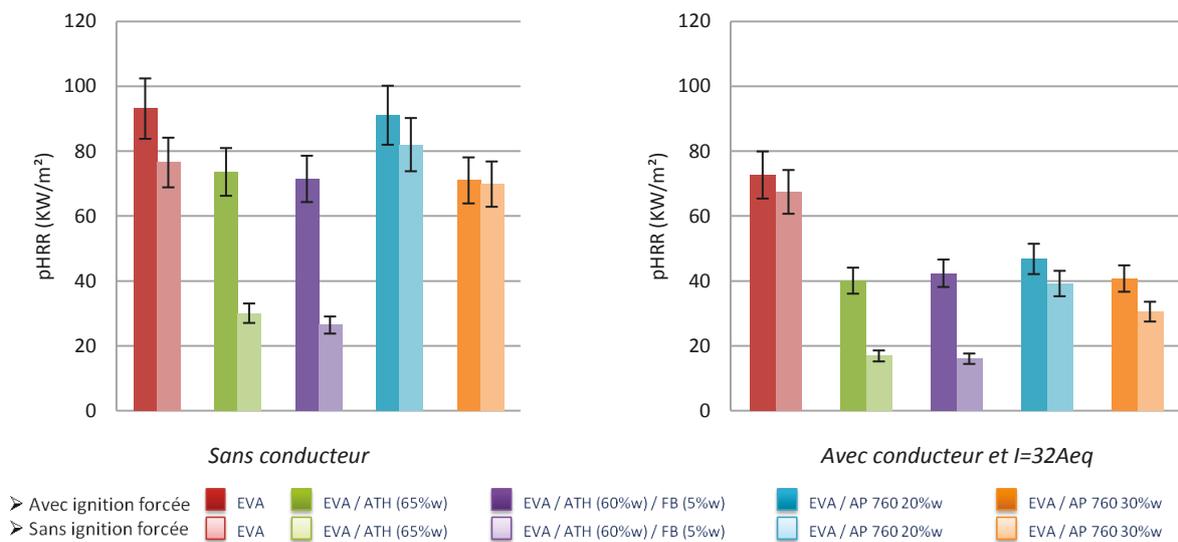


Figure 93 : Total Heat Release des différentes formulations comparées à l'EVA selon le scénario choisi.

Lors des essais avec des échantillons contenant un conducteur pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, on remarque une expansion du bouclier carboné inférieur à celui observé lors des essais sans conducteur (figure 94). Nous observons sur le résidu de l'échantillon contenant un conducteur, la formation d'une structure alvéolaire beaucoup moins expansée. On remarque également que le conducteur se trouve à l'extérieur du résidu. Plusieurs phénomènes peuvent expliquer la différence d'expansion du bouclier carboné. La dilatation du conducteur provoqué par l'échauffement de celui-ci au cours de l'analyse est susceptible de provoquer des brèches dans la structure alvéolaire en formation, laissant ainsi s'échapper l'ammoniac formé lors de la dégradation du polyphosphate d'ammonium. L'évolution de la température du conducteur en cuivre soumis à un important effet joule va provoquer une variation de la viscosité du résidu. Une viscosité plus faible piège moins les gaz dégagés. De plus, à partir d'une certaine température, le conducteur en cuivre catalyse au contact la déshydrogénation de l'ammoniac formant du dihydrogène et du di azote [74]. Ces différents phénomènes vont limiter la quantité d'ammoniac pouvant réagir avec la matrice et par la même occasion l'expansion du bouclier carboné.



EVA/AP760 (70%w/30%w) sans conducteur



EVA/AP760 (70%w/30%w) avec conducteur et I=32Aeq

Figure 94 : Différence d'expansion du bouclier charbonné selon les paramètres du test.

Le couplage FTIR au cône calorimètre nous permet d'interpréter certains phénomènes que nous avons observé lors des tests précédents. Pour les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, nous observons une faible concentration d'acide acétique. On explique cette faible concentration par la formation d'acétone catalysé par l'alumine. Nous remarquons également pour ces formulations, lors de l'absence d'ignition forcée, que le matériau ne s'enflamme pas malgré des concentrations élevées en méthane et éthylène (figure 95). Comme vu précédemment (chapitre 2 §1.2), l'hydroxyde d'alumine soumis à une température supérieure à 200 °C subit une déshydratation endothermique et un dégagement d'eau, ces phénomènes entraînant un refroidissement et une dilution des gaz produits. L'énergie fournie par le flux radiatif ou par le flux radiatif et l'échauffement par effet joule sans présence d'arc électrique, n'est pas suffisante pour entraîner l'inflammation des gaz produits lors de la dégradation des formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB.

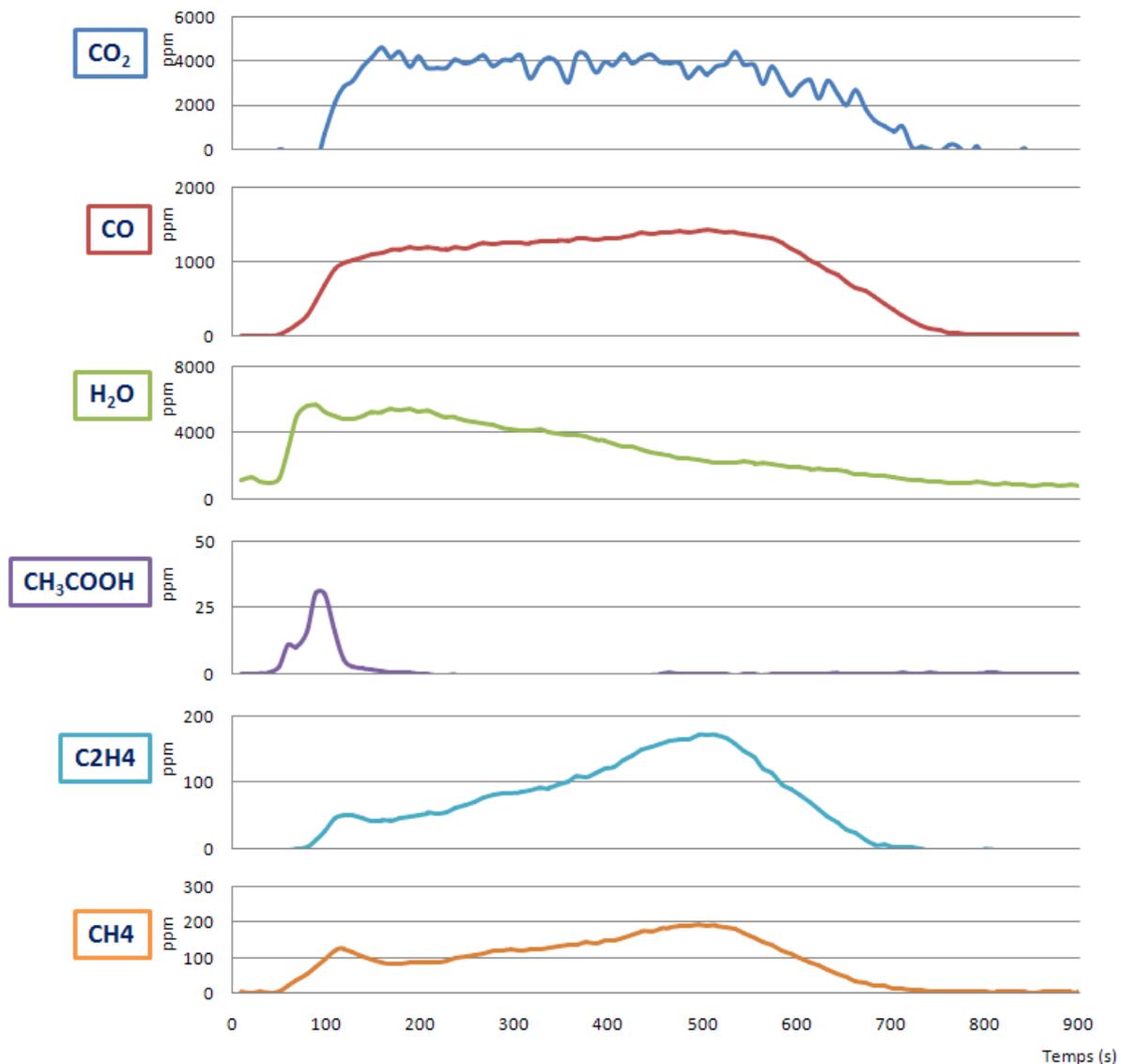


Figure 95 : Evolution de la concentration des gaz dégagés lors de l'analyse effectuée au cône calorimètre sans ignition forcée pour une formulation EVA/ATH sans conducteur.

Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, on observe comme précédemment un dégagement important d'ammoniac avant inflammation et de monoxyde d'azote après inflammation quel que soit le scénario. D'après les observations précédentes, ces dégagements sont liés à la faible expansion du bouclier carbonné observé lors des différents essais. Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, on remarque que l'application d'une intensité de 32Aeq va provoquer un dégagement plus important d'ammoniac et de monoxyde d'azote que ceux observés lors des essais sans application d'intensité (figure 96). Pour le test avec ignition forcée et une intensité de 32Aeq, nous observons un dégagement important de monoxyde d'azote qui résulte de l'oxydation de l'ammoniac dégagé lors de la dégradation de l'AP760. Pour le test sans ignition forcée et une intensité de 32Aeq, nous remarquons également un dégagement important de monoxyde d'azote mais nous visualisons en parallèle un dégagement important d'ammoniac. Ces dégagements confirment les résultats mesurés lors de l'analyse au cône calorimètre et la faible expansion du bouclier carbonné observé en fin d'analyse. La présence d'un conducteur alimenté d'une intensité de 32Aeq provoque la diminution des propriétés ignifuges de la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w.

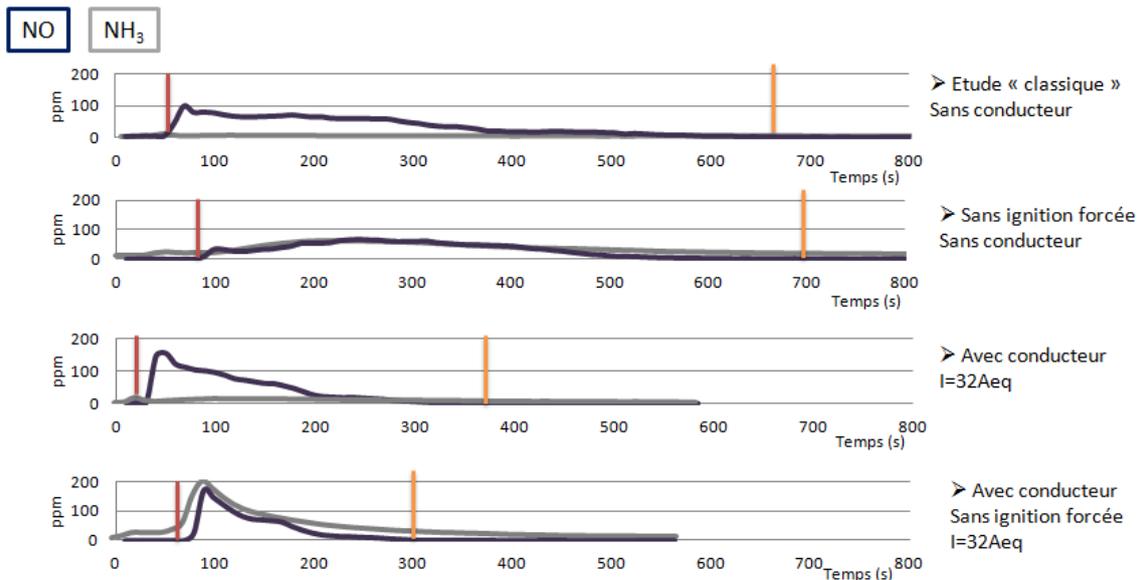


Figure 96 : Evolution de la concentration en NO et NH₃ pour la formulation EVA/AP760 30%w en fonction des différents scénarios.

3.4. Méthodologie d'essai : dysfonctionnement important.

L'application d'une intensité de 60Aeq au conducteur sans flux radiatif entraîne systématiquement l'inflammation du matériau. Contrairement à l'EVA, nous observons un temps d'inflammation des formulations plus important (figure 97). La formation d'une céramique dans le cas des formulations EVA/ATH ou le développement d'un bouclier carboné dans le cas des formulations EVA/AP760 entraîne la réduction des transferts de chaleur. Cette réduction permet de maintenir l'inflammation du matériau plus longtemps en évitant la rupture du conducteur par échauffement trop important. Ce contact, comme nous l'avons vu précédemment dans le cas de l'EVA, provoque un apport calorifique suffisant qui provoque la dégradation et la coupure du conducteur qui a pour conséquence l'arrêt de l'effet joule et l'extinction du matériau. Nous observons également que le temps d'ignifugation de la formulation EVA/ATH/FB est plus important que celui mesuré pour la formulation EVA/ATH.

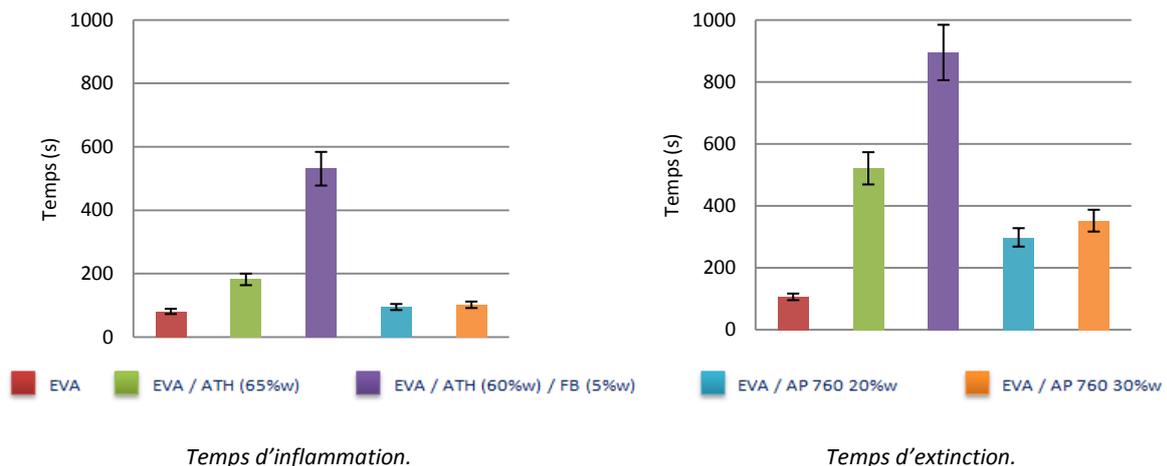


Figure 97 : Temps d'inflammation et d'extinction de l'EVA et des formulations ignifuges lors du test au cône calorimètre sans flux radiatif avec I=60Aeq

Nous observons, lors de l'analyse FTIR, pour les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, une différence importante provoquée par le décalage du temps d'inflammation (figure 98).

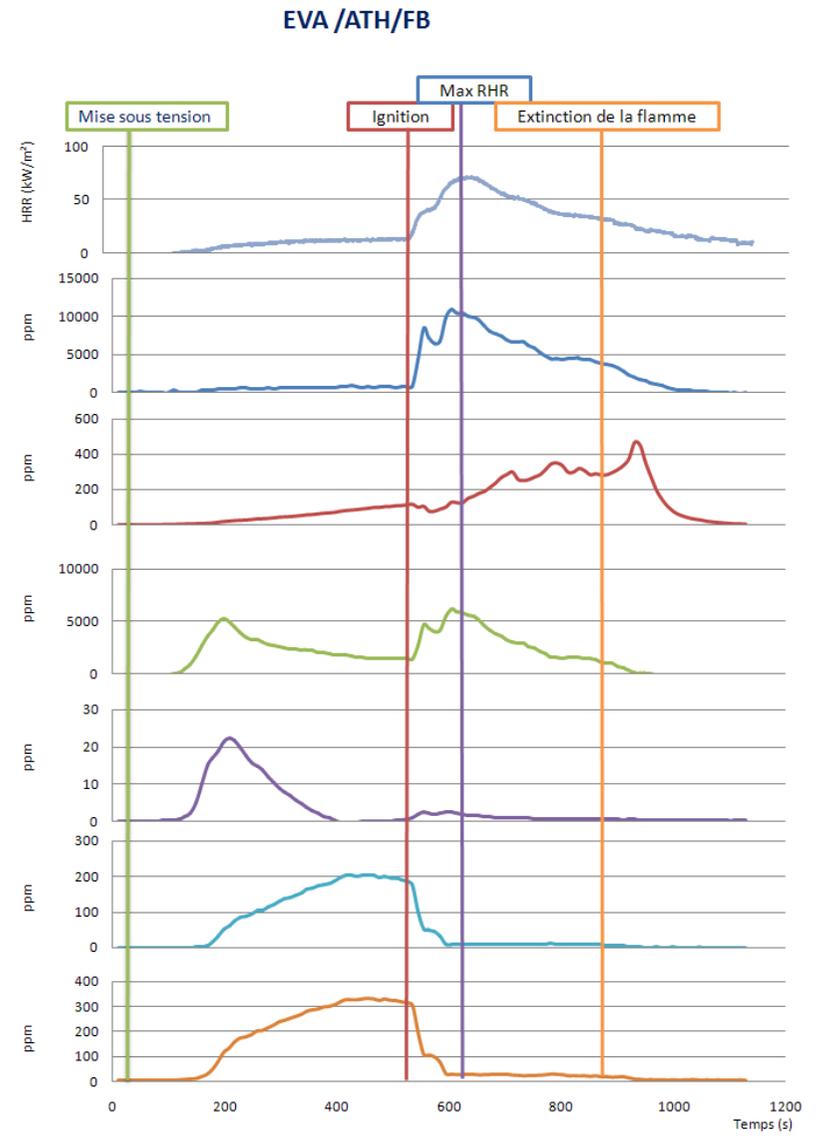
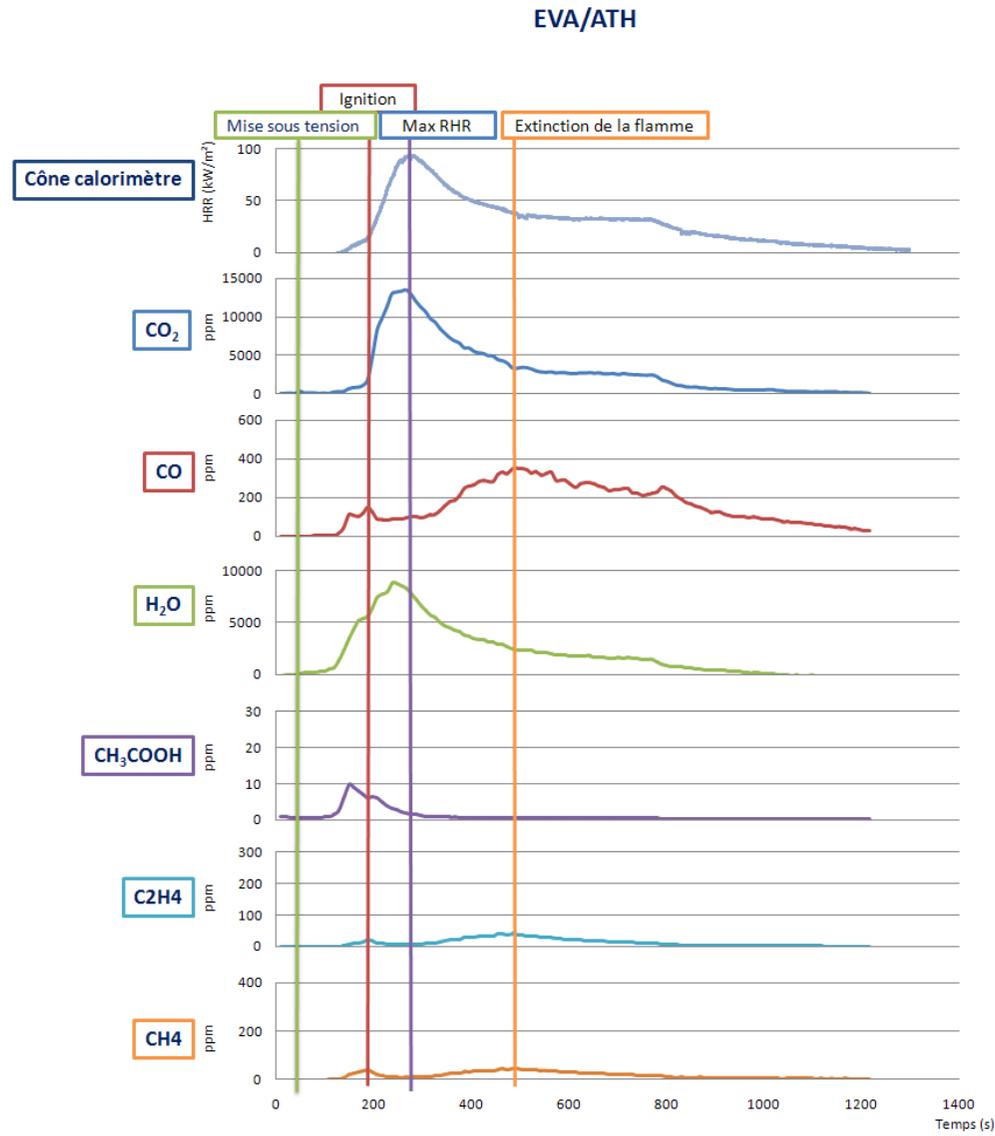


Figure 98 : Evolution de la concentration des gaz dégagés lors de l'analyse effectuée lors du test au cône calorimètre sans flux radiatif avec l=60Aeq.

Pour expliquer ce phénomène, nous proposons le mécanisme décrit ci-dessous (figure 99). L'application d'une intensité de 60Aeq à un conducteur de cuivre de diamètre 0,63 mm va provoquer un échauffement par effet joule. La température atteinte sera supérieure à 400°C (température mesurée pour un conducteur nu sous convection naturelle). A cette température, la formulation va subir un échauffement localisé en périphérie du conducteur (faible dissipation de la chaleur causée par une faible conductivité thermique). La température atteinte est suffisante pour dégrader la matrice formant différents gaz et une céramique. De plus, l'évolution de la température va provoquer une diminution de la viscosité du matériau. Dans le cas de la formulation EVA/ATH, les gaz formés lors de la dégradation de la matrice s'échappent rapidement et ne sont pas retenus par celle-ci. Cette libération des gaz provoque, lors de la présence d'un arc électrique, l'inflammation. Dans le cas de la formulation EVA/ATH/FB, comme cité précédemment, le borate de zinc va permettre d'obtenir une céramique plus cohésive. Celle-ci aura une résistance mécanique aux différentes contraintes thermiques et aux contraintes liées au dégagement de gaz, plus importante que celle formée dans le cas de la formulation EVA/ATH [50]. La céramique plus résistante va entraîner un phénomène de diffusion des gaz et retarder l'inflammation du matériau. Celui-ci s'enflammera une fois que la concentration des gaz inflammable en périphérie de l'arc électrique sera suffisante.

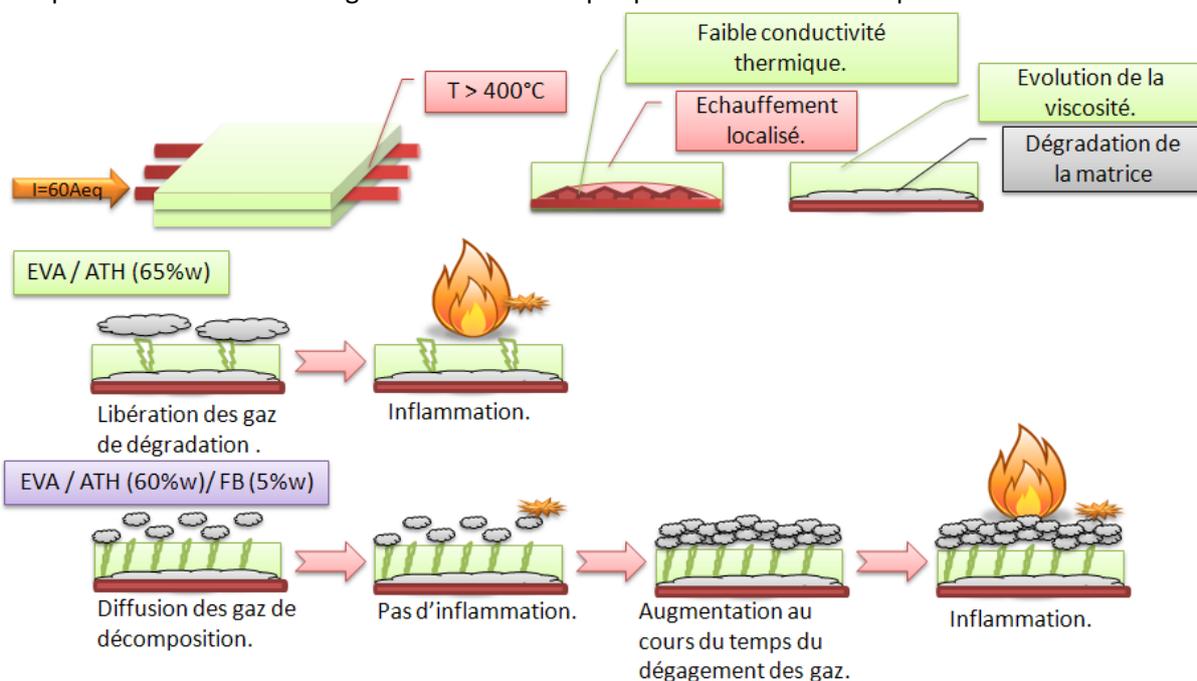


Figure 99 : Schématisation de l'aspect mécanique proposé pour expliquer le décalage du temps d'inflammation de la formulation EVA/ATH/FB par rapport à la formulation EVA/ATH.

Pour les formulations contenant du polyphosphate d'ammonium, nous observons une différence significative concernant le dégagement de monoxyde d'azote et d'ammoniac au cours de l'analyse (figure 100). Lorsque le conducteur est soumis à une importante intensité de courant, l'augmentation de la température du conducteur par effet joule va modifier la viscosité du matériau. Celle-ci n'est plus suffisante pour encapsuler les gaz et permettre l'expansion du bouclier carboné. La réapparition de l'ammoniac, pendant la phase d'inflammation, s'explique par l'apparition de petite flamme localisée qui ne permettent pas l'oxydation de l'ammoniac en monoxyde d'azote. Lors de la phase d'extinction, nous observons, pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, une augmentation de la concentration d'ammoniac. Cette augmentation correspond comme pour le monoxyde d'azote à une diminution de la résistance du bouclier carboné. L'ammoniac observé après extinction, pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, peut provenir de la dégradation du polyphosphate qui se poursuit après l'extinction sous l'effet de la chaleur résiduelle ou de l'ammoniac piégé dans la structure. En fin d'analyse, on observe sur le résidu, pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, que le char ne s'est pas développé sur toute la surface du composé (figure 101).

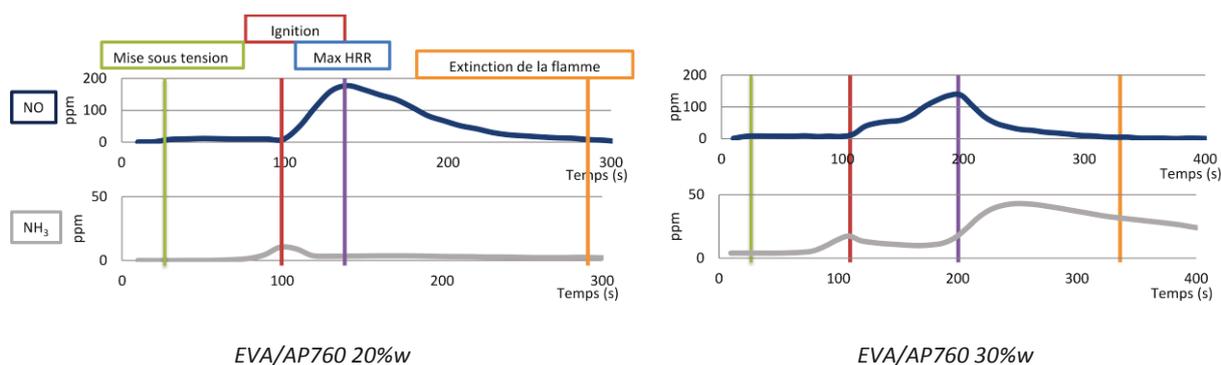


Figure 100 : Evolution de la concentration des gaz dégagés lors de l'analyse effectuée lors du test au cône calorimètre sans flux radiatif avec $I=60Aeq$.



Figure 101 : Résidu observé après analyse au cône calorimètre/FTIR sans flux radiatif avec ignition forcée pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w.

Nous avons développé, dans ce mémoire, de nouvelles méthodologies de test au cône calorimètre couplé FTIR permettant de comparer des formulations ignifuges soumises à différents scénarios représentant des situations qui peuvent se produire dans le domaine de la câblerie. Cette méthodologie se décompose en deux parties : la première représentant un scénario d'un incendie déclaré et la seconde représentant un dysfonctionnement important. L'étude à l'aide de la nouvelle méthodologie, nous a permis de constater l'évolution des temps d'inflammation, de la concentration des gaz dégagés et de l'efficacité de certains modes d'action des ignifugeants. L'application de différentes méthodologies nous a surtout permis de différencier les formulations EVA/ATH - EVA/ATH/FB et EVA/AP760 (20%w) - EVA/AP760 (30%w). Elles ont également permis de suivre les différents modes d'action des ignifugeants lorsqu'ils étaient soumis uniquement à un échauffement interne provoqué par l'application d'une intensité importante à un conducteur et à un arc électrique. Nous avons observé, comme dans notre étude précédente, pour les formulations contenant du polyphosphate d'ammonium, une corrélation entre l'expansion du char et la quantité d'ammoniacque et de monoxyde d'azote mesurée par FTIR au cours de l'analyse.

Suite à ces résultats, il est intéressant de voir si l'application des scénarios va influencer la vitesse de propagation de la flamme.

4. Etude de la propagation de la flamme de câble simulé soumis à différentes intensités.

4.1. Définition d'un protocole de test.

Après la définition de différents scénarios applicables à l'étude de la propagation de la flamme, nous avons, comme dans l'étude précédente, établi un protocole de test basé sur une première étude sur un câble possédant une gaine isolante en EVA 28 non ignifugé. Dans un premier temps, nous avons voulu suivre l'impact de l'application des différentes intensités, définies dans les

scénarios, sur la vitesse de propagation de la flamme. Lors des différents essais, nous observons que l'application d'une intensité nominale (16Aeq) n'entraîne pas d'évolution significative de la vitesse de propagation de la flamme (figure 102). Par contre, l'application d'une intensité de 32Aeq engendre une augmentation significative de la vitesse de propagation de la flamme. L'application de l'intensité va induire un échauffement par effet joule. Cette échauffement va contribuer à la dégradation du composé provoquée par la flamme et diminuera le temps nécessaire à celle-ci pour se propager.

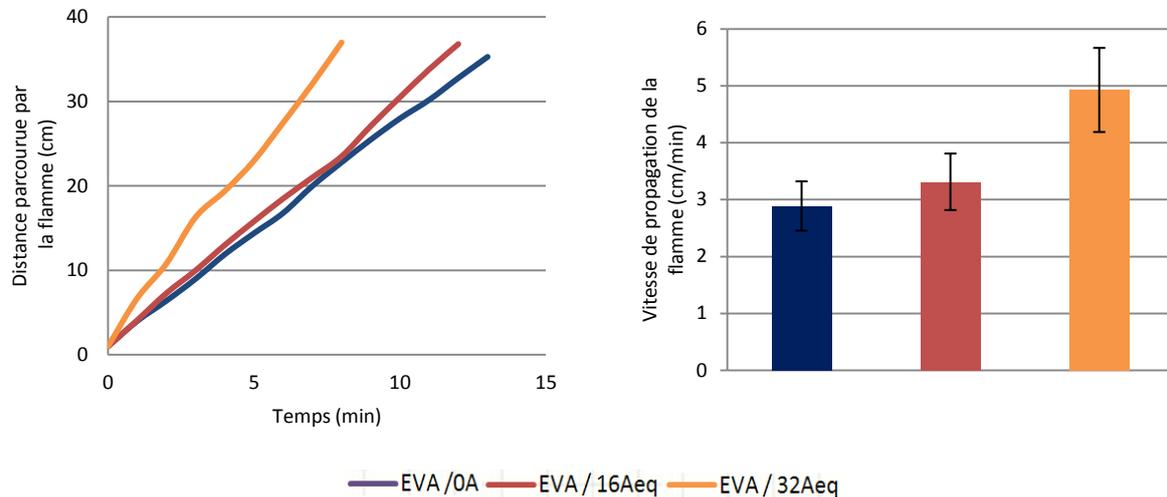


Figure 102 : Evolution de la vitesse de propagation en fonction de l'intensité appliquée au conducteur.

Lors des essais, nous observons que l'application d'une intensité de 60Aeq sur un câble en EVA provoque la délamination du conducteur de la gaine. Un suivi de la propagation s'est donc avéré impossible car la délamination produit l'extinction de la flamme.

La délamination du câble peut être responsable de l'inflammation de matière combustible mais engendre également un risque d'électrocution. Nous avons décidé, dans notre étude, d'inclure ce paramètre. La délamination est la conséquence de l'échauffement important du conducteur lorsque celui-ci est soumis à une intensité de 60Aeq (figure 103). Cet échauffement va provoquer sur l'EVA une évolution des propriétés mécaniques (ramollissement) qui va entraîner la délamination de la gaine isolante du conducteur.

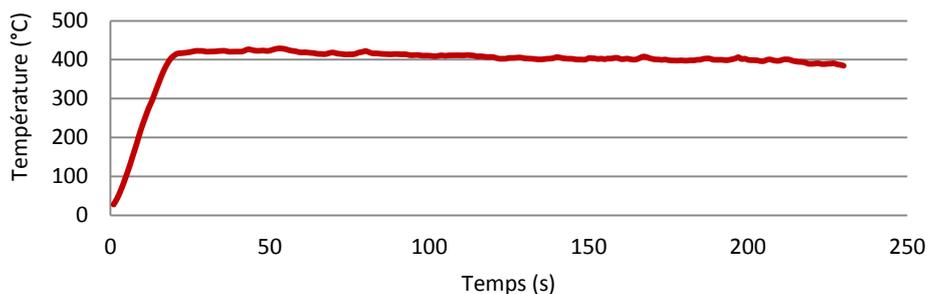


Figure 103 : Evolution de la température d'un conducteur nu sous convection naturelle de diamètre de 0.63 mm soumis à une intensité de 60Aeq.

Sur notre câble composé d'une gaine isolante en EVA 28 vierge, nous observons que le temps de début de délamination entre la gaine isolante et le conducteur est répétable à plus ou moins 15% (figure 104). Par contre, nous ne remarquons pas de différence significative dans le cas de l'EVA entre une configuration horizontale (EVA H) et une configuration verticale (EVA V) (figure 104).

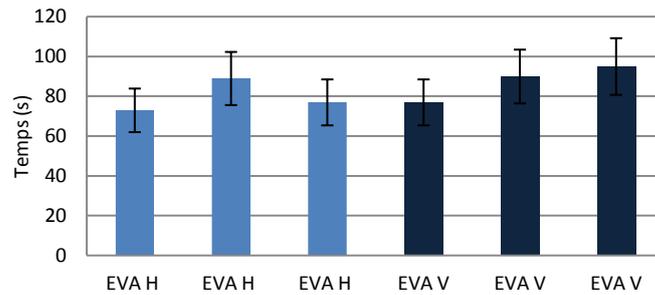


Figure 104 : Temps de début de délamination entre la gaine isolante en EVA et le conducteur soumis à une intensité de 60Aeq en position horizontale et verticale.

Nous avons observé que l'application d'une intensité de 32Aeq avait pour effet l'augmentation de la vitesse de propagation de la flamme. Il est maintenant important de définir le moment d'ignition par rapport à la mise sous tension. En effet, comme vu précédemment, lors de la définition des différents scénarios feu, la présence d'une source d'inflammation peut intervenir, selon le scénario, avant, pendant ou après la mise sous tension.

Pour cela, nous avons mis à la flamme notre échantillon à différents moments permettant ainsi de simuler les différents scénarios.

La figure 105 permet de représenter l'évolution de la température, causée par effet joule lorsque le conducteur est soumis à une intensité de 32Aeq. En fonction du scénario choisi, on se trouvera soit en régime transitoire (scénario 1 et 2) soit en régime stationnaire (scénario 3).

Le scénario 1 représente l'inflammation d'un câble avant sa mise sous tension : cas des systèmes de sécurité incendie (cf. chapitre 1§3.2). La température initiale est la température ambiante et celle-ci évolue par effet joule lors de l'application d'une intensité au conducteur.

Le scénario 2 représente l'inflammation d'un câble pendant sa mise sous tension causée par un dysfonctionnement (cf. chapitre 1§3.2). La température initiale est la température ambiante. Celle-ci évolue avec l'effet joule causé par l'application d'une intensité au conducteur.

Le scénario 3 représente l'inflammation d'un câble après sa mise sous tension où il est victime d'un incendie (cf. chapitre 1§3.2). La température initiale de la gaine isolante lors du test est la température maximale atteinte par effet joule lorsque l'on applique une intensité de 32Aeq au conducteur.

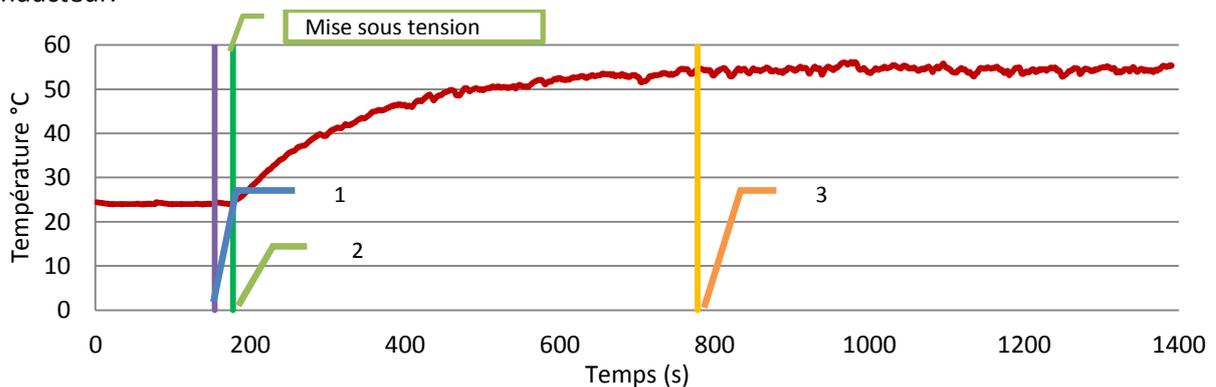


Figure 105 : Evolution de la température de la gaine isolante en fonction du temps pour un câble en EVA soumis à une intensité de 32eqA.

En mesurant les vitesses de propagation, on remarque que le scénario qui montre la vitesse de propagation de la flamme la plus importante est celui où le câble est déjà alimenté depuis 10 minutes avant l'ignition (figure 106). Ce scénario induit, avant l'inflammation de la gaine isolante, une température plus importante causée par l'effet joule. Cet échauffement va permettre de diminuer l'énergie nécessaire à apporter au matériau pour que celui-ci se dégrade et entraîne une augmentation de la vitesse de propagation de la flamme.

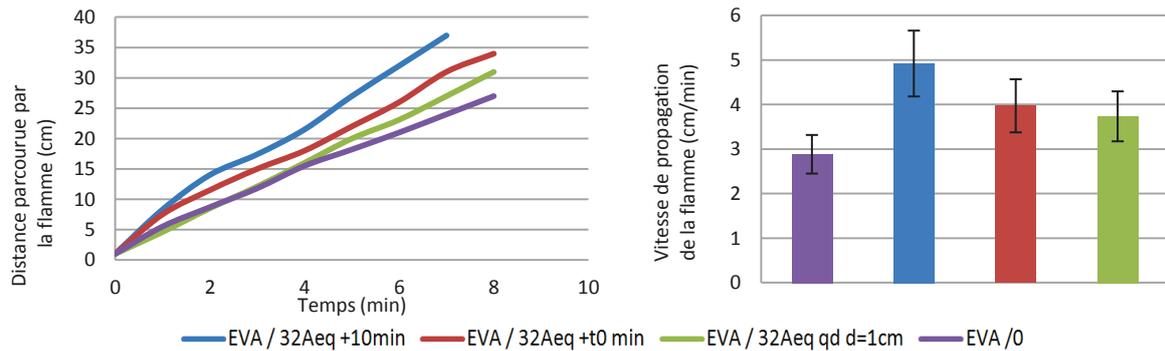


Figure 106 : Evolution de la vitesse de propagation de la flamme en fonction du moment d'ignition.

Nous avons ensuite voulu visualiser si la configuration du test avait un impact sur la propagation de la chaleur dans le conducteur et la gaine isolante. Lorsque l'on applique une intensité de 32Aeq en fonction de la configuration qu'elle soit horizontale ou verticale, nous n'observons pas de différence significative (à plus ou moins 10%) de l'évolution de la température causée par effet joule le long du conducteur en cuivre et le long de la gaine isolante en EVA (figure 107).

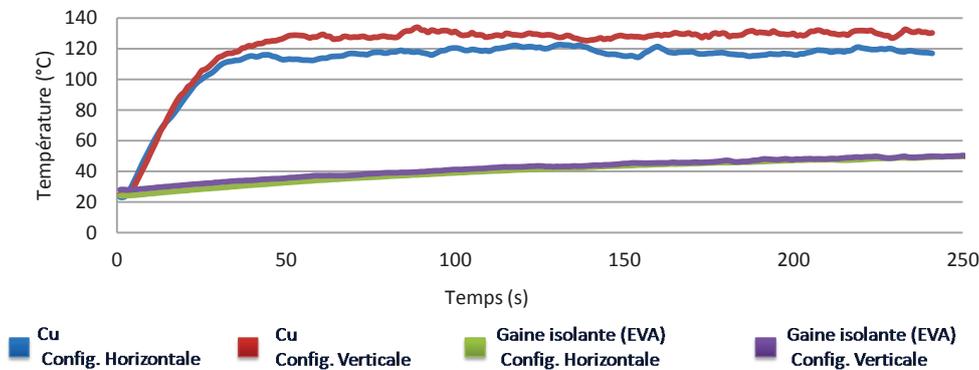


Figure 107 : Evolution de la température du conducteur et de la gaine isolante en EVA soumis à une intensité de 32Aeq et de la configuration horizontale ou verticale.

En combinant les résultats obtenus dans ce chapitre et ceux obtenus dans l'étude de la propagation de la flamme précédente, nous avons établi un protocole de test. Celui-ci permettra l'étude de la propagation de la flamme d'un câble simulé soumis à différentes intensités (tableau 20).

La première étude permet de visualiser l'évolution de la température de la gaine isolante lorsque le conducteur est soumis à une intensité de 32Aeq. La seconde étude permet de suivre la vitesse de propagation de la flamme quand le conducteur n'est pas sous tension et quand le conducteur est soumis à une tension de 32Aeq. Le test effectué lorsque le câble n'est pas alimenté correspond à l'adaptation des tests décrit dans les différentes normes que nous avons étudiées précédemment. Lors de cette étude, il est important de noter l'apparition ou non de gouttes enflammées lorsque l'on soumet la gaine isolante à une source d'inflammation. Ce paramètre est important lorsque l'on définit le potentiel de propagation de la formulation. La troisième étude ne concerne pas la propagation de la flamme mais concerne la délamination de la gaine isolante du conducteur. Paramètre que nous avons jugé important de suivre car il peut, entre autre, être responsable d'un incendie.

Tableau 20 : Protocole de test pour le suivi de l'inflammabilité et la propagation de la flamme.

Tests	Paramètres	Résultats
1	<ul style="list-style-type: none"> Position horizontale 32Aeq 	Suivi de l'évolution de la température.
2	<ul style="list-style-type: none"> Position horizontale / verticale 0A / 32Aeq 	Suivi de la propagation de la flamme.
3	<ul style="list-style-type: none"> Position horizontale / verticale 60Aeq 	Suivi du temps de délamination.

Après avoir établi le protocole de test pour l'étude de la propagation de la flamme, nous avons appliqué celui-ci aux différentes formulations de gaine isolante étudiées dans ce mémoire. Celui-ci est décrit en *annexe 6*.

4.2. Etude des formulations.

Nous avons, dans un premier temps, étudié l'évolution de la température dans la gaine isolante. En ce qui concerne l'évolution de la température de la gaine isolante pour les formulations testées, nous n'observons pas de différence significative (à plus ou moins 10%) (figure 108).

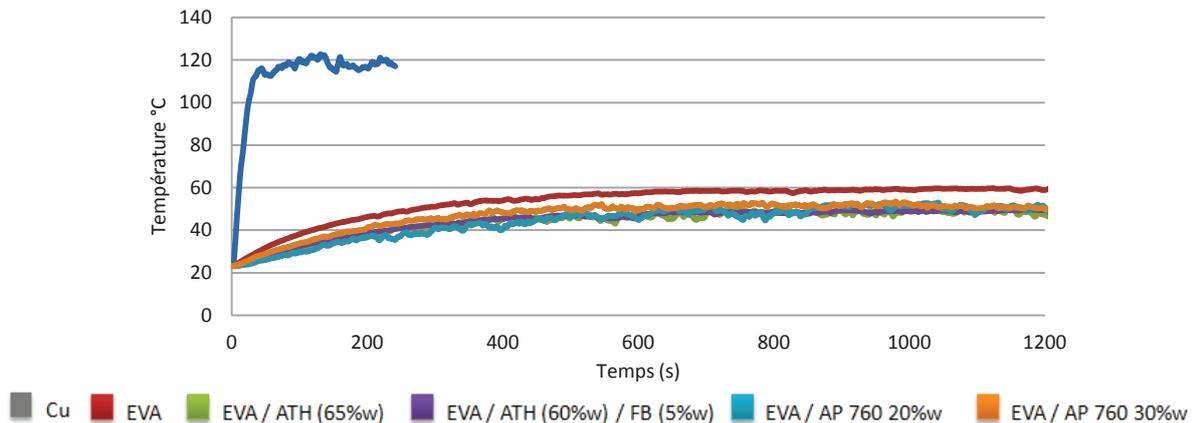


Figure 108 : Evolution de la température des formulations de gaine, lorsque le câble est soumis à une intensité de 32Aeq.

Nous avons, ensuite, suivi l'évolution de la propagation de la flamme quand le câble est alimenté par une intensité de 32Aeq.

Comme dans la précédente étude, seule la formulation EVA /AP760 (80%w / 20%w) présente une propagation de la flamme. Nous observons également que l'évolution de la vitesse de propagation en position horizontale est équivalente à celle observée avec une gaine en EVA (figure 109). Par contre, le suivi de la vitesse de propagation de la flamme lorsque le câble est soumis à une intensité de 32Aeq en position verticale s'est avéré impossible. Comme dans l'étude précédente, nous observons la délamination de la gaine enflammée. Cependant, on remarque que la distance de délamination de la gaine enflammée est plus importante lorsque l'on applique une intensité de 32Aeq (figure 110). On explique ce résultat par l'augmentation de la vitesse de propagation de la flamme obtenue lorsque le câble est soumis un échauffement provoqué par effet joule.

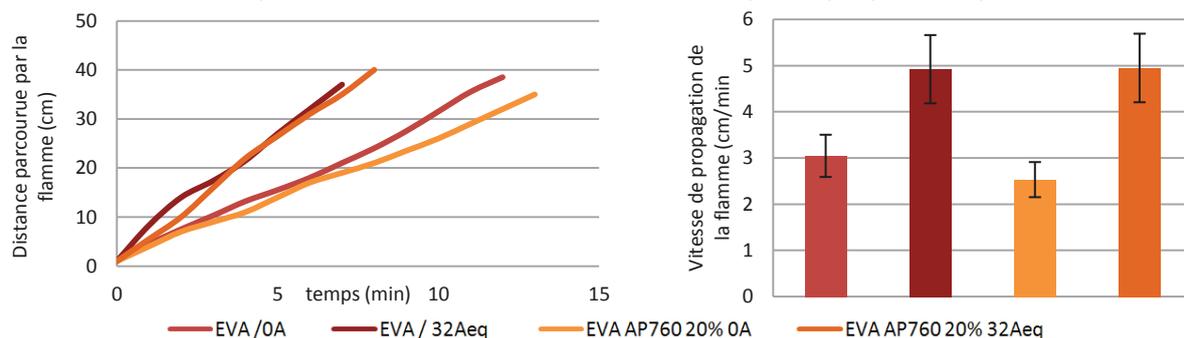


Figure 109 : Suivi de la vitesse de propagation de la formulation EVA / AP760 (80%w / 20%w) par rapport à l'EVA en position horizontale pour différentes intensités.

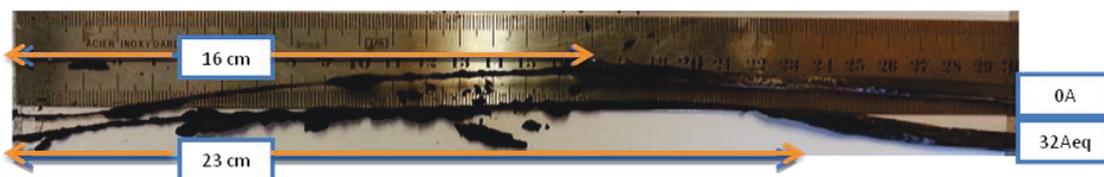


Figure 110 : Distance détruite par la flamme en configuration verticale avant délamination de la gaine enflammée en fonction de l'intensité appliquée pour une formulation EVA (80%w) / AP760 (20%w).

Les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, ne présentent pas de propagation de la flamme quand le conducteur est soumis à une intensité de 32Aeq. La formation de la céramique empêche la flamme de se propager le long du câble.

Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, nous observons, comme précédemment, la formation d'un bouclier carboné qui empêche la propagation de la flamme. Cependant, l'application d'une intensité de 32Aeq provoque la délamination du bouclier carboné (figure 111). Comme vu auparavant, lors de l'étude au cône calorimètre, l'application d'une intensité de 32Aeq va provoquer une évolution du gonflement et de la résistance du char.

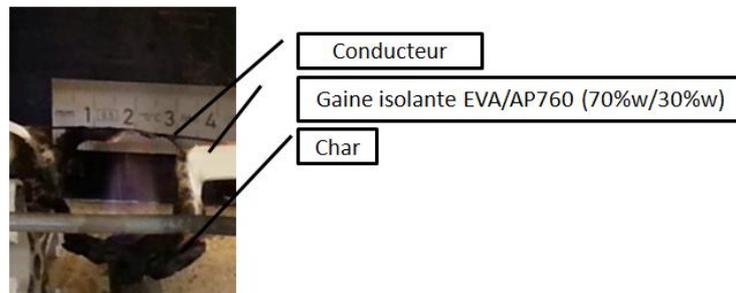


Figure 111 : Délamination du bouclier carboné pour un câble possédant une gaine isolante en EVA/AP760 (70%w / 30%w) sous une intensité de 32Aeq soumis à la flamme.

L'application d'une intensité de 60Aeq entraîne une évolution des propriétés mécaniques de la gaine au niveau du conducteur et provoque la délamination. En position horizontale et verticale, nous observons la délamination de la gaine isolante du conducteur pour les formulations d'EVA chargées d'AP760 à 20%w ou à 30%w. Pour ces formulations, nous ne visualisons pas de différence significative du temps de début de délamination avec celui observé avec l'EVA 28 vierge (figures 112 et 113). Pour les formulations EVA/ATH (35%w/65%w) et EVA/ATH/FB (35%w/60%w/5%w), nous remarquons une évolution du temps de délamination de la gaine isolante avec celui observé avec l'EVA 28 vierge (figures 112 et 113). L'évolution de la viscosité provoquée par le taux de charge élevé peut expliquer ce phénomène. En position horizontale la masse de la gaine isolante ajoute une contrainte supplémentaire et ne permet pas de discriminer les deux formulations. Le résultat le plus intéressant concerne l'étude en position verticale de ces formulations. Nous observons, dans cette configuration, une différence importante (figure 112). La présence de borate de zinc modifie le comportement de la gaine isolante lorsque celle-ci est soumise à un échauffement important. Comme nous avons rappelé à plusieurs reprises dans cette étude, le borate de zinc joue le rôle de liant en température [50]. La céramique formée est plus cohésive et empêche la délamination de la gaine isolante du conducteur pendant un temps minimum de 40 min. Cependant, nous observons une évolution de la dégradation de la gaine isolante qui à terme entraîne la mise à nu du conducteur (figure 114).

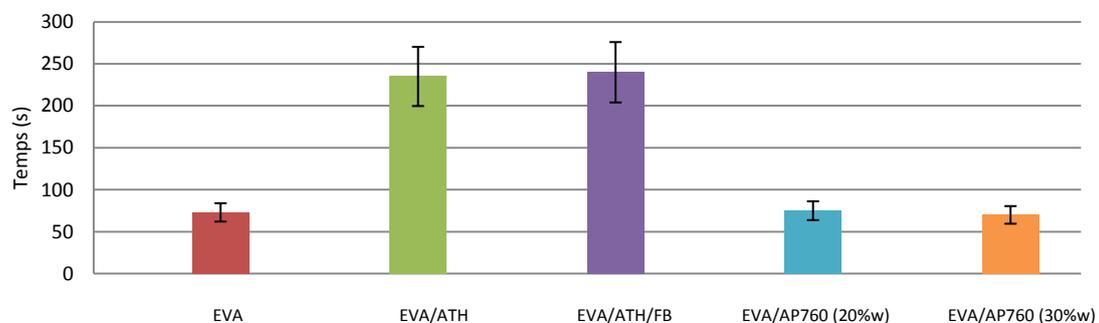


Figure 112 : Temps de délamination de différentes formulations de gaine isolante de câble électrique en position horizontal lorsque l'on applique une intensité de 60Aeq au conducteur.

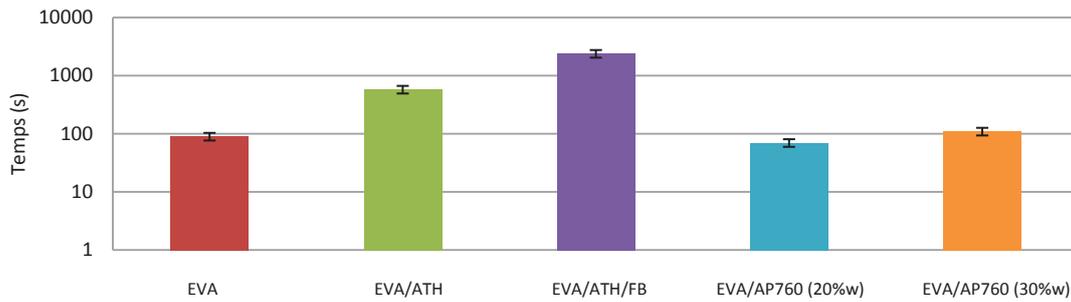


Figure 113 : Temps de délamination de différentes formulations de gaine isolante de câble électrique en position verticale lorsque l'on applique une intensité de 60Aeq au conducteur.

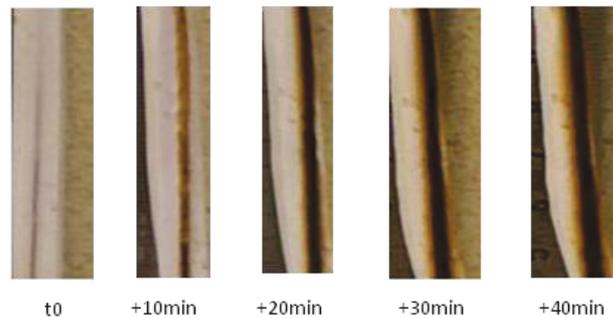


Figure 114 : Comportement d'une gaine isolante en EVA contenant de l'ATH (60%w) et du borate de zinc (5%w).

5. Conclusion.

Dans ce quatrième chapitre, nous avons développé une nouvelle méthodologie d'essai pour évaluer la réaction au feu de câble simulé soumis à différentes intensités de courant. Pour cela, nous avons élaboré les structures permettant la réalisation des essais et défini le diamètre de conducteur permettant la réalisation des échantillons. Une étude sur l'EVA 28 vierge, nous a permis de valider cette nouvelle méthodologie et de définir un protocole expérimental. Cette nouvelle méthodologie a ensuite été appliquée à différents matériaux ignifugés. Suite aux résultats obtenus avec les méthodologies d'essai lors de l'étude des formulations ignifuges, nous pouvons conclure que lorsqu'un câble est victime de l'incendie et soumis à aucun dysfonctionnement, les tests définis dans les normes sont suffisants. En effet, l'application d'une intensité nominale n'entraîne pas d'évolution de la réaction au feu des formulations.

Cependant, nous observons que l'application d'une intensité supérieure à l'intensité nominale peut entraîner une variation importante du comportement au feu de la formulation ignifuge (temps d'inflammation, vitesse de propagation, évolution du mode d'action des ignifugeants...).

Suite à ces résultats, nous avons décidé d'étudier également d'autres paramètres permettant une définition globale du comportement au feu de nos formulations utilisées comme gaine isolante de câble électrique. Nous avons donc élaboré de nouveaux modèles feu permettant d'étudier et de comparer l'allumabilité et la résistance à la flamme de nos formulations.

Chapitre 5 :
Elaboration de nouveau modèle feu
appliqué à des câbles simulés.

Dans le chapitre précédent, nous avons développé de nouvelles méthodologies expérimentales permettant de mesurer le potentiel de propagation de la flamme, la nature et la concentration des différents gaz dégagés lorsqu'une formulation est soumise à un scénario représentatif de la réalité. La caractérisation du comportement au feu des gaines de câble électrique ne se limite pas à une étude du débit calorifique, du dégagement occasionné lorsque les matériaux sont soumis à un incendie simulé et/ou à un dysfonctionnement et à la propagation de la flamme. En effet, comme nous l'avons précisé dans le premier chapitre de ce mémoire, de par leur nature et leur fonction les câbles électriques peuvent être la source d'ignition d'un incendie. Il est également important de souligner qu'ils jouent un rôle déterminant en cas d'incendie permettant le fonctionnement des mécanismes de sécurité.

La figure 115 décrit le déroulement d'un incendie causé par un dysfonctionnement de câble électrique. Il décrit les différents paramètres à étudier afin de caractériser globalement le comportement au feu des câbles électriques. Ces paramètres sont : l'allumabilité ou son potentiel d'auto inflammation (figure 115(2)), le potentiel de propagation du câble lorsque celui-ci est soumis à une source d'inflammation et la nature des gaz dégagés lors de la combustion de celui-ci (figure 115 (3)) et, la résistance au feu de la gaine isolante du câble électrique (figures 115 (4, 5, 6)).

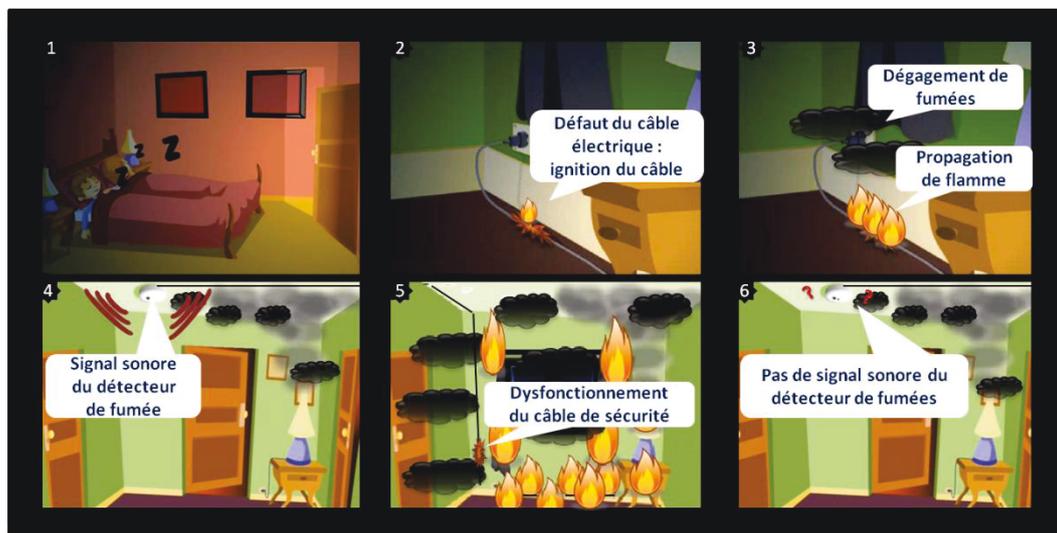


Figure 115 : Représentation d'un scénario d'incendie causé par un dysfonctionnement d'un câble électrique. (Source des images : <http://www.lalerteur.fr/index.php?id=13>).

Pour compléter notre étude du comportement au feu de la gaine isolante d'un câble électrique, il est donc nécessaire d'élaborer des méthodologies de test basées sur un nouveau modèle feu. Ces méthodologies devront permettre la comparaison du potentiel d'auto inflammation lorsque la gaine isolante est soumise à un échauffement par effet joule important et la résistance de celle-ci lorsqu'elle est soumise à la flamme.

Ce dernier chapitre expose l'élaboration de deux nouvelles méthodologies de test basées sur un nouveau modèle feu. Nous détaillerons, dans un premier temps, la démarche permettant le développement d'un test spécifique à l'échelle laboratoire pour le suivi de l'auto inflammabilité de la gaine isolante. Ce test permettra la comparaison du potentiel d'auto inflammation de différentes formulations. Nous présenterons, ensuite, la méthodologie développée permettant le suivi de la résistance à la flamme de la formulation utilisée comme gaine isolante de câble électrique.

1. Etude de l'allumabilité.

1.1. Définition d'un protocole de test.

Nous avons vu précédemment qu'un dysfonctionnement (surintensité, dégradation du conducteur...) entraînant le passage d'un courant important était susceptible de provoquer

l'inflammation de la gaine isolante. L'objectif de ce test est de simuler le dysfonctionnement d'un câble électrique provoquant l'inflammation de la gaine isolante.

Pour élaborer ce test, plusieurs essais ont été effectués :

Le premier essai consistait à simuler le défaut d'un multibrin avec une diminution du nombre de brins. L'application d'une forte intensité provoque un échauffement important occasionné par effet joule et provoque la dégradation du matériau. Dans cet essai, la température élevée cause, en théorie, le sectionnement du conducteur et entraîne l'apparition d'un arc qui enflamme les gaz de dégradation du matériau (figure 116).

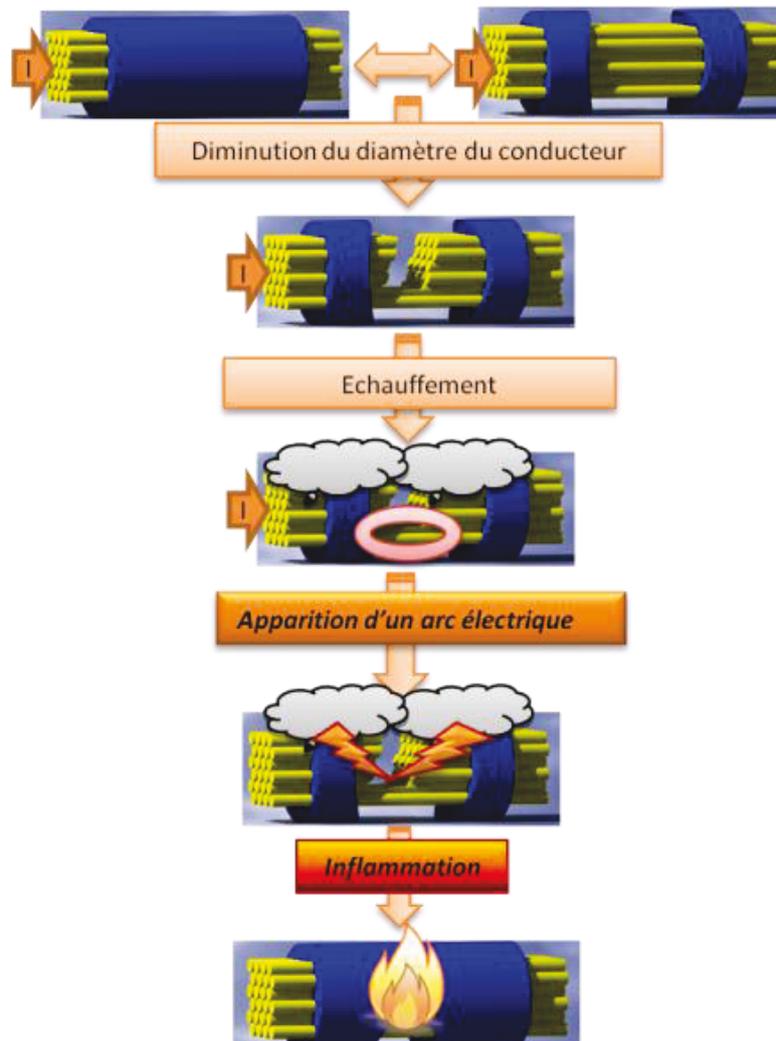


Figure 116 : Scénario théorique d'auto inflammation d'un câble électrique par apparition d'un arc électrique.

En réalité, avec ce test, la comparaison du potentiel d'allumabilité des formulations est impossible. En effet, l'apparition de l'arc électrique est aléatoire (figure 117). Celui-ci peut se former lors de la mise sous tension, avant la dégradation du matériau, ou ne se situe pas dans la zone qui permet l'inflammation des gaz causée par la dégradation du matériau. Les essais ne sont donc pas répétables et donc ne sont pas exploitables.

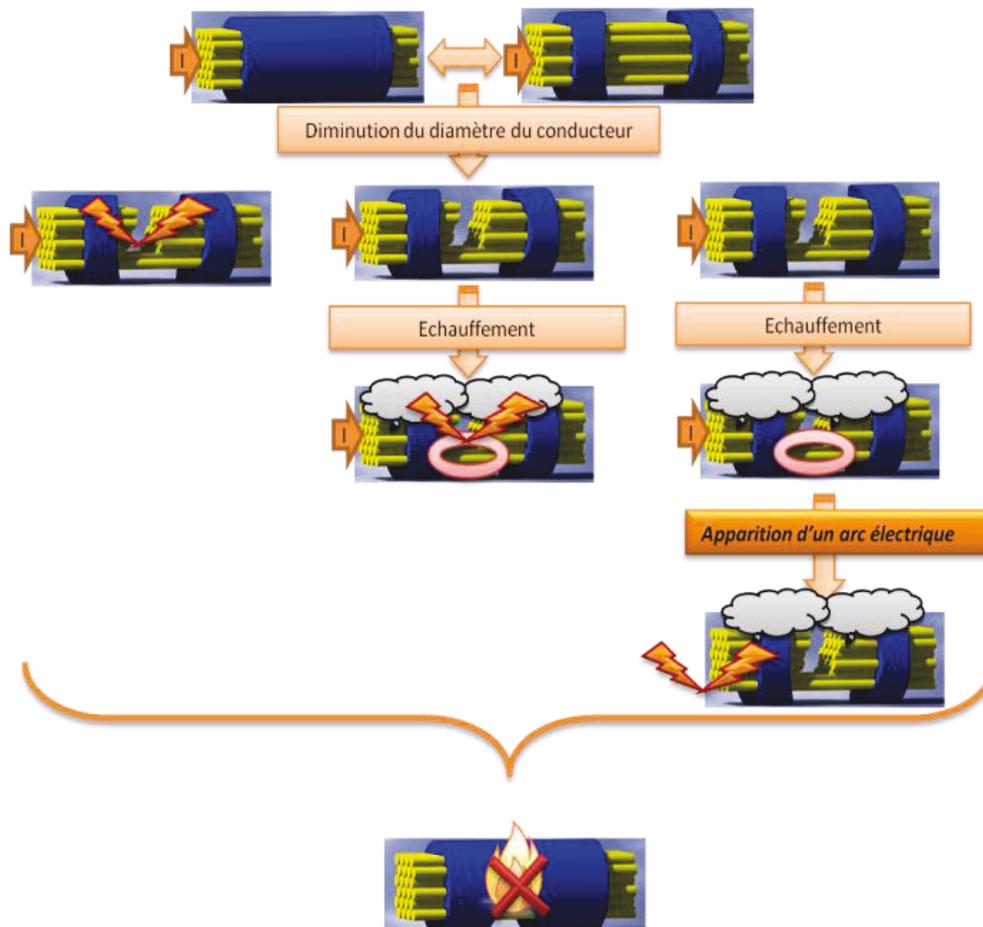


Figure 117 : Expérimentation du scénario d'étude de l'allumabilité par apparition d'arc électrique.

En se basant sur la norme UL 746C (Hot wire index) [40], nous avons élaboré un second test. Celui-ci consiste à soumettre l'échantillon à un échauffement important sans formation d'arc électrique (figure 118). Pour réaliser les essais, nous avons élaboré un montage permettant la réalisation de ce test (figure 119).

Plusieurs essais ont été nécessaires afin de définir le diamètre du conducteur et l'intensité à appliquer à celui-ci. Celle-ci devait produire un échauffement suffisant pour provoquer l'inflammation de l'échantillon et le conducteur devait être suffisamment résistant pour supporter la température sans rupture du conducteur et donc sans formation d'arc électrique.

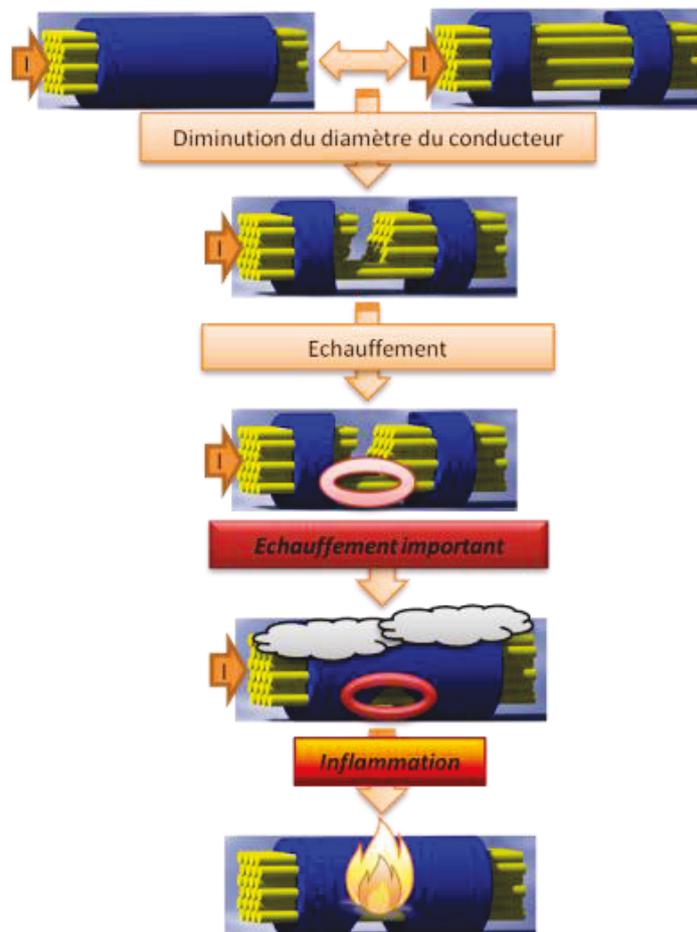


Figure 118 : Scénario théorique d'auto inflammation du scénario d'étude de l'allumabilité par échauffement important.

Les résultats des expériences ont permis de définir les caractéristiques suivantes pour ce test : un conducteur de diamètre de 0.85 mm et une intensité de 49A. Dans ces conditions, on observe le rougeoiement du fil de cuivre qui fini au bout d'un certain temps à casser.

Le mode opératoire pour l'étude de l'allumabilité est détaillé en *annexe 5*.

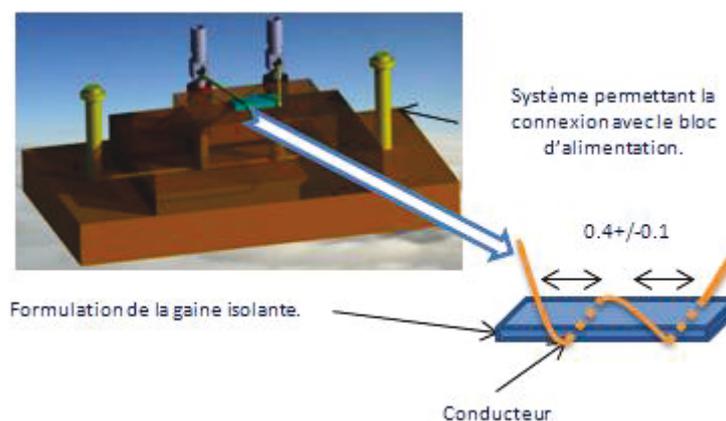


Figure 119 : Structure permettant l'étude de l'allumabilité des formulations.

En se basant sur les mêmes hypothèses que précédemment (calcul des intensités équivalentes chap.4§2), une intensité de 49A sur un conducteur de 0.85 mm provoque un échauffement équivalent à l'application d'une intensité de 15.3A sur un conducteur de 0.266 mm (qui correspond à un brin d'un câble multibrin de 1.5 mm²).

Nous avons ensuite étudié la reproductibilité du temps nécessaire à l'inflammation de l'EVA 28 vierge.

Un échantillon d'EVA 28 vierge, s'enflamme dans une moyenne de 57s avec un écart de plus ou moins 7 secondes (figure 120). Suite à ces résultats, on définit l'intervalle d'erreur pour ce test à plus ou moins 15%. Après inflammation, nous remarquons systématiquement la rupture du conducteur (entre 1 s et 3 s) après inflammation.

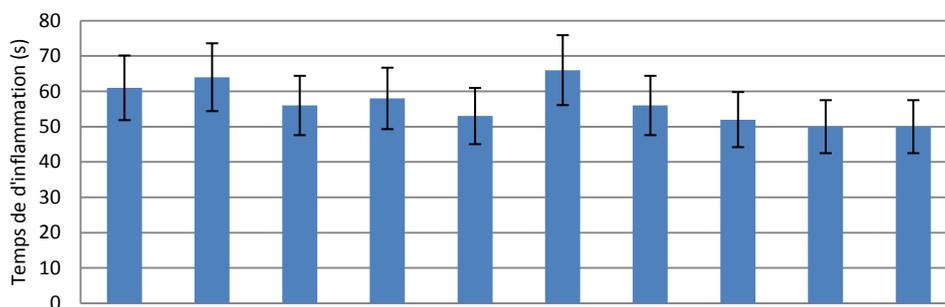


Figure 120 : Temps nécessaire pour l'inflammation d'un échantillon en EVA selon les conditions d'essais spécifiés.

Après avoir établi le protocole de test permettant la réalisation de l'étude de l'allumabilité, nous avons appliqué ce protocole à nos formulations ignifuges utilisées dans notre étude.

1.2. Etude des formulations.

Lors de l'application du protocole de test, nous nous sommes tout d'abord intéressés à la reproductibilité des essais. Nous observons un écart inférieur ou égal à 15 % pour les temps d'inflammation des formulations EVA/AP 760 chargées à 20%w et 30%w. Le temps d'inflammation de la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w au vue des écarts de répétabilité du test n'est pas différent de celui mesuré pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w (tableau 21). Les deux formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB, comme lors du test au cône calorimètre sans ignition forcée, ne s'enflamment pas. Nous observons pour les formulations contenant de l'ATH, la rupture du conducteur entre 3 min et 5 min. Celle-ci est provoquée par l'échauffement très important causé par l'application d'une intensité de courant élevée. Pour la formulation EVA/AP760 chargée à 20%w, comme pour l'EVA, nous observons la rupture du conducteur en cuivre juste après inflammation. Par contre pour la formulation EVA/AP760 chargée à 30%w, la rupture du conducteur en cuivre ne s'effectue pas juste après l'inflammation du composé (temps > à 10 s). La formation du bouclier carboné entraîne une réduction des transferts de chaleur et retarde la rupture du conducteur.

Tableau 21 : Résultats obtenus pour l'étude de l'allumabilité.

Formulations	Temps d'inflammation (seconde)	Remarques	
EVA	57 +/- 8		
EVA/ATH	/	Développement d'une céramique	Pas d'inflammation
EVA/ATH/FB	/	Développement d'une céramique	Pas d'inflammation
EVA/AP760 (20%w)	124 +/- 18	Faible développement d'un char	
EVA/AP760 (30%w)	166 +/- 25	Développement important d'un char	

On remarque, lors de ce test, deux comportements bien différenciés selon le mode connu des ignifugeants : le développement d'une céramique pour les formulations contenant de l'ATH et la formation d'un bouclier carboné pour la formulation contenant 30%w d'AP760 (figure 121). Pour la formulation contenant 20%w d'AP760, on observe le début de formation d'un bouclier carboné mais l'expansion de celui-ci est très faible.

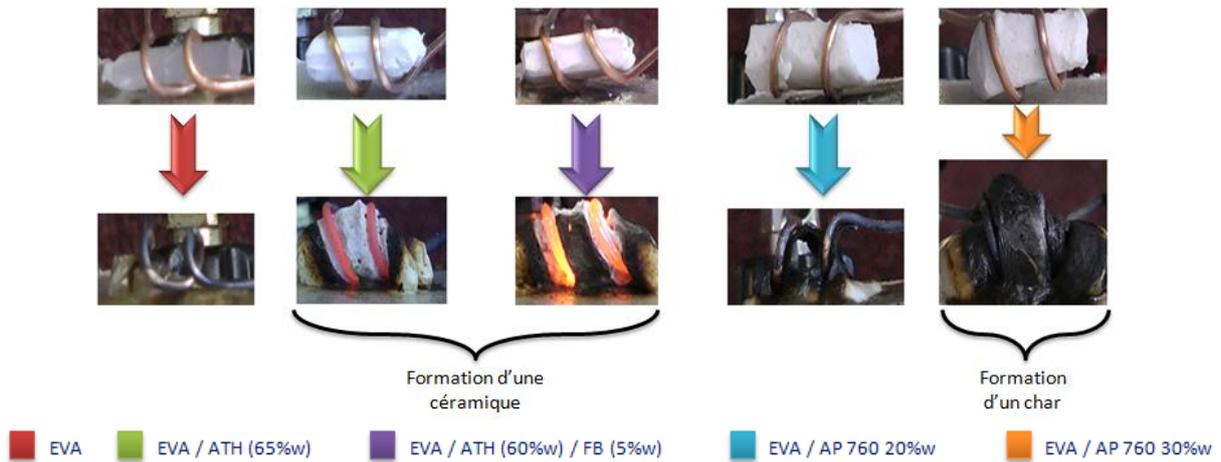


Figure 121 : Photos des échantillons avant et après le test d'allumabilité.

2. Etude de la résistance à la flamme.

2.1. Définition d'un protocole de test.

L'étude de la résistance à la flamme est importante quand on caractérise le comportement au feu des câbles électriques. En effet, lorsqu'ils sont victimes d'un incendie, la destruction de la gaine peut provoquer, par exemple, un contact intime entre la phase et le neutre provoquant le passage d'une intensité très importante [75]. Cette forte intensité peut provoquer l'arrêt des systèmes de sécurité et entraîner un risque pour la prévention et l'évacuation des personnes. De plus, l'application d'une intensité importante peut augmenter la vitesse de propagation de la flamme ou encore conduire à la délamination de la gaine isolante du conducteur. Celle-ci pouvant engendrer un second départ d'incendie ou être un risque d'électrocution pour les personnes en train d'évacuer les locaux et les secours. Pour notre étude de la résistance à la flamme, plusieurs essais ont été effectués afin de déterminer quelles étaient les caractéristiques du test qui permettaient de créer un court-circuit. Nous nous sommes rendu compte que la présence seule de la flamme ne permettait pas un contact intime entre les conducteurs, et que la tension utilisée ($U_{max}=15V$) n'est pas suffisante pour amorcer l'apparition d'un arc électrique entre les deux conducteurs [76]. Pour des raisons de matériel et de sécurité, nous n'avons pas effectué de test avec une tension supérieure à 15V [77]. Pour pallier à ces différents constats, nous avons installé un conducteur reliant les deux câbles au niveau de la flamme. La mise sous tension du système permet le passage d'une intensité très faible ($<0,1A$), limitée par la résistance placée en série. Lorsqu'un court-circuit se produit, on observe une augmentation de l'intensité parcourant les conducteurs (figure 122). Pour nos essais, nous avons décidé pour mesurer le temps de court-circuit, de régler l'intensité de courant à 5A. L'intensité définie pour ce test ne sert que d'indicateur. Le temps de résistance au feu ou temps de court-circuit mesuré correspond à la variation de l'intensité (passage de 0A à 5A) après application de la flamme aux câbles.

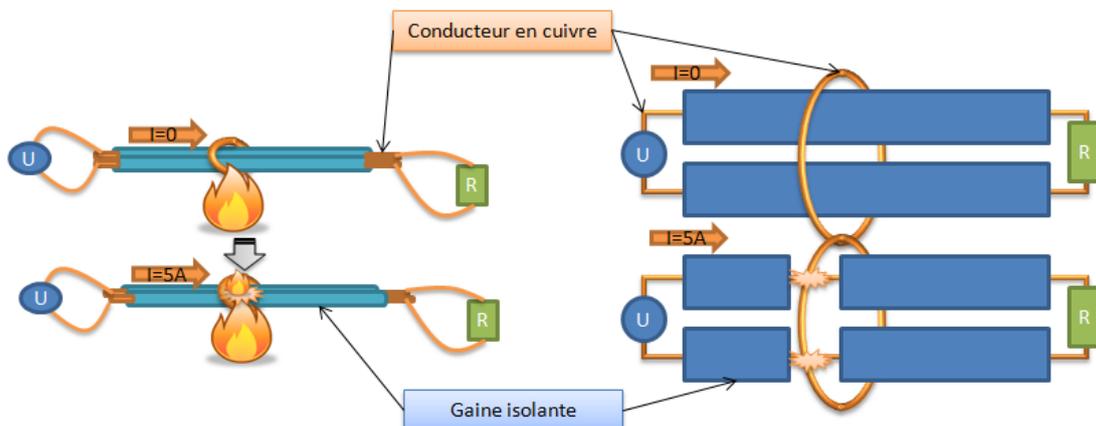


Figure 122 : Schémas représentant l'étude de la résistance au feu.

Pour réaliser les essais permettant d'étudier la résistance à la flamme des câbles électriques, nous avons conçu un module complémentaire s'adaptant à la structure de l'étude de la propagation de la flamme (figure 123). Nous avons relié les deux câbles entre eux à l'aide d'une résistance importante. Celle-ci est incluse dans le bloc d'alimentation (*annexe 5*).

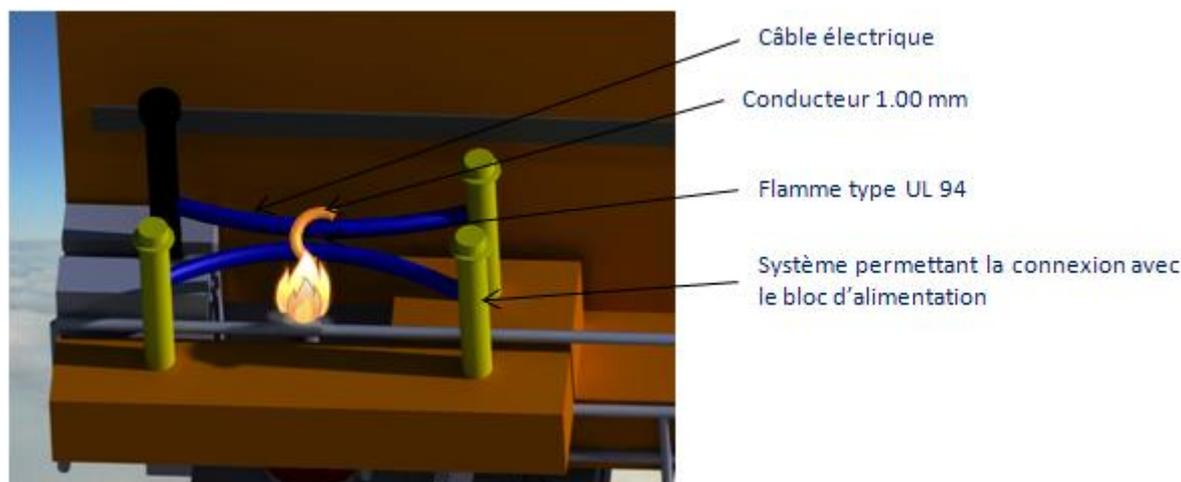


Figure 123 : Module permettant l'étude de la résistance à la flamme des formulations.

Nous avons ensuite, suivi le temps d'apparition du court-circuit quand un câble simulé ayant une gaine isolante en EVA était soumis à une flamme (caractéristique de la flamme cf. *annexe 2*) et avons étudié la répétabilité de ce test. Le temps de court-circuit est de l'ordre de 21 s à plus ou moins 3 s (figure 109). Suite à ces résultats, on définit l'intervalle d'erreur pour ce test à plus ou moins 15%. Le mode opératoire pour l'étude de la résistance à la flamme est détaillé en *annexe 6*.

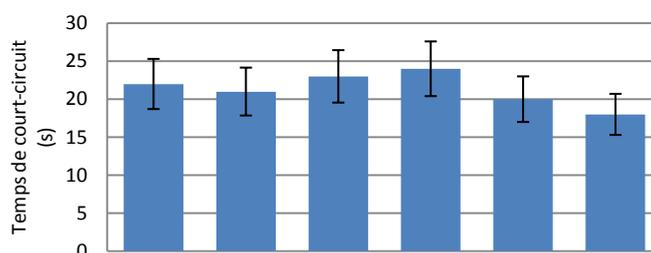


Figure 124 : Temps de court-circuit d'un câble en EVA soumis à la flamme.

2.2. Etude des formulations ignifuges.

Suite au protocole de test, nous avons étudié la résistance à la flamme des formulations ignifuges (tableau 22). Les formulations à base d'ATH ne provoquent pas de court-circuit. La céramique formée lors de la dégradation de la gaine isolante ne permet pas de contact intime entre les conducteurs (figure 125). Par contre, nous n'observons pas, lors de ce test, de différence entre les formulations EVA/ATH et EVA/ATH/FB. En ce qui concerne les formulations contenant de l'AP760, on observe une différence significative entre celle chargée à 20%w et celle chargée à 30%w. La formulation EVA/AP760 chargée à 20%w résiste mieux à la flamme que l'EVA. Le court-circuit résultant de la dégradation de la gaine isolante apparaît en moyenne après 90 s après l'application de la flamme, contre 21 s pour l'EVA. La formulation EVA/AP760 chargée à 30%w développe au contact de la flamme un bouclier carboné qui permet, comme les formulations chargées d'ATH, de tenir plus de 30 minutes sans provoquer de court-circuit (figure 125). Lors des tests préliminaires, nous avons testé les formulations 1 heure, mais nous n'avons pu discriminer les différentes formulations EVA/ATH, EVA/ATH/FB et EVA/ATH/AP760 (30%w).

Suite aux essais préliminaires, un temps maximal de 30 minutes a été défini pour le test. Nous ne visualisons pas d'évolution de l'état de dégradation de la gaine isolante au-delà d'une vingtaine de minutes. Suite à cette observation, nous avons ajouté une marge de 10 minutes supplémentaires.

Les résultats obtenus, lors des essais, montrent la limite de ce test. Celui-ci permet de visualiser la tenue de la gaine isolante de la flamme mais ne permet pas de discriminer toutes les formulations ignifuges. Ce test ne prend pas en compte un paramètre important qui est la résistance des modes d'action (céramique ou bouclier carboné) lors des essais et qui permettra sûrement de discriminer les formulations ignifuges.

Tableau 22 : Résultats obtenus pour l'étude de la résistance au feu.

Formulations	Temps de court-circuit (seconde)	Remarques	
EVA	21 +/-		
EVA/ATH	/	Développement d'une céramique	Pas de court-circuit
EVA/ATH/FB	/	Développement d'une céramique	Pas de court-circuit
EVA/AP760 (20%w)	75 +/- 11	Faible développement d'un char	
EVA/AP760 (30%w)	/	Développement important d'un char	Pas de court-circuit

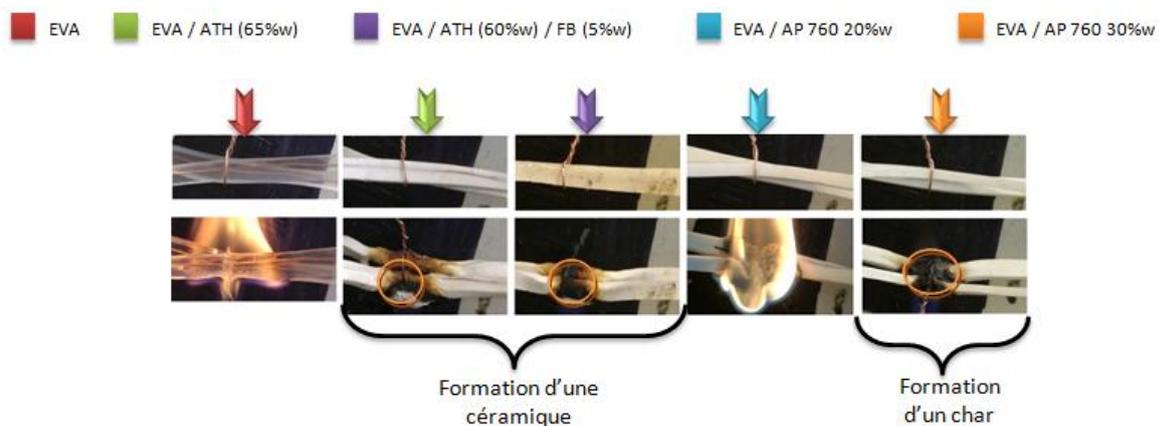


Figure 125 : Photos des échantillons avant et pendant la mise à la flamme.

3. Conclusion.

Dans ce chapitre, nous avons élaboré deux méthodologies de test basées sur un nouveau modèle feu. Celles-ci complètent l'étude du comportement au feu des formulations ignifuges. Le test d'allumabilité permet la comparaison du potentiel d'allumabilité de formulation ignifuge dans des conditions spécifiées. Il justifie si l'ajout d'un additif ou l'augmentation de la charge influence l'allumabilité du matériau. Le test de résistance est ici destiné plus particulièrement aux gaines des câbles électriques dits de « sécurité ». Ce test peut être utilisé pour suivre la résistance de câble simulé lorsqu'ils sont soumis à une flamme. Cependant, ce test nécessite une adaptation permettant d'inclure l'évolution de la résistance du mode d'action pendant le test. Ces deux méthodologies permettent également de visualiser le mode d'action des ignifugeants : la formation d'une céramique pour les formulations contenant de l'ATH et le développement d'un bouclier carboné pour les formulations contenant de l'AP760 avec une évolution de l'expansion de celui-ci en fonction de la concentration de la charge.

Conclusion générale.

Les câbles électriques sont une source possible d'ignition d'incendie et sont surtout un vecteur de propagation important de celui-ci. C'est pour cette raison qu'il est impératif de développer des formulations ayant un comportement au feu amélioré pour les gaines isolantes afin de garantir la sécurité des personnes et des biens. Pour répondre à cet impératif, il est nécessaire d'évaluer le potentiel d'ignition et de propagation des câbles électriques. De nos jours, pour satisfaire aux exigences liées à la sécurité incendie, de nombreux industriels s'orientent vers des formulations de gaines électriques sans halogène. Actuellement, la normalisation ne prend pas en compte, lors de l'étude du comportement au feu des câbles électriques, la mise sous tension et l'effet participatif de différents dysfonctionnements provoquant le passage de courant important. Certes, nous avons observé lorsque le câble était parcouru par une intensité dite nominale, aucune différence significative vis-à-vis de son comportement au feu. Cependant, lorsque le câble est responsable ou victime d'un incendie, une des causes ou conséquences observées est le passage, dans le câble électrique, d'une intensité supérieure à l'intensité nominale. Afin d'évaluer le comportement au feu de formulation ignifuge, il convient de tester celle-ci dans des situations conventionnelles représentatives de la réalité afin de visualiser le comportement au feu des câbles électriques soumis à différents scénarios. L'objectif a été le développement de nouvelles méthodologies de test permettant la caractérisation au feu de câble simulé. Ces méthodologies de test consistent à la mise sous tension des échantillons lors des tests basés sur un modèle feu connu et à l'élaboration de méthodologie de test basée sur de nouveau modèle feu. Dans ce mémoire, nous avons établi différents scénarios représentatifs de situation réelle permettant, par une étude sur un matériau vierge, de définir différents protocoles de test. Une étude préliminaire a permis d'élaborer un système permettant de simuler au laboratoire des câbles électriques simples. Les méthodologies de test basées sur un modèle feu connu consistent à l'adaptation du protocole de test au cône calorimètre couplé FTIR et du test petite échelle permettant le suivi de la propagation de la flamme. Celles basées sur un nouveau modèle feu permettent de comparer le potentiel d'auto inflammation de la formulation ignifuge et de suivre la résistance au feu du câble lorsqu'il est soumis à la flamme. La nouvelle méthodologie basée sur un modèle feu existant permet de tester des câbles électriques simulés soumis à différentes intensités de courant représentatives de la réalité.

L'adaptation du test au cône calorimètre/FTIR permet de placer l'échantillon dans un scénario d'incendie déclaré et de suivre le débit calorifique, le temps d'inflammation, la nature et la concentration des gaz dégagés. L'adaptation du test petite échelle mesurant la vitesse de propagation de la flamme, permet de suivre la vitesse de propagation en fonction du scénario. L'étude de l'allumabilité permet la comparaison du potentiel d'allumabilité des différentes formulations. Nous visualisons, également avec ce test, l'évolution de la formulation lorsque celle-ci est soumise à une intensité importante. L'étude de la résistance à la flamme permet de tester les différents modes d'action des ignifugeants (formation d'une céramique, développement d'une intumescence). Ce protocole permet de suivre la résistance de la gaine exposée à la flamme et l'apparition ou non d'un court-circuit.

A l'aide des protocoles de test établi, nous avons étudié différentes formulations présentant une amélioration du comportement au feu. L'étude de formulations ignifuges dans ce mémoire est double. Dans un premier temps, elle a permis de valider notre protocole de test en vérifiant la reproductibilité des essais, et dans un second temps de visualiser le comportement des formulations lorsqu'elles sont soumises à différents scénarios feu. Lors de l'application des méthodologies de test aux formulations ignifuges, nous avons visualisé l'impact des ignifugeants en formulation avec l'EVA selon différents scénarios représentatifs de la réalité.

Une charge importante d'hydroxyde d'aluminium (ATH) permet d'améliorer de façon significative le comportement au feu de l'EVA. L'ajout de cette charge permet d'améliorer la réaction du matériau lorsqu'il était soumis à un scénario incendie. Elle entraîne également la diminution de la propagation de la flamme, du temps de délamination de la gaine du conducteur en cuivre lorsque celle-ci était soumise à une intensité importante (60Aeq). De plus, cette formulation ne s'auto enflamme pas dans les conditions du test et améliore la résistance du matériau à la flamme ne permettant pas la formation d'un court-circuit lors du test.

Lors des différents tests, nous avons remarqué que l'ajout de borate de zinc dans une formulation EVA/ATH, permet d'améliorer le comportement au feu de la formulation. Celui-ci permet, lorsque l'échantillon est soumis à une très forte intensité, de retarder l'inflammation du matériau. Il empêche la délamination de la gaine isolante du conducteur en position verticale pendant une durée de 40 minutes minimum ne provoquant pas ainsi la mise à nu du conducteur.

L'ajout de polyphosphate d'ammonium à 20%w ou 30%w entraîne également une amélioration du comportement au feu de l'EVA. Lors des différents tests, nous avons vu l'impact de la quantité de polyphosphate d'ammonium dans la formulation ignifuge. Une quantité de 20%w d'AP760, même si elle permet d'améliorer le comportement au feu du matériau, ne provoque pas de diminution significative de la vitesse de propagation de la flamme et du temps de délamination de la gaine lorsque l'on applique au câble une intensité très importante. Une charge de 20%w d'AP760 entraîne cependant une amélioration de l'auto inflammabilité et de la résistance à la flamme. Une quantité d'AP760 de 30%w dans l'EVA provoque une amélioration supérieure du comportement du matériau lorsque celui-ci est soumis à un scénario d'incendie déclaré par rapport à une quantité d'AP760 de 20%w. Une quantité de 30%w d'AP760 provoque une diminution significative de la vitesse de propagation de la flamme. En ce qui concerne le potentiel d'auto inflammabilité, la quantité d'AP760 n'influence pas le temps d'inflammation du composé, par contre une quantité d'AP760 de 30%w ne cause pas l'apparition d'un court-circuit lors du test de résistance selon le protocole défini. Pour les deux formulations contenant de l'AP760, nous n'avons, par contre, pas observé d'amélioration du temps de délamination par rapport à celui mesuré pour le matériau vierge. Nous avons également constaté lors de cette étude, l'évolution du mode d'action de la formulation en fonction du scénario utilisé. Nous avons observé la variation de l'intumescence du composé et de la résistance du bouclier charbonné en fonction de la quantité d'AP760 et du scénario. En effet, l'application d'une intensité de 32Aeq va provoquer une diminution du développement de l'intumescence et de la résistance du bouclier charbonné.

Les tests peuvent être utilisés séparément pour comparer des formulations. Mais l'application d'un protocole global permet un visuel du comportement au feu de la formulation utilisée comme gaine isolante dans le domaine de la câblerie.

Ce mémoire a permis le développement de nouveaux tests feu permettant de caractériser le comportement de différentes formulations utilisées comme gaine isolante de câble électrique lorsqu'ils sont alimentés. Ces tests ont la particularité de permettre l'étude du comportement feu d'échantillon sous tension. La mise sous tension de câbles lors de test permettant leurs caractérisations de leurs comportements au feu est novateur car cela n'a jamais été effectué par le passé et n'est pas pris en compte dans la normalisation actuelle.

Lors de notre étude, nous avons validé les différentes méthodologies de test développé dans ce mémoire. Ceux-ci ont été validés par une étude de répétabilité des essais sur un matériau vierge et en comparant les différentes données fournies dans la littérature sur les différents mécanismes des ignifugeants. Ils est également important de souligner que nos différents protocoles de test nous ont permis de discriminer les formulations entre elles, permettant de voir si l'action d'un agent de synergie ou de visualiser l'impact de la quantité de charge entraînait une évolution de comportement au feu de la formulation.

Perspectives

Le but de ce projet a été l'élaboration à l'échelle laboratoire de test d'évaluation du comportement au feu des gaines isolantes de câble électrique basse tension. Ce projet a été développé afin d'élaborer et d'optimiser des formulations ignifuges pour la câblerie basse tension.

Afin de compléter cette étude, il serait utile d'effectuer l'étude de la propagation de la flamme et de la résistance à la flamme sur un câble industriel. Celle-ci permettra de visualiser si la différence de réalisation entre le câble industriel et celui réalisé au laboratoire est significatif vis-à-vis du comportement au feu. De même, il serait intéressant de définir, à l'aide de formulations 'modèles' dont on connaît la propagation, l'allumabilité et la résistance au feu, les correspondances entre les tests normés et les protocoles décrits dans ce mémoire. Comme vu précédemment, d'autres études ont été menées afin d'appliquer des scénarios et tester dans des conditions réelles les câbles électriques. Le montage développé dans cette étude a la particularité d'être évolutif. Dans l'avenir, il pourra aisément s'adapter afin d'étudier des câbles mis sous tension et placés dans un environnement spécifique. On pourra par exemple faire évoluer la convection dans l'enceinte où se trouve le câble, ajouter diverses contraintes comme simuler un câble enterré ou un câble pris dans entre deux parois. Les tests développés peuvent également être utilisés pour tester d'autres matériels électriques comme : les prises électriques ou les différents connecteurs (domino, borne de jonction).

Pour le test de résistance à la flamme, nous n'avons pas appliqué de vibration ni de chocs mécaniques lors des essais. Pour se rapprocher des conditions réelles, comme dans le cas de câble présent dans le domaine automobile ou encore sur diverses machines industrielles, il sera nécessaire d'adapter le module pour appliquer cette contrainte supplémentaire. Il est également possible avec notre montage d'effectuer une autre étude de la résistance du câble en utilisant le cône calorimètre. Celle-ci permettra de suivre l'apparition d'un arc électrique lorsque l'on soumet l'échantillon à un flux radiatif représentant un scénario feu. Par contre, elle nécessitera une alimentation qui délivre une tension plus importante. Cette augmentation de la tension sera à définir avec différents essais. Si celle-ci est supérieure à 50V, elle entraînera en fonction de l'intensité appliquée un risque pour l'utilisateur plus important que les protocoles de test définis précédemment. Le montage pour la nouvelle étude de la résistance à la flamme correspond au schéma ci-dessous. Il sera nécessaire, pour la fabrication des échantillons d'utiliser le moule développé pour le test au cône calorimètre.

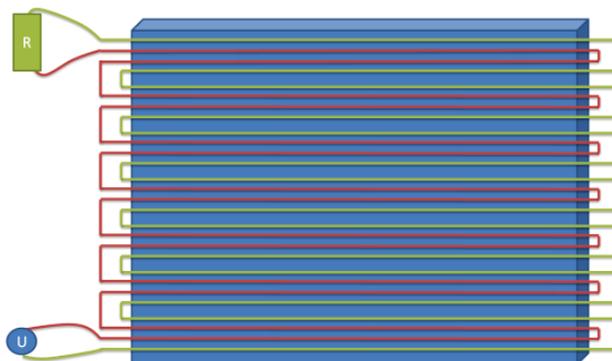


Figure 126 : Schéma de l'étude de la résistance au cône calorimètre.

Le moule pour la fabrication de plaque 100 x 100 x 3 mm pourra également être utilisé lors d'étude au cône calorimètre pour suivre l'évolution de la température lors des essais. Il suffira d'insérer des thermocouples à la place des conducteurs.

En utilisant le montage de l'étude de la propagation et en remplaçant l'alimentation continue par une alimentation alternative à fréquence variable, il sera possible d'étudier les effets de relaxation sur la gaine isolante et du cisaillement à l'interface conducteur/ gaine isolante. Il sera également possible d'inclure une étude de vieillissement et de voir l'impact de l'application de différentes intensités avec diverses fréquences sur le comportement au feu du câble.

La suite de ce mémoire serait de caractériser le comportement au feu de différentes formulations classiques comme des câbles en PVC à l'aide des différents tests développés ici. Une étude complète pourrait permettre d'adapter les différents tests à échelle intermédiaire ou grande échelle afin d'affiner les résultats obtenus. L'objectif final étant d'aboutir à une nouvelle normalisation permettant de caractériser le comportement au feu des câbles basse tension selon différents scénarios représentatifs de la réalité.

Annexe 1 :
Mode opératoire :
Mise en forme des échantillons pour
l'évaluation du comportement au feu
des gaines de câble électrique.

1. Matériel.

Il existe deux moules spécifiques selon le type d'échantillon désiré :
Le moule permettant d'obtenir une plaque d'échantillon de dimension 520 x 100 x 3 mm.
Le moule permettant d'obtenir une plaque de 100 x 100 x 3 mm.

Comme le montre la figure ci-dessous, chaque moule se compose de :

- Deux plaques principales en aluminium de dimension adaptée à la taille des échantillons.
- Deux barres en acier d'épaisseur de 3 mm permettant de définir l'épaisseur de l'échantillon.
- De 4 tiges métalliques permettant de guider l'ensemble.

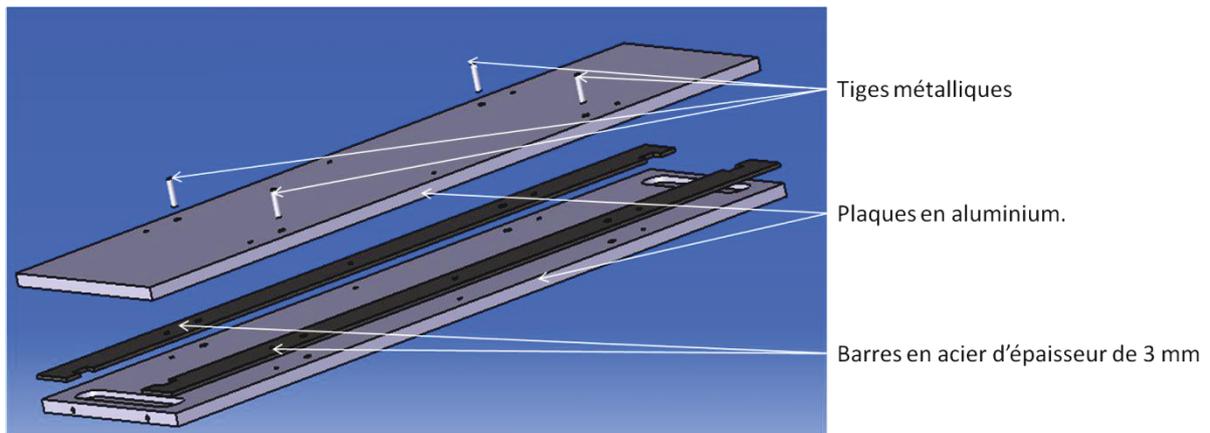


Figure A1.1 : Schéma représentant le moule spécifique pour la réalisation d'échantillon.

S'ajoute deux tendeurs (figure A3.2) et deux guides (figure A3.3) communs aux moules.
Les tendeurs et les guides maintiennent le conducteur tendu et au milieu de la plaque permettant d'obtenir un enrobage de celui-ci par la formulation.

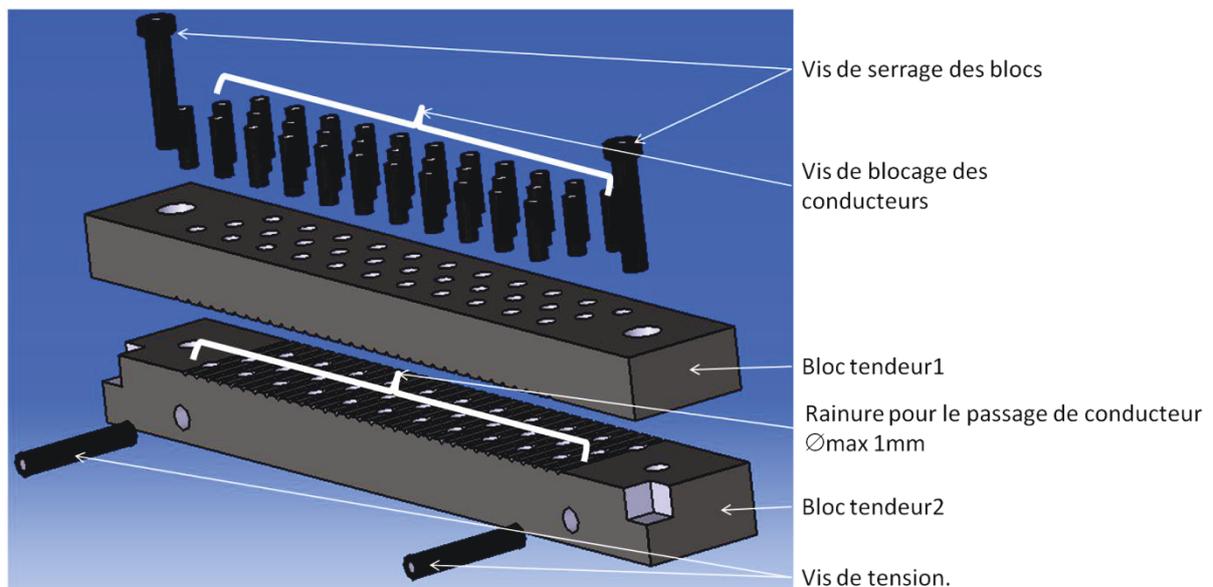


Figure A1.2 : Schéma représentant un tendeur.

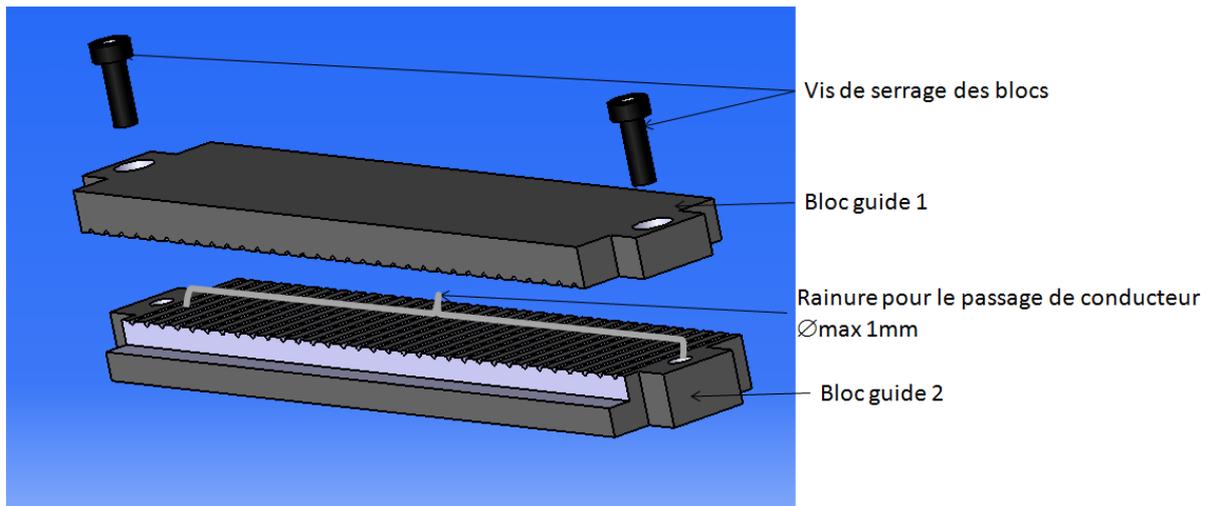


Figure A1.3 : Schéma représentant un guide.

2. Mode opératoire.

Dans un premier temps, il faut monter partiellement le moule (figure A3.4) en y intégrant une feuille de téflon entre la plaque en aluminium et les barres métalliques (non présentée sur la figure ci-dessous).



Figure A1.4 : Montage partiel du moule.

- Placer ensuite les 4 tiges métalliques afin de maintenir l'ensemble.
- Enlever, à l'aide de papier à poncer, la fine couche de polymère présent sur le cuivre.
- Placer le conducteur dans les rainures opposées des guides et des tendeurs.
- Sur un des tendeurs bloquer le conducteur à l'aide d'une vis de blocage.
- Exercer une tension manuelle du conducteur et bloquer l'autre extrémité de celui-ci avec la seconde vis de blocage.
- Répéter l'opération autant de fois que nécessaire selon le type d'échantillon désiré.
- Une fois tous les conducteurs installés, utiliser les 4 vis de tension afin de tendre les conducteurs dans le moule.

Remarque : Entre chaque échantillon (hors échantillon pour le cône calorimètre), il convient de séparer les conducteurs d'un espace afin de pouvoir les séparer plus aisément par la suite.

- Ajouter la formulation de façon homogène au niveau des conducteurs.

- Placer une feuille de téflon et la plaque en aluminium par-dessus afin de fermer le moule (faire en sorte que celui-ci soit bien aligné avec les guides et les tiges métalliques).
- Utiliser la presse selon les conditions définies selon le type de formulation. Attention lors de l'utilisation de la presse, il est important de ne pas appliquer une pression trop importante dès le début. Il est nécessaire d'effectuer une mise en température du moule afin d'entraîner un ramollissement de la formulation.
- Une fois le temps de presse passé (environ 10 à 15 min selon la formulation), enlever le moule de la presse, utiliser de nouveau les 4 vis de tension afin de tendre les conducteurs à chaud (en évitant la rupture du conducteur).
- Laisser le moule refroidir et démouler l'échantillon.

3. Nettoyage.

Le nettoyage du moule est nécessaire après chaque manipulation, particulièrement pour les guides et les tendeurs.

Il faut au préalable enlever les vis de blocage afin de désolidariser les deux blocs ce qui permettra de nettoyer les éléments.

Annexe 2 :
Caractérisation de la flamme du
brûleur.

Pour caractériser notre flamme, on s'est basé sur la méthode de caractérisation d'une flamme de type UL 94, soit une flamme bleue de 20 mm, provoquant une montée de 600°C (entre 100°C et 700°C) en 42 s plus ou moins 3 s. Pour la montée en température, on utilise un thermocouple de type k possédant un plot de cuivre (réf. UL049-4). Cette montée en température correspond à un flux thermique de 50 W [78]. On utilise, pour les différents tests, du méthane. Le débit de gaz est réglé à l'aide d'un débitmètre Brooks® qui permet la régulation du débit.

Suite aux expérimentations à l'aide d'un brûleur, on a défini un débit de 200 ml/min qui correspond pour notre montage à une flamme bleue de 25mm et à une montée en température de 600°C (entre 100°C et 700°C) en 46 s plus ou moins 3 s (figure A2.1).

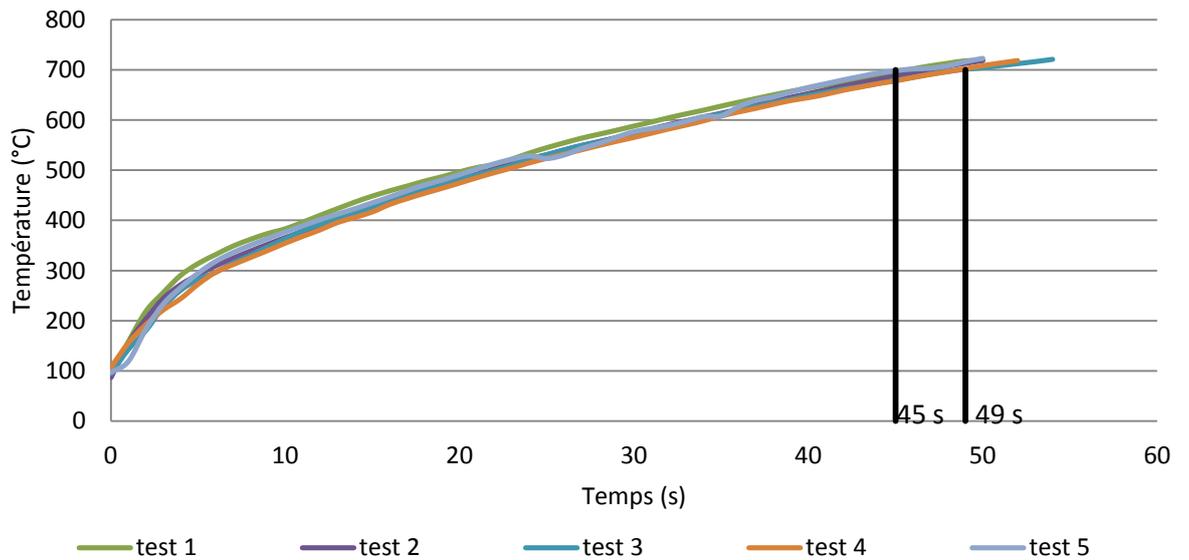
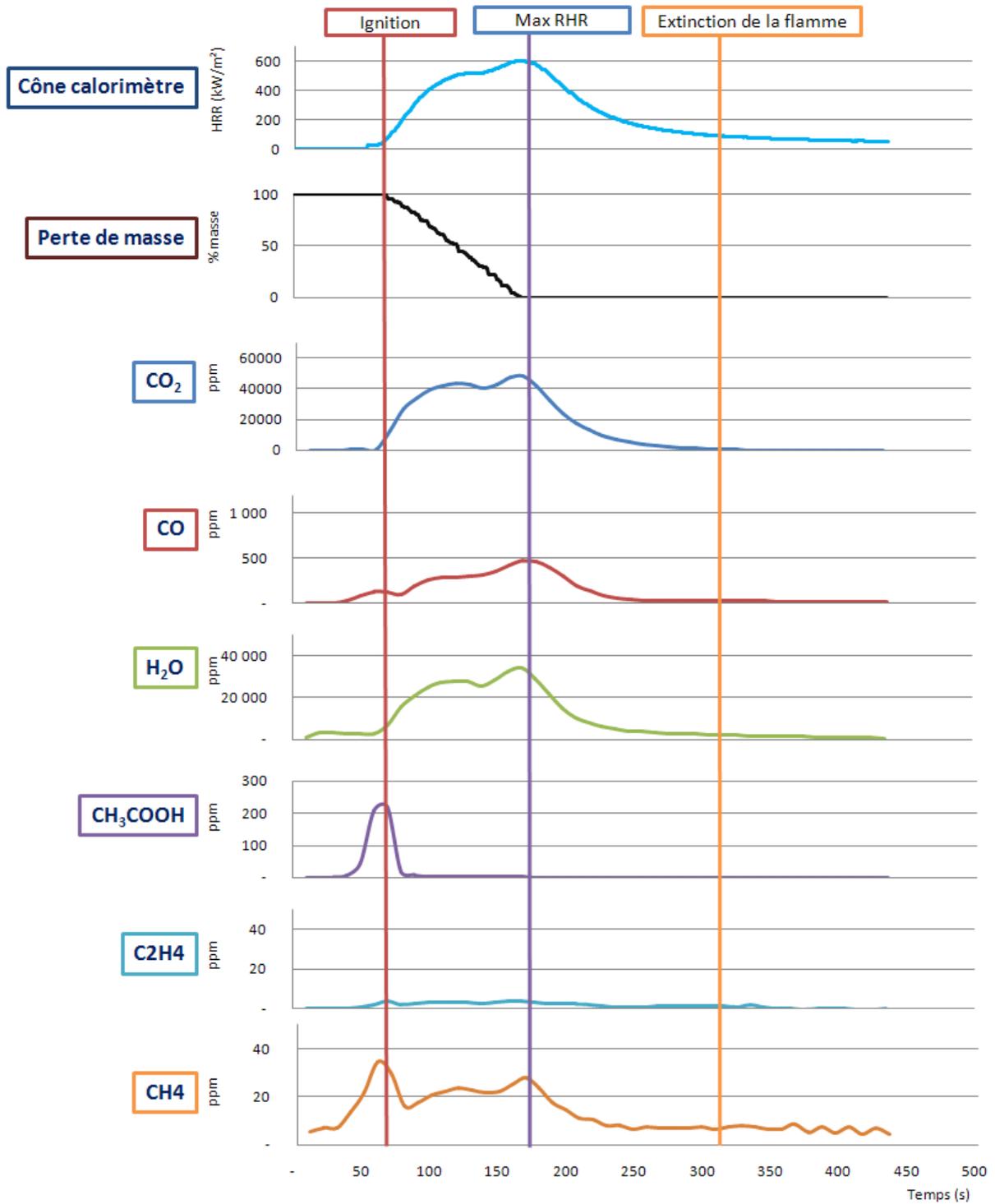


Figure A2.1 : Montées en température du thermocouple pour la caractérisation de la flamme.

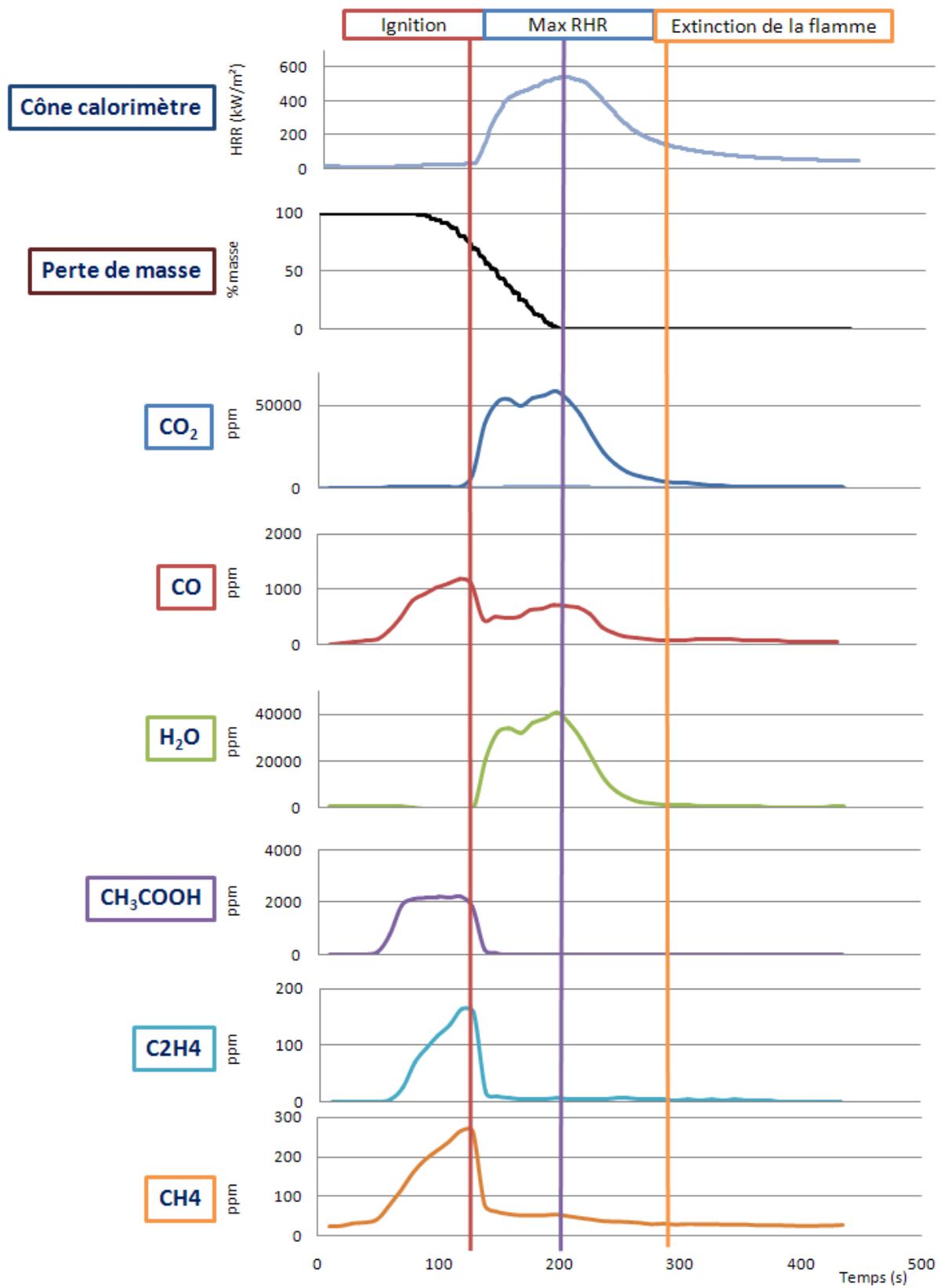
Annexe 3 :
Résultats cône calorimètre
($q_r=35\text{KW/m}^2$ $e= 3\text{mm}$ $td=25\text{mm}$)
couplé FTIR.

1. Etude de l'EVA.

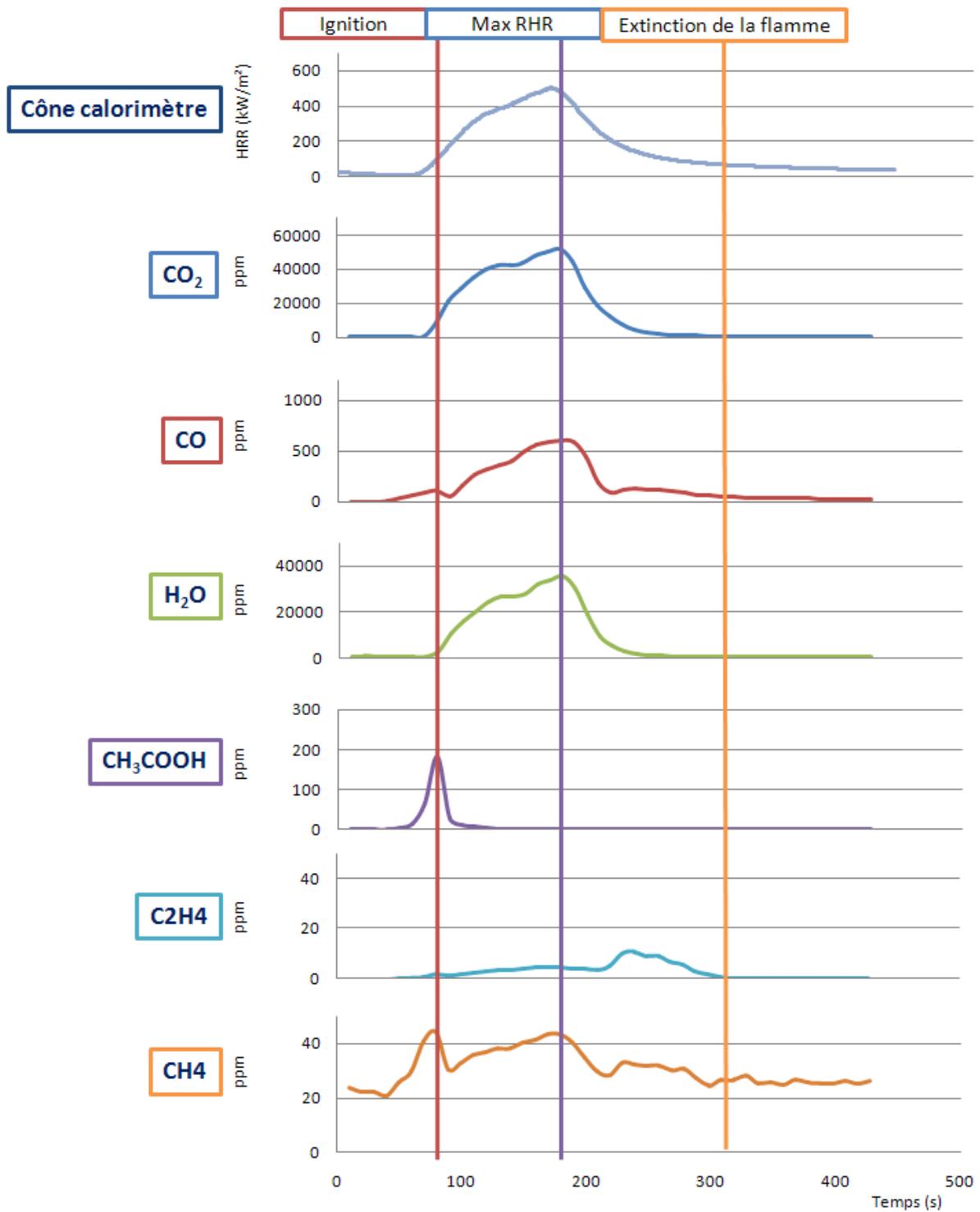
1.1. EVA.



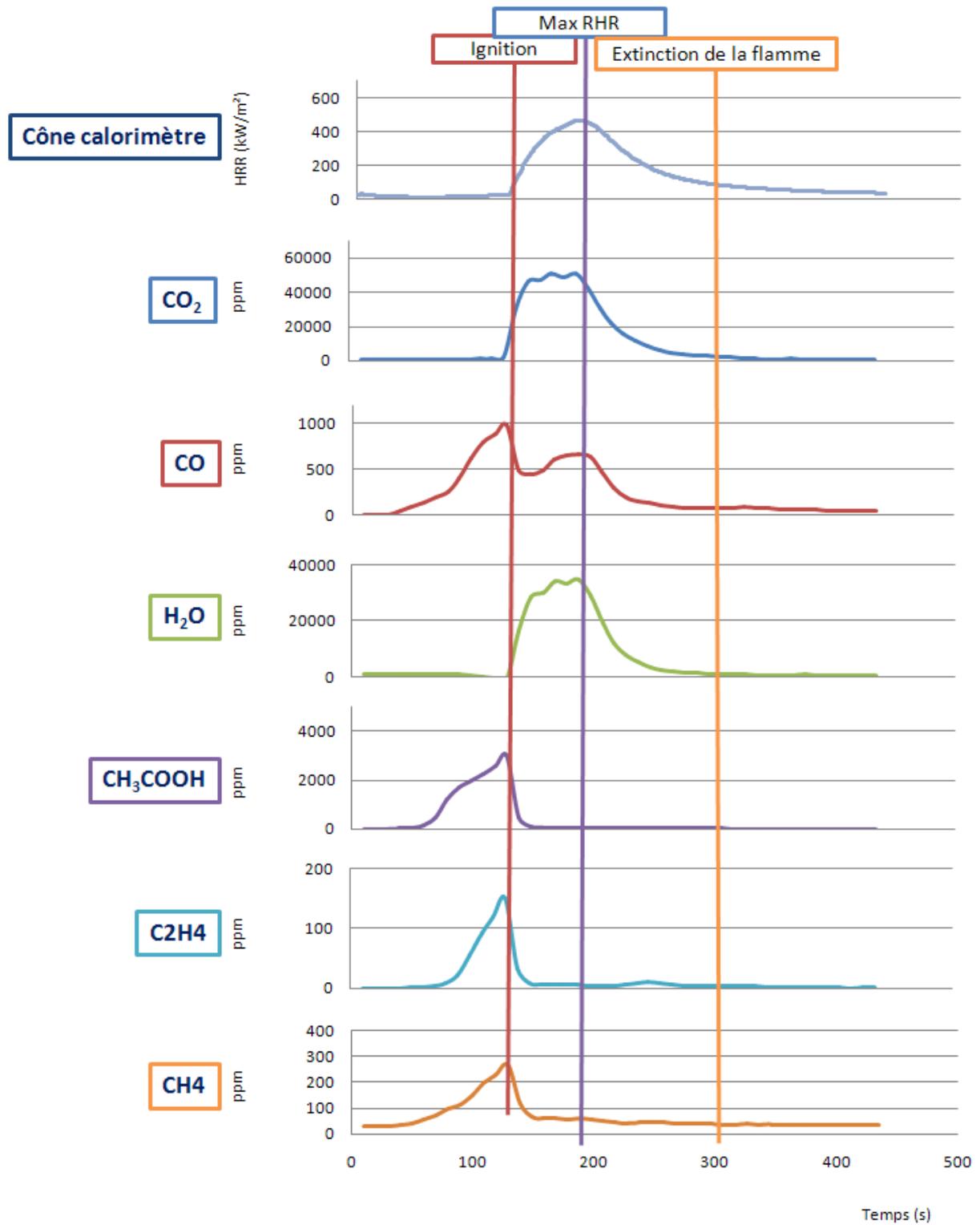
1.2. EVA sans ignition forcée.



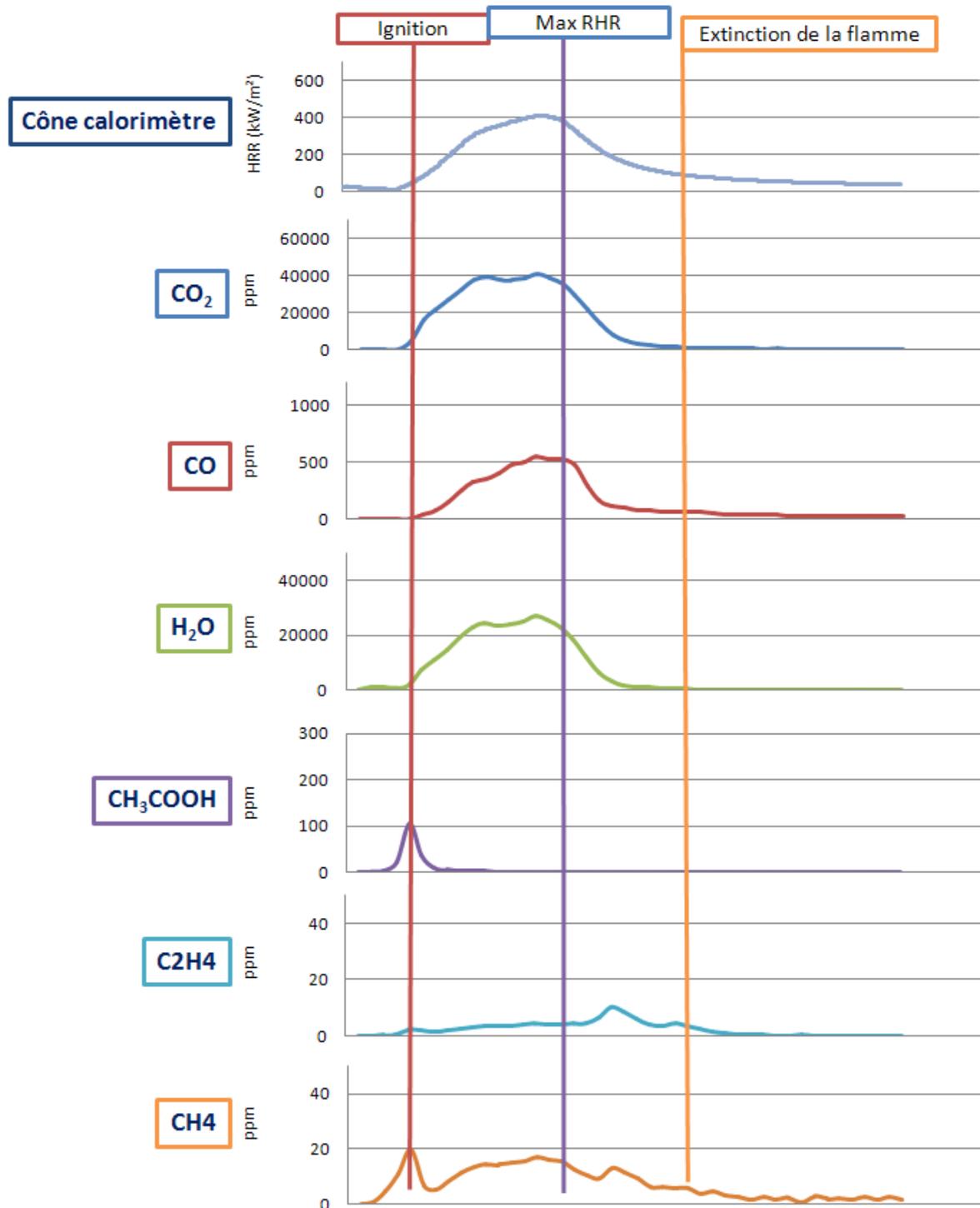
1.3. EVA avec conducteur.



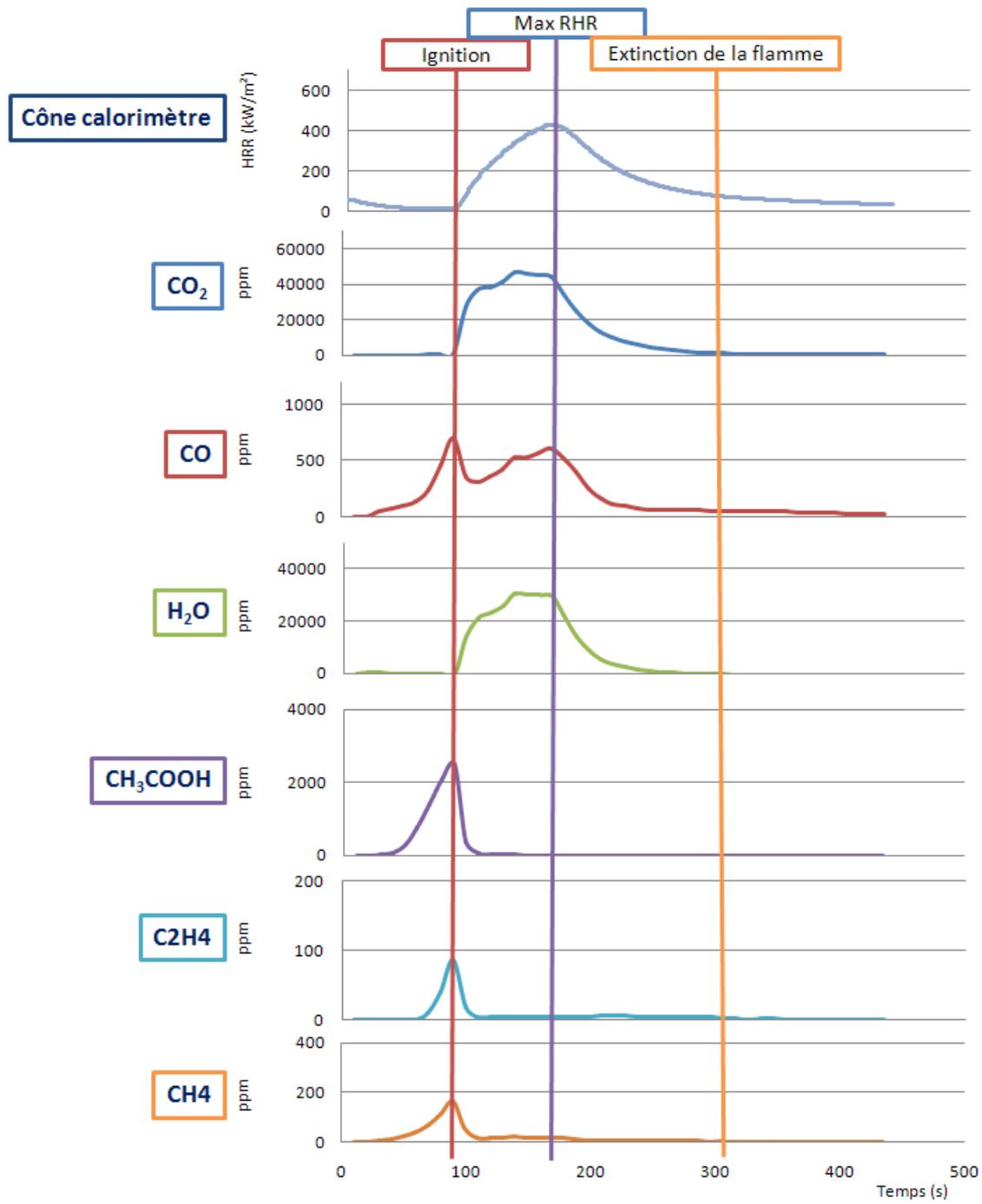
1.4. EVA avec conducteur sans ignition forcée.



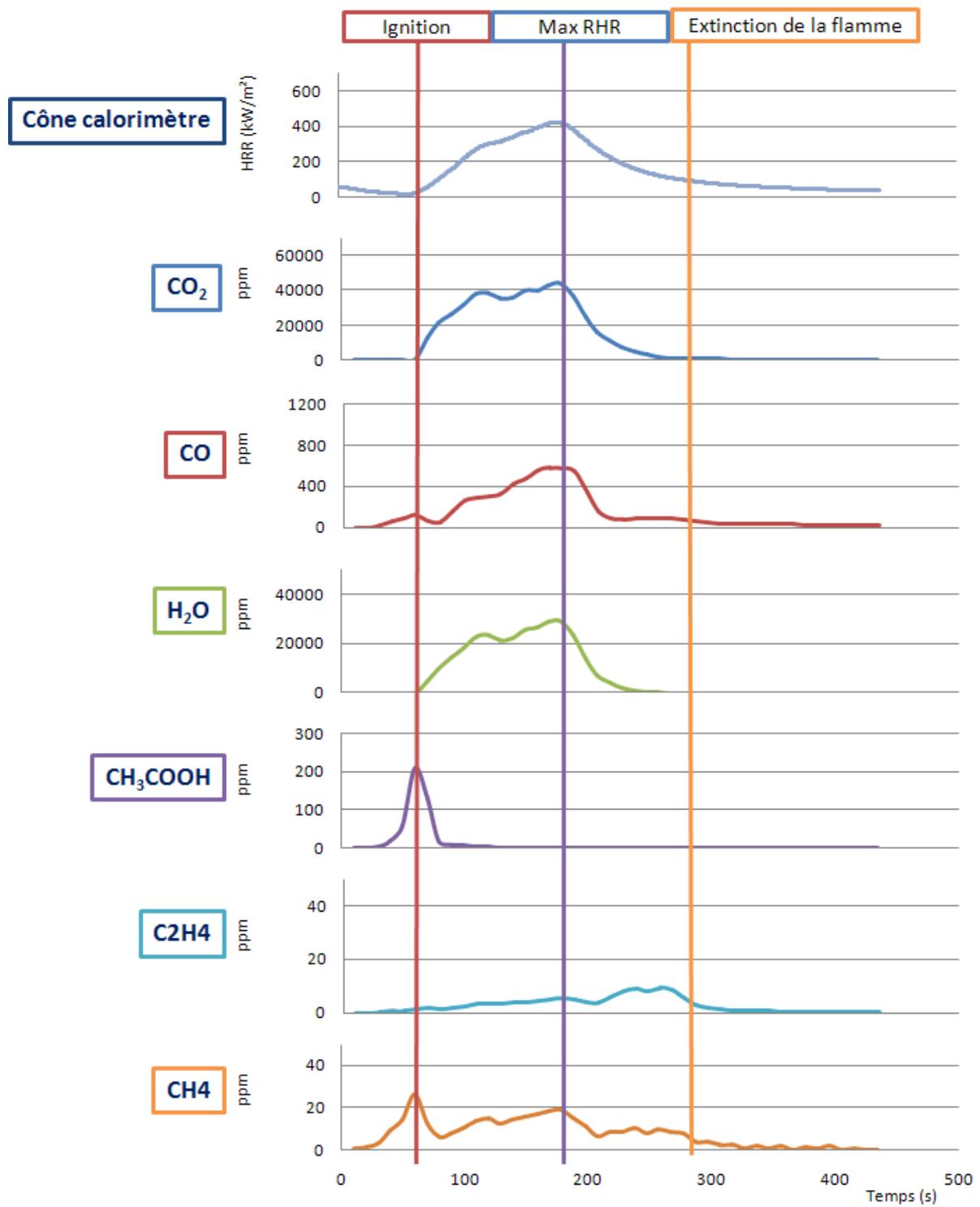
1.5. EVA avec conducteur I=32Aeq.



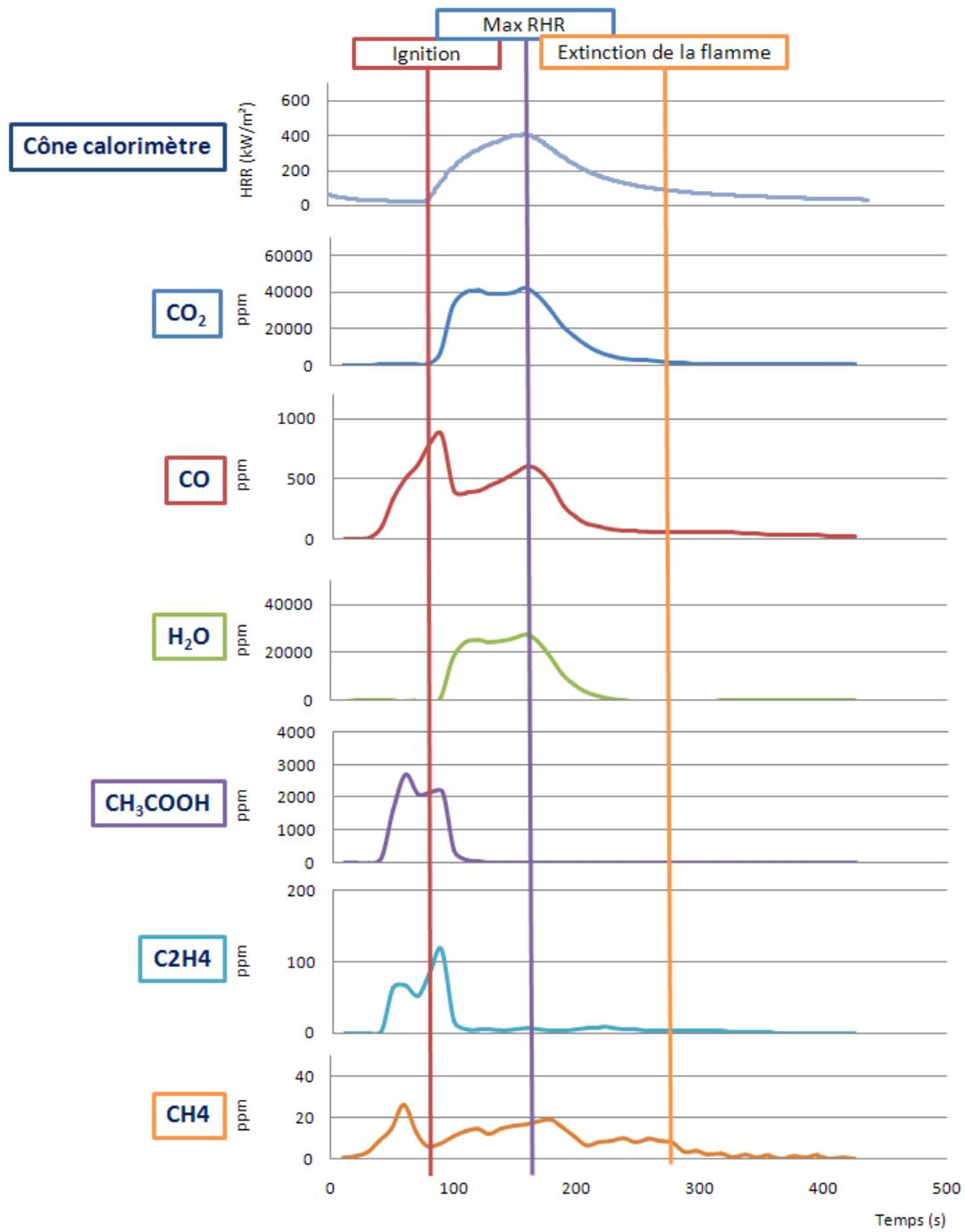
1.6. EVA avec conducteur sans ignition forcée I=32Aeq.



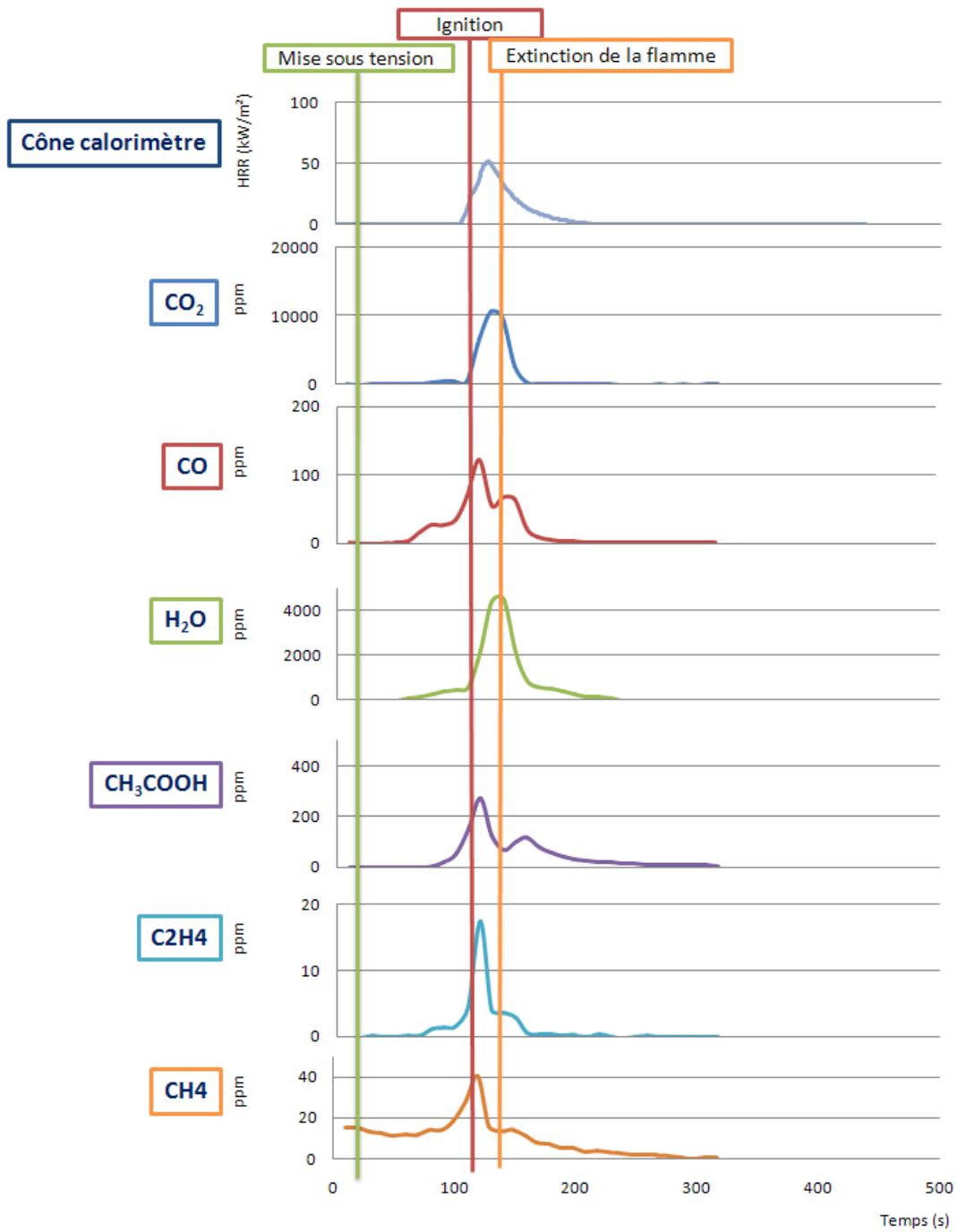
1.7. EVA avec conducteur I=60Aeq.



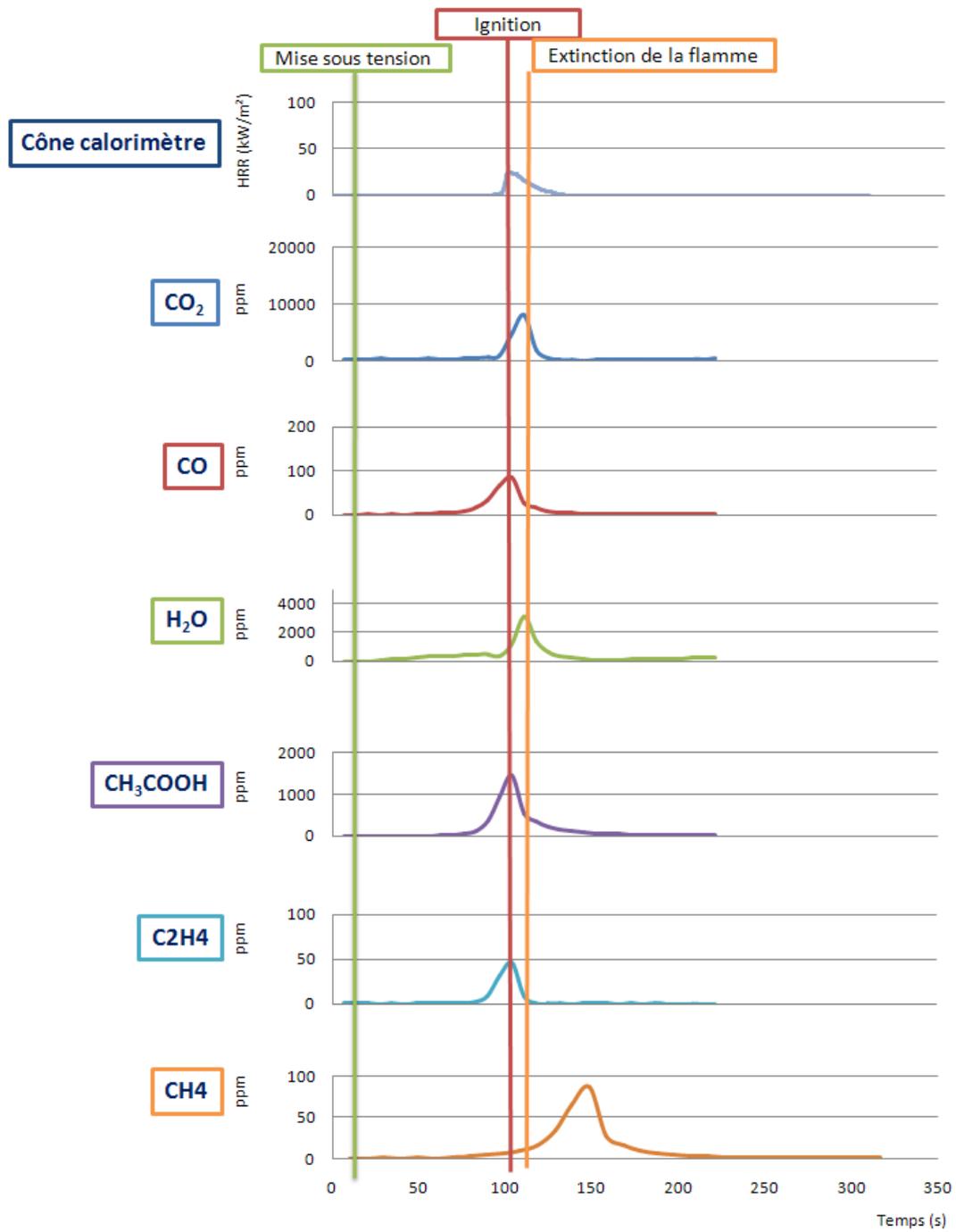
1.8. EVA avec conducteur sans ignition forcée I=60Aeq.



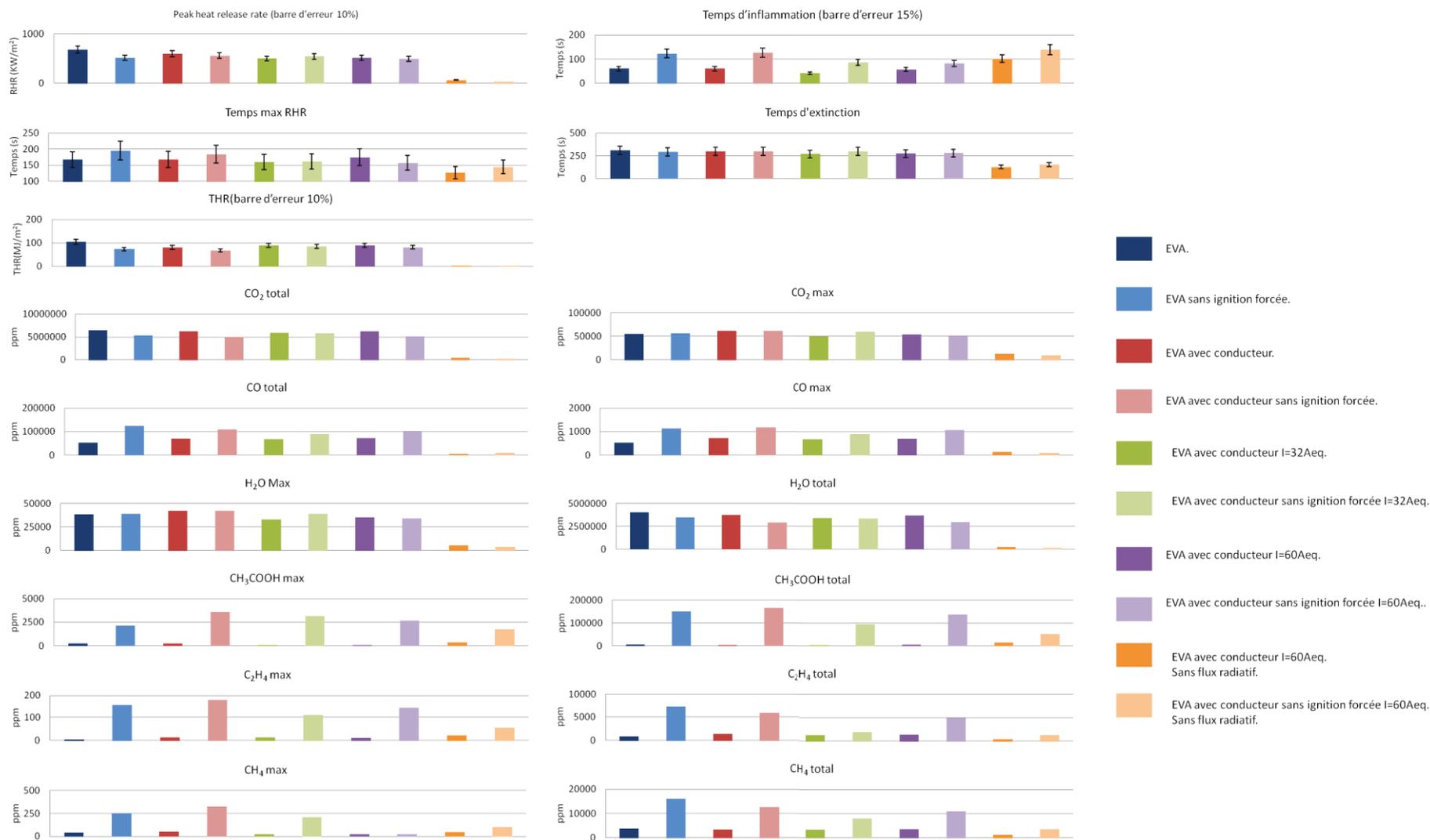
1.9. EVA avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.



1.10. EVA avec conducteur sans ignition forcée I=60Aeq sans flux radiatif.

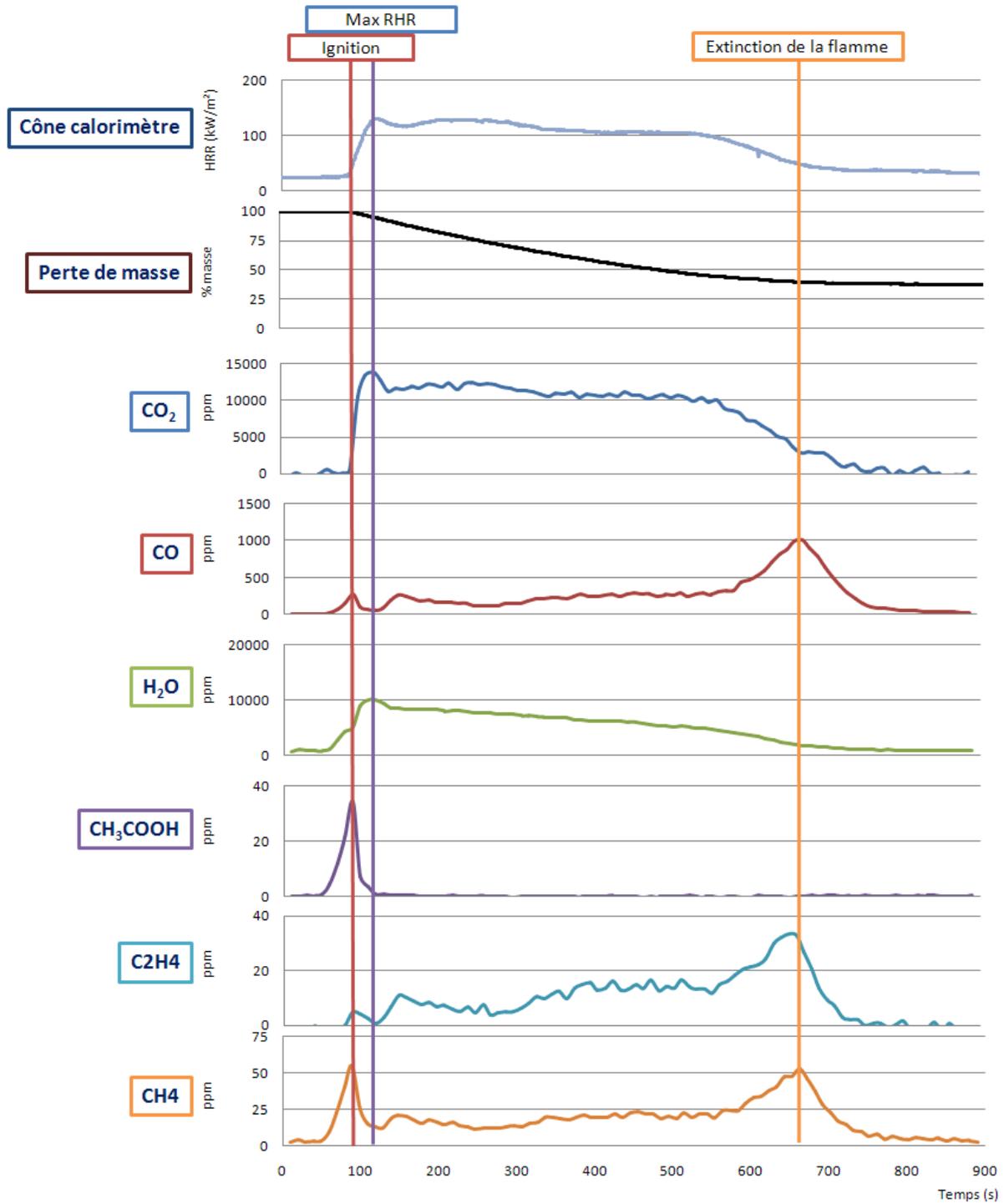


2. Résumé de l'étude de l'EVA au cône calorimètre/couplé FTIR.

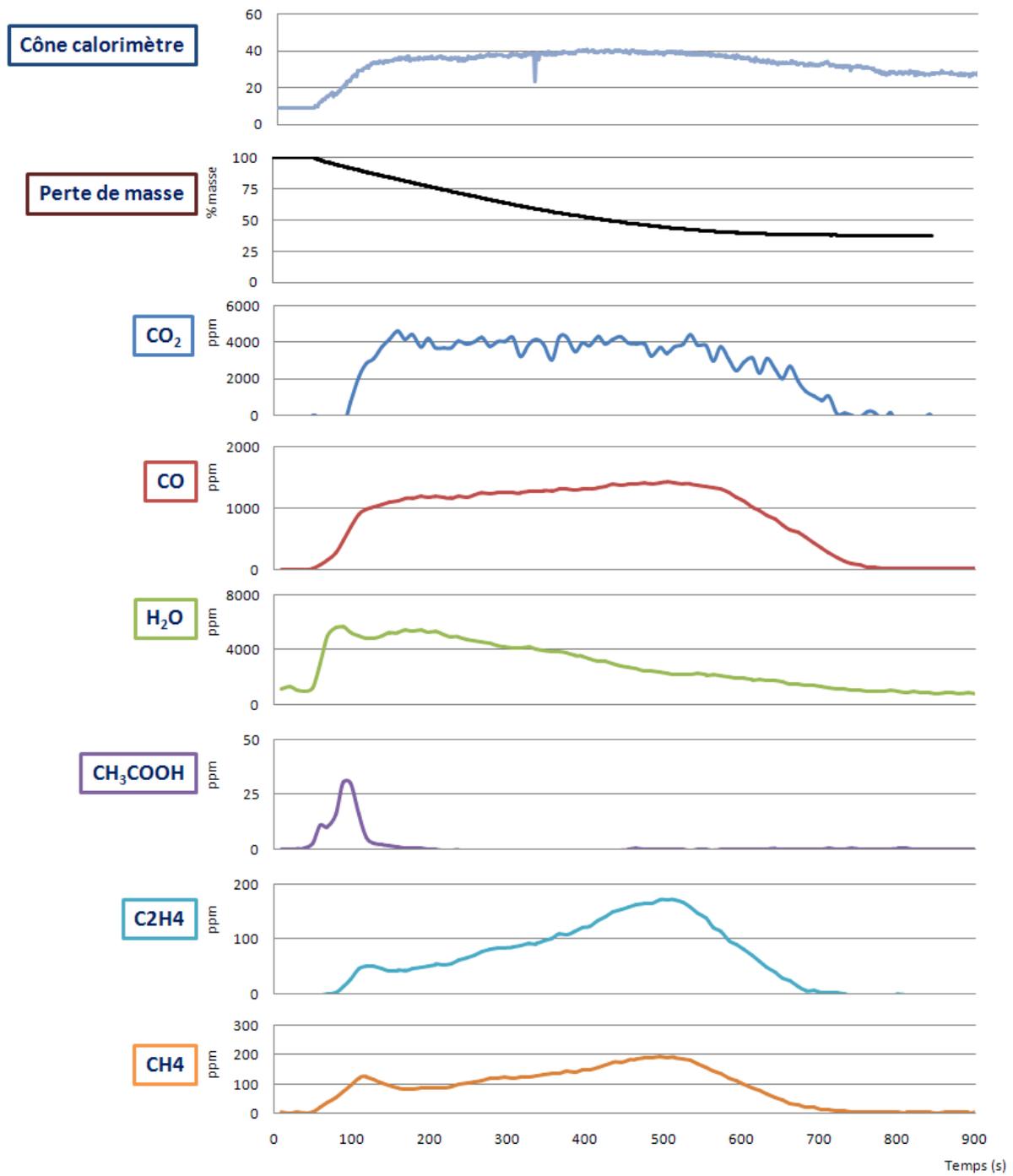


3. Etude de la formulation EVA/ATH (65%w).

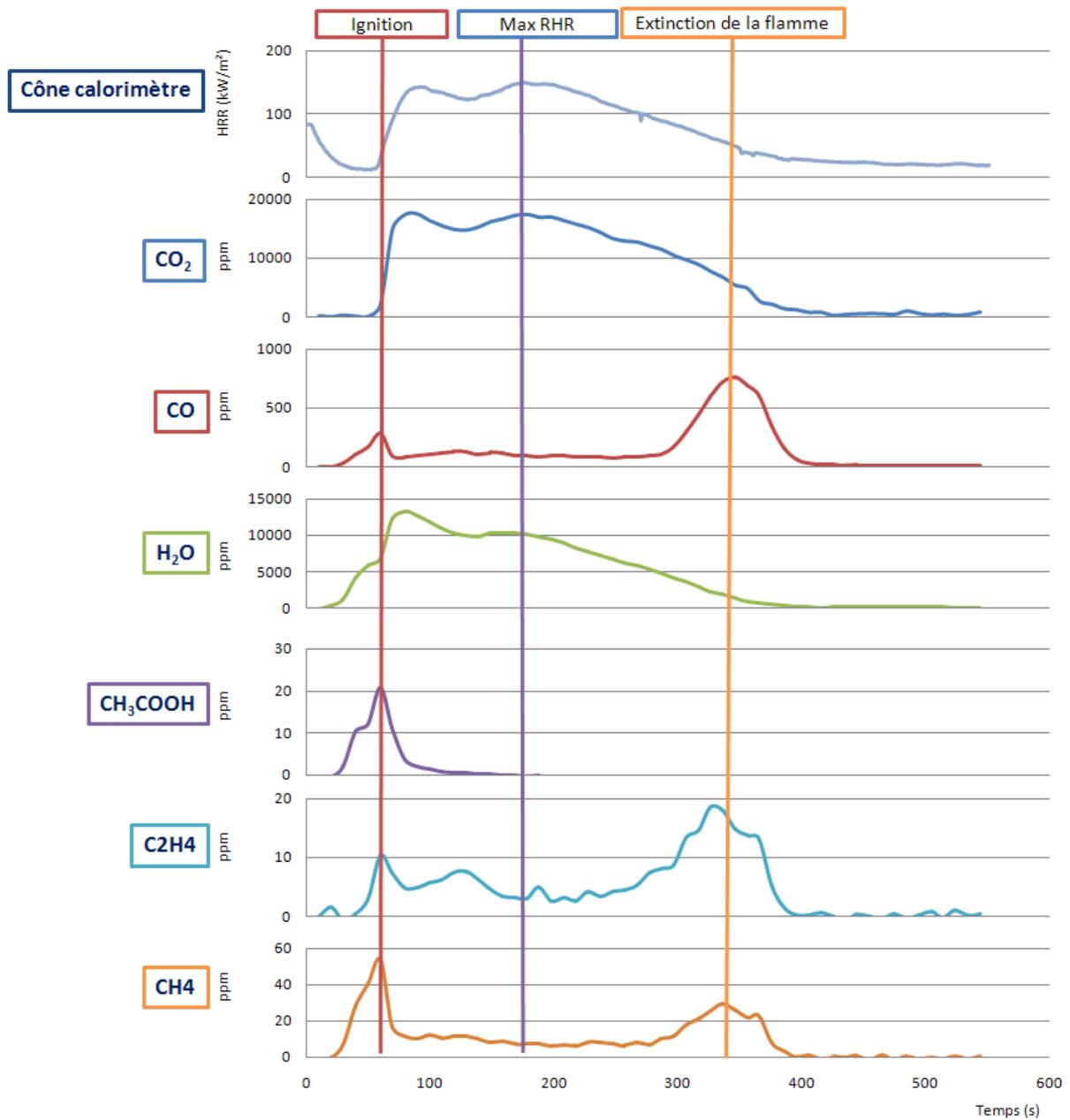
3.1. EVA/ATH.



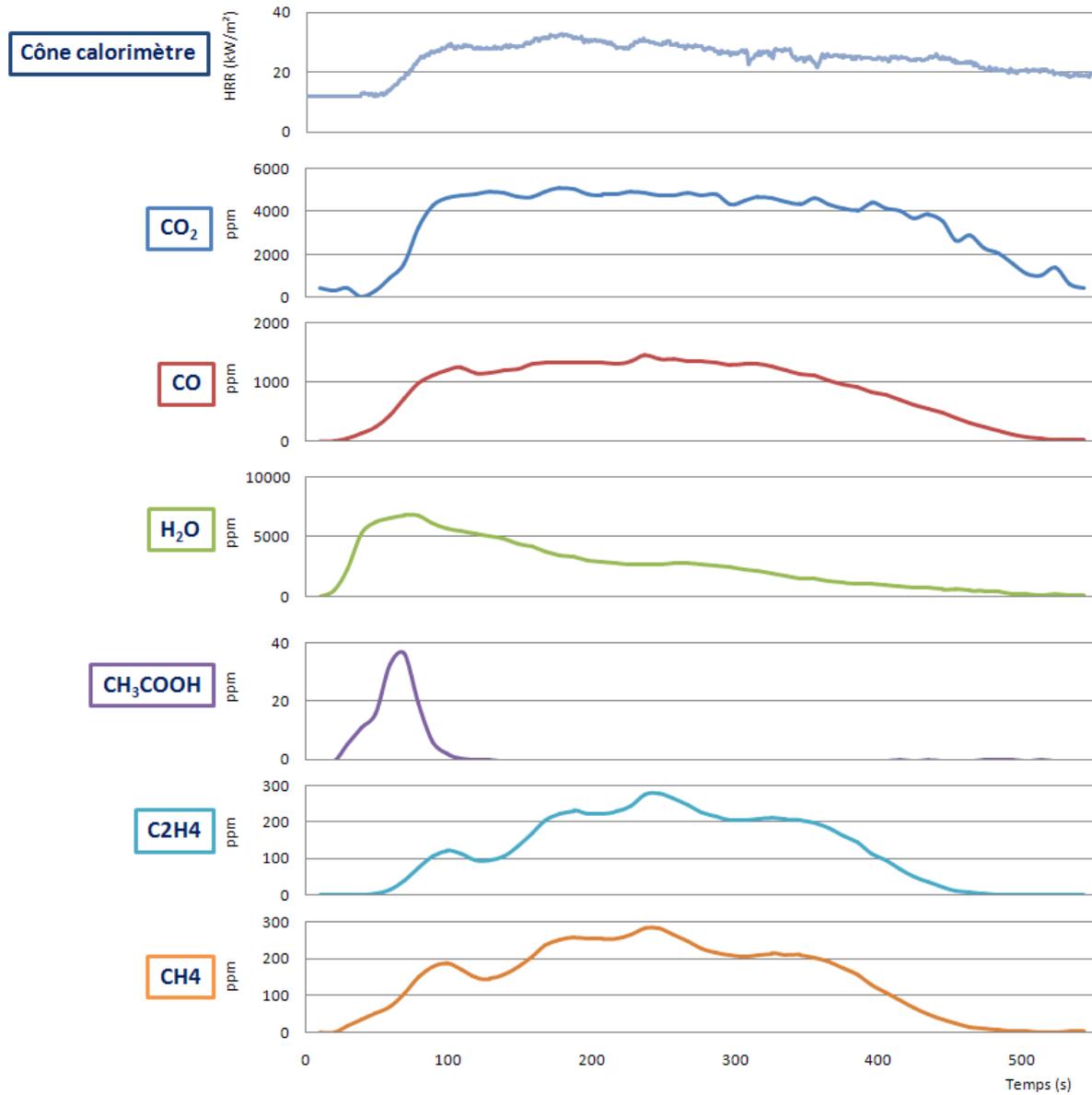
3.2. EVA/ATH sans ignition forcée.



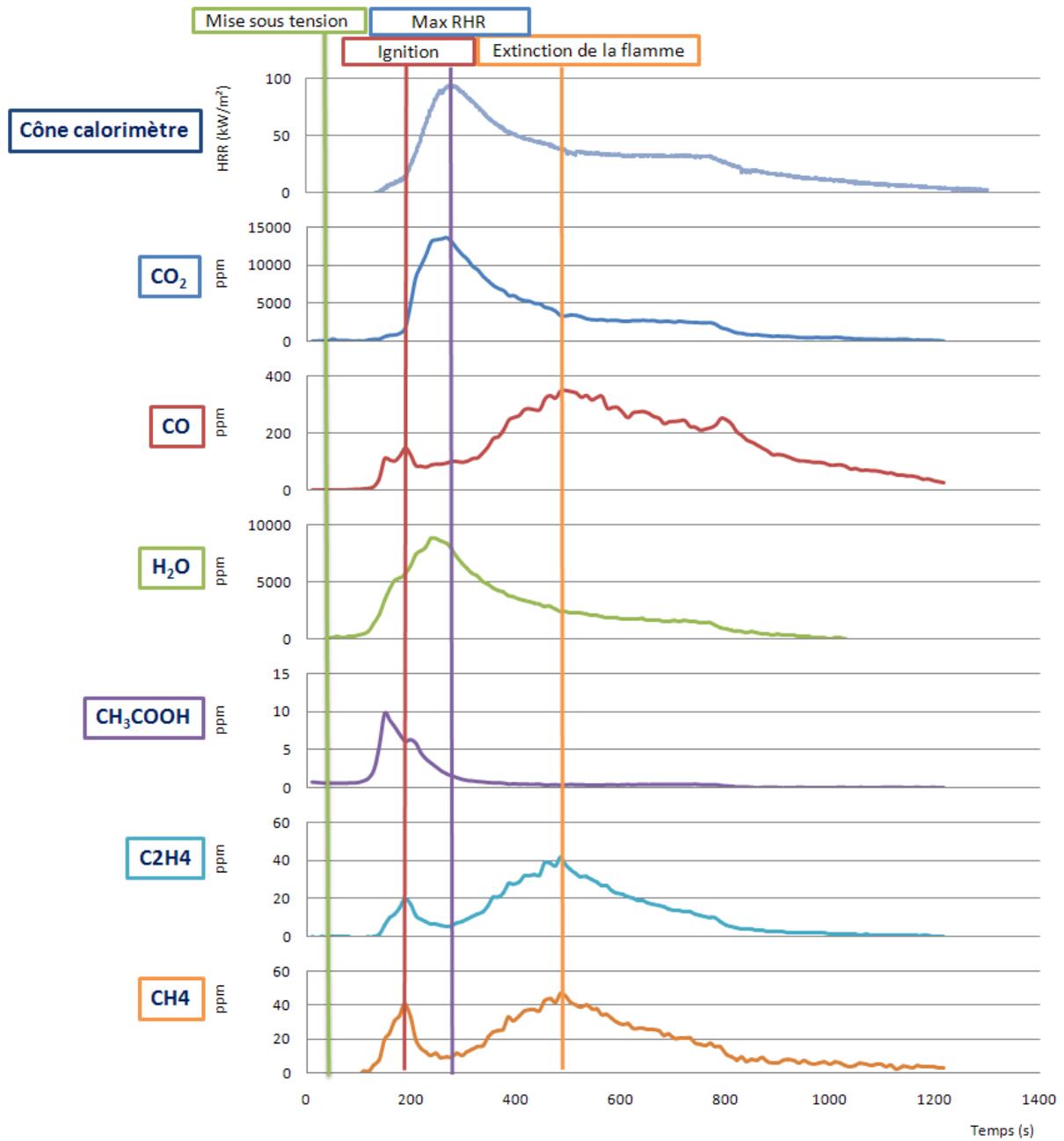
3.3. EVA/ATH avec conducteur I=32Aeq.



3.4. EVA/ATH sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.

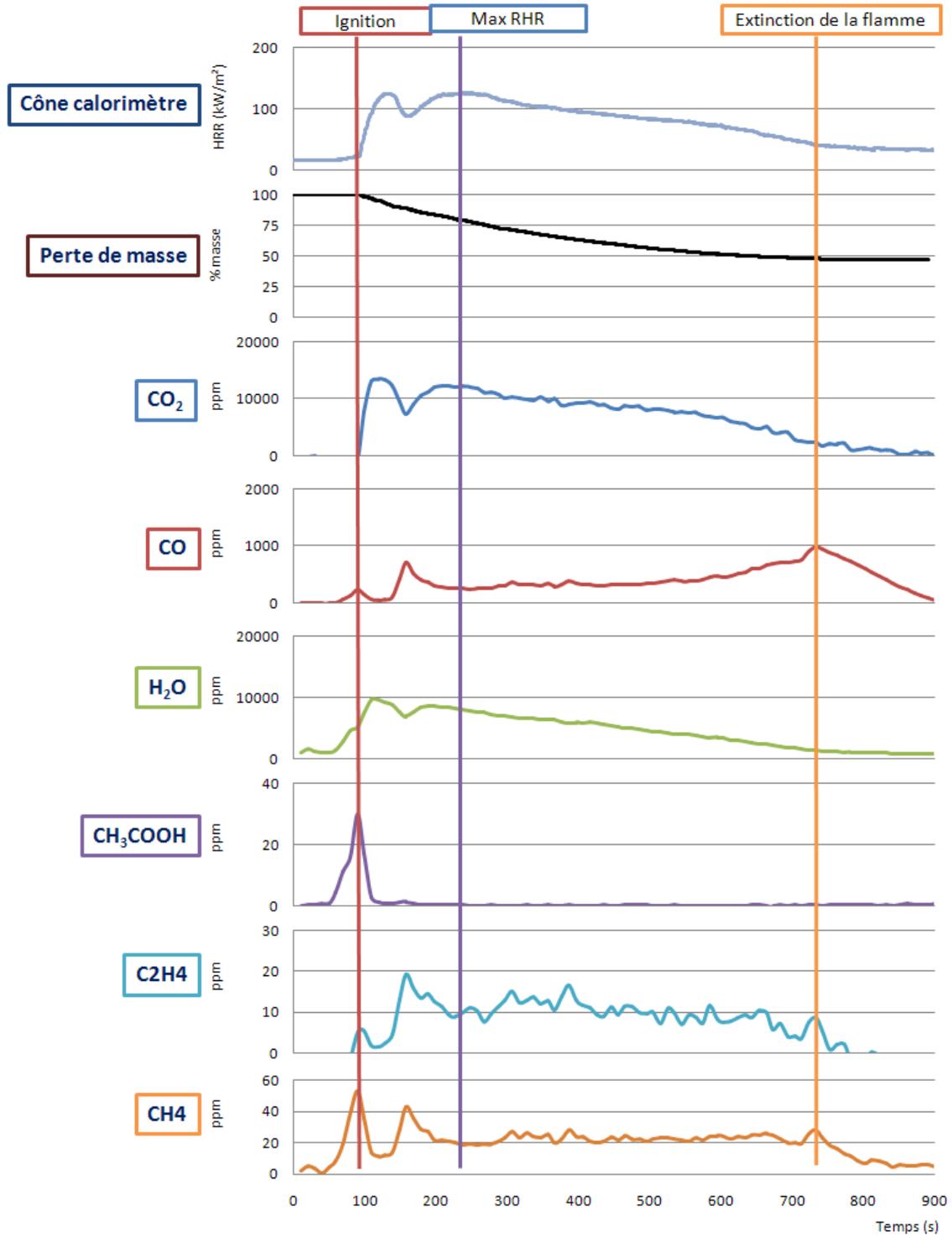


3.5. EVA/ATH avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.

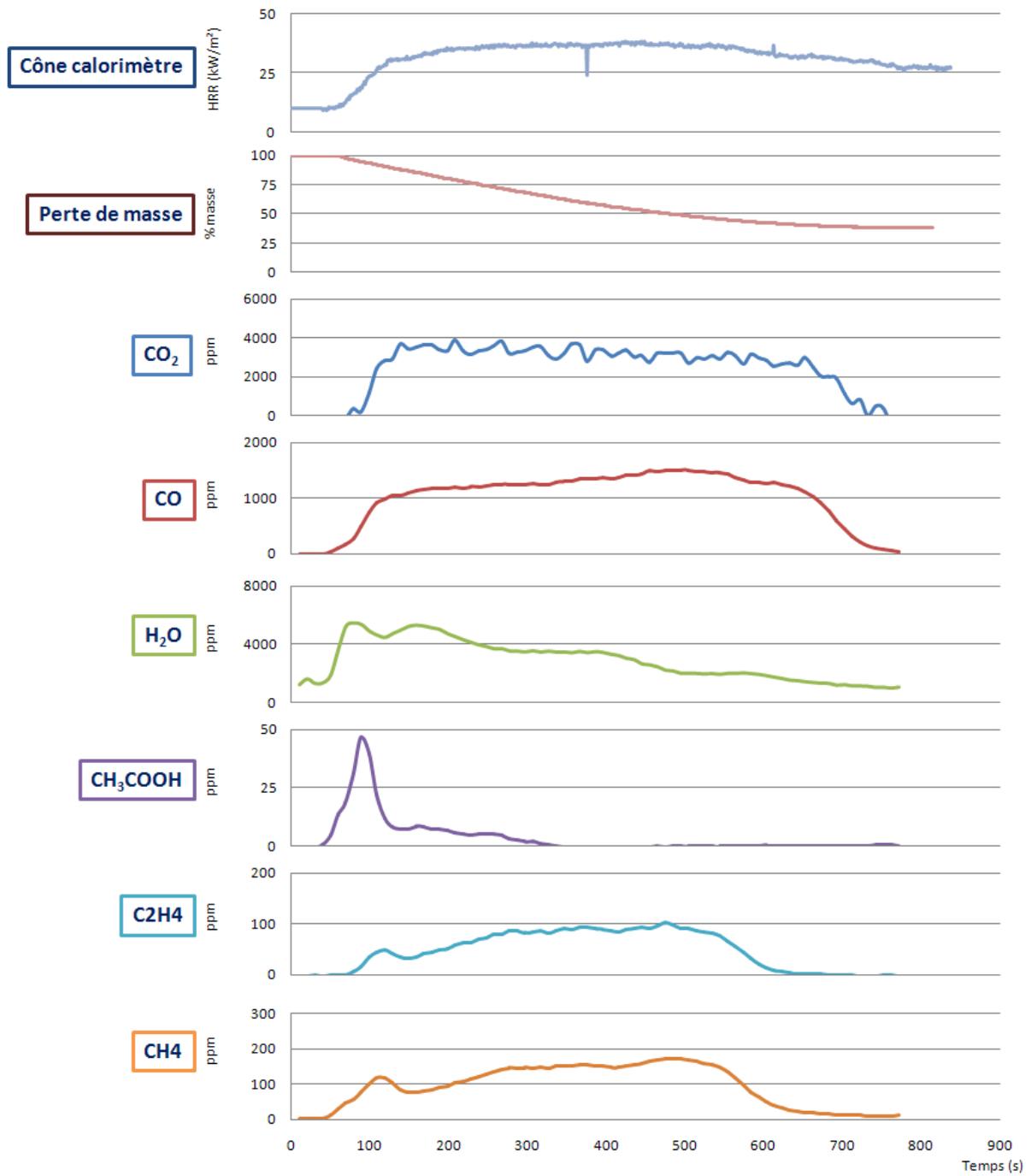


4. Etude de la formulation EVA/ATH/FB (60%w/5%w).

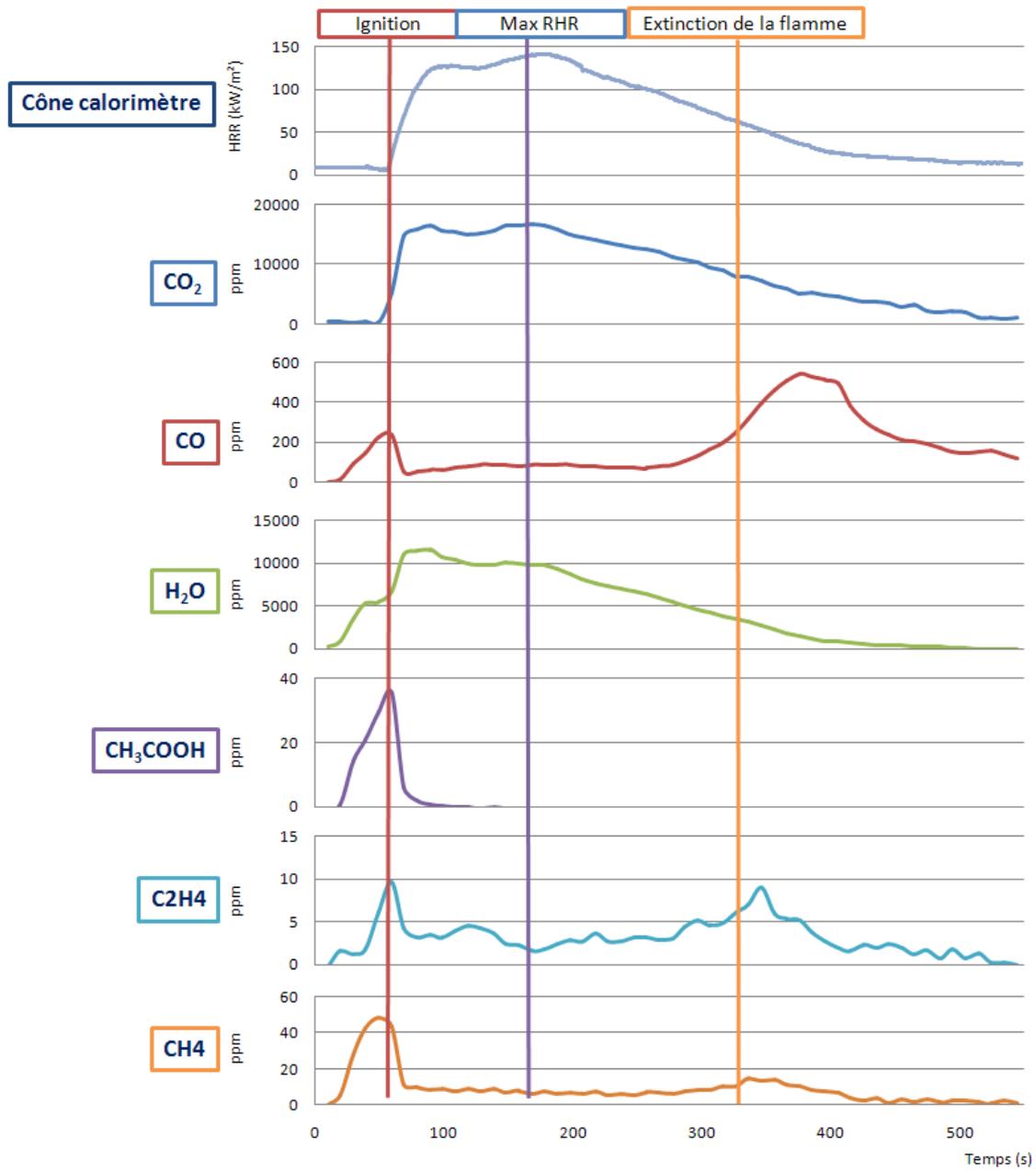
4.1. EVA/ATH/FB.



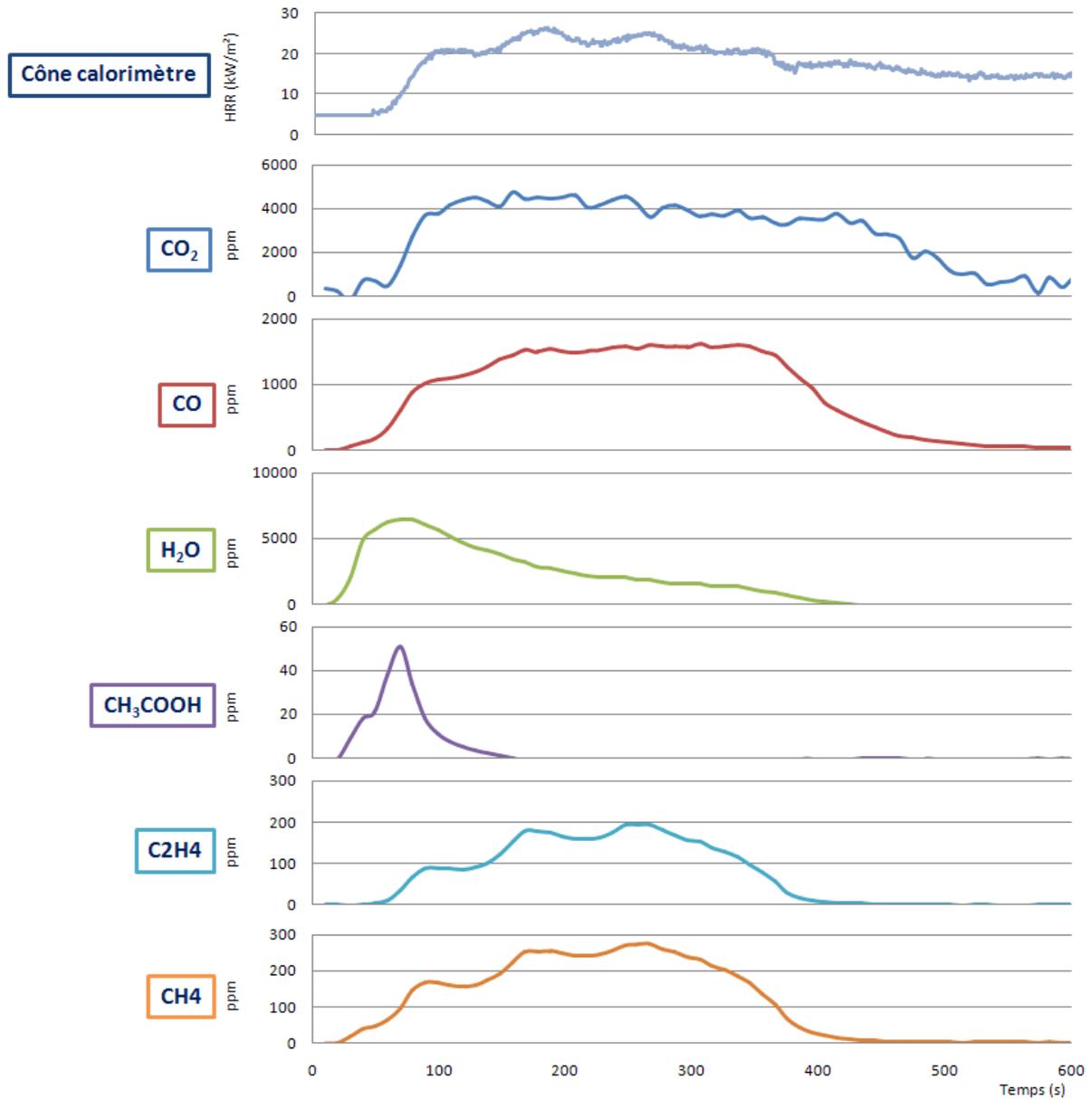
4.2. EVA/ATH/FB sans ignition forcée.



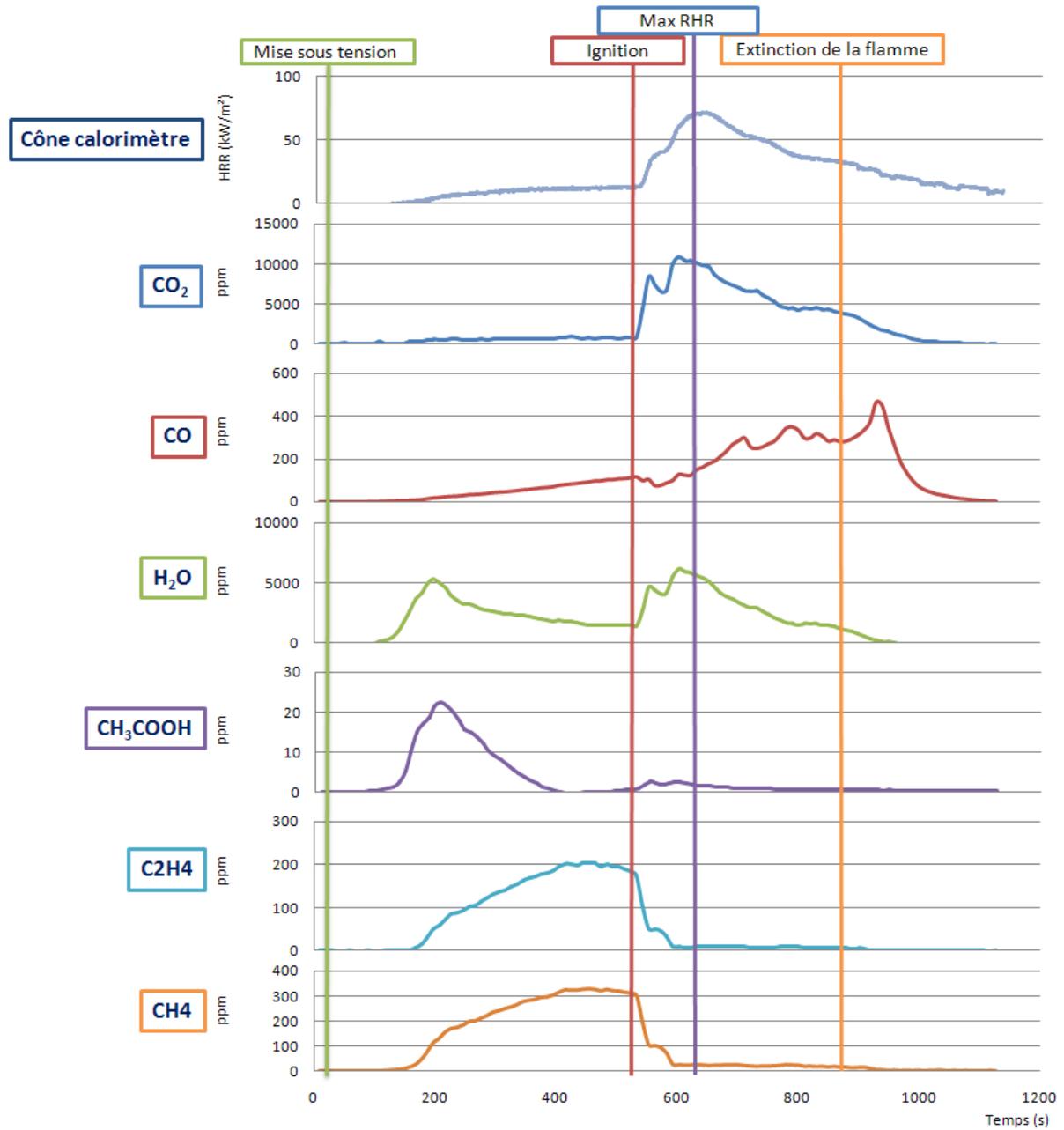
4.3. EVA/ATH/FB avec conducteur I=32Aeq.



4.4. EVA/ATH/FB sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.

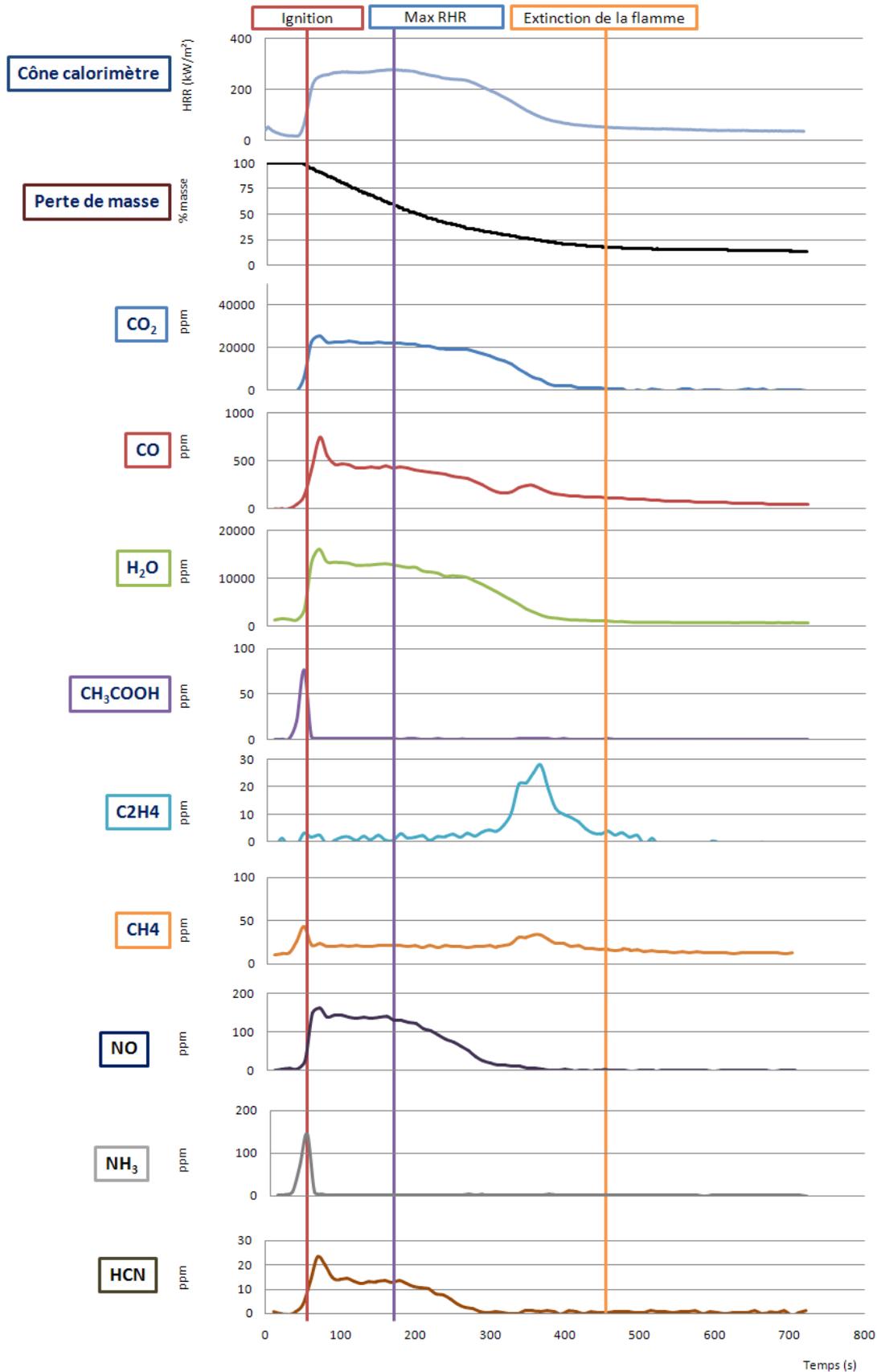


4.5. EVA/ATH/FB avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.

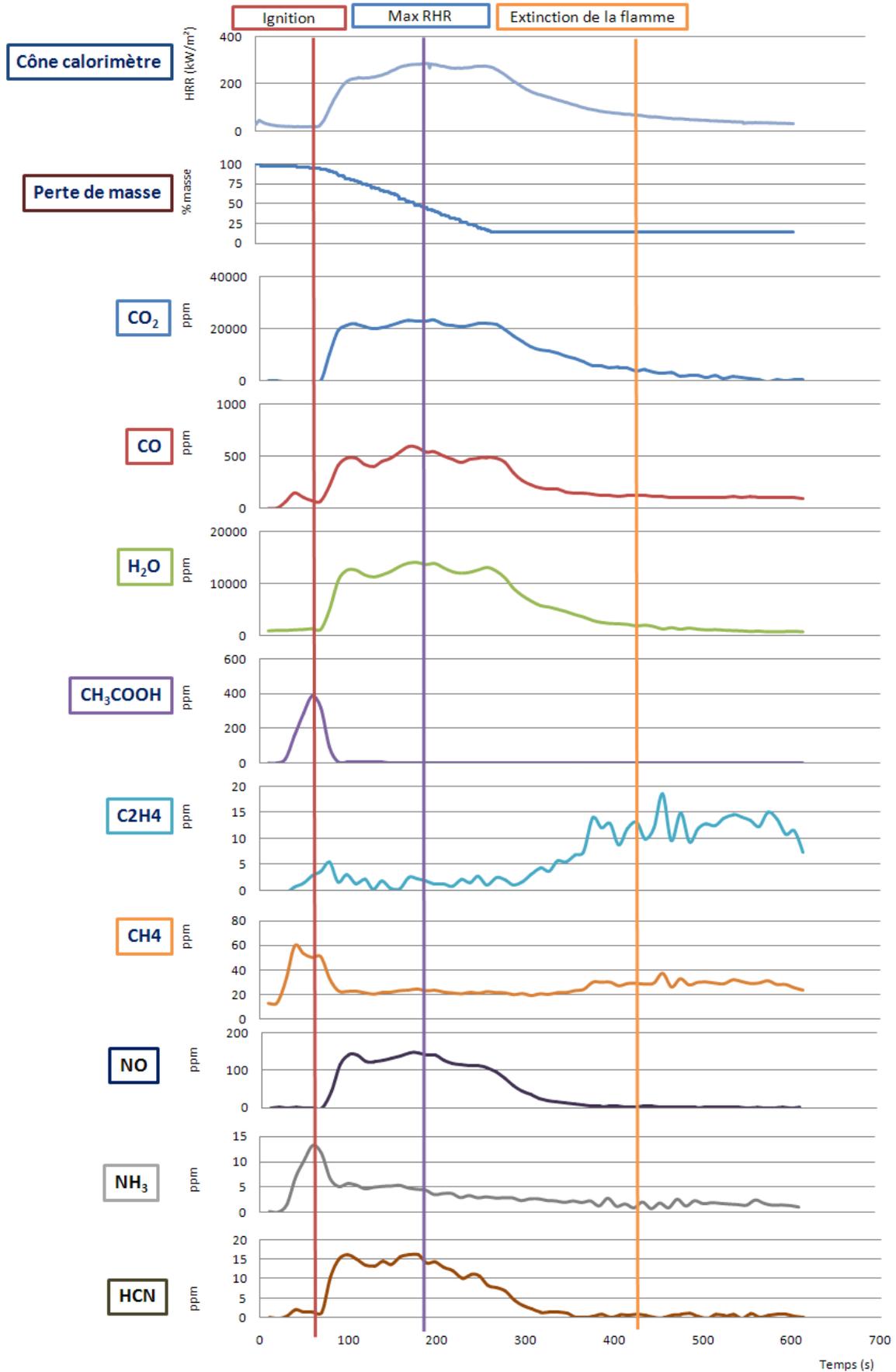


5. Etude de la formulation EVA/AP760 (20%w).

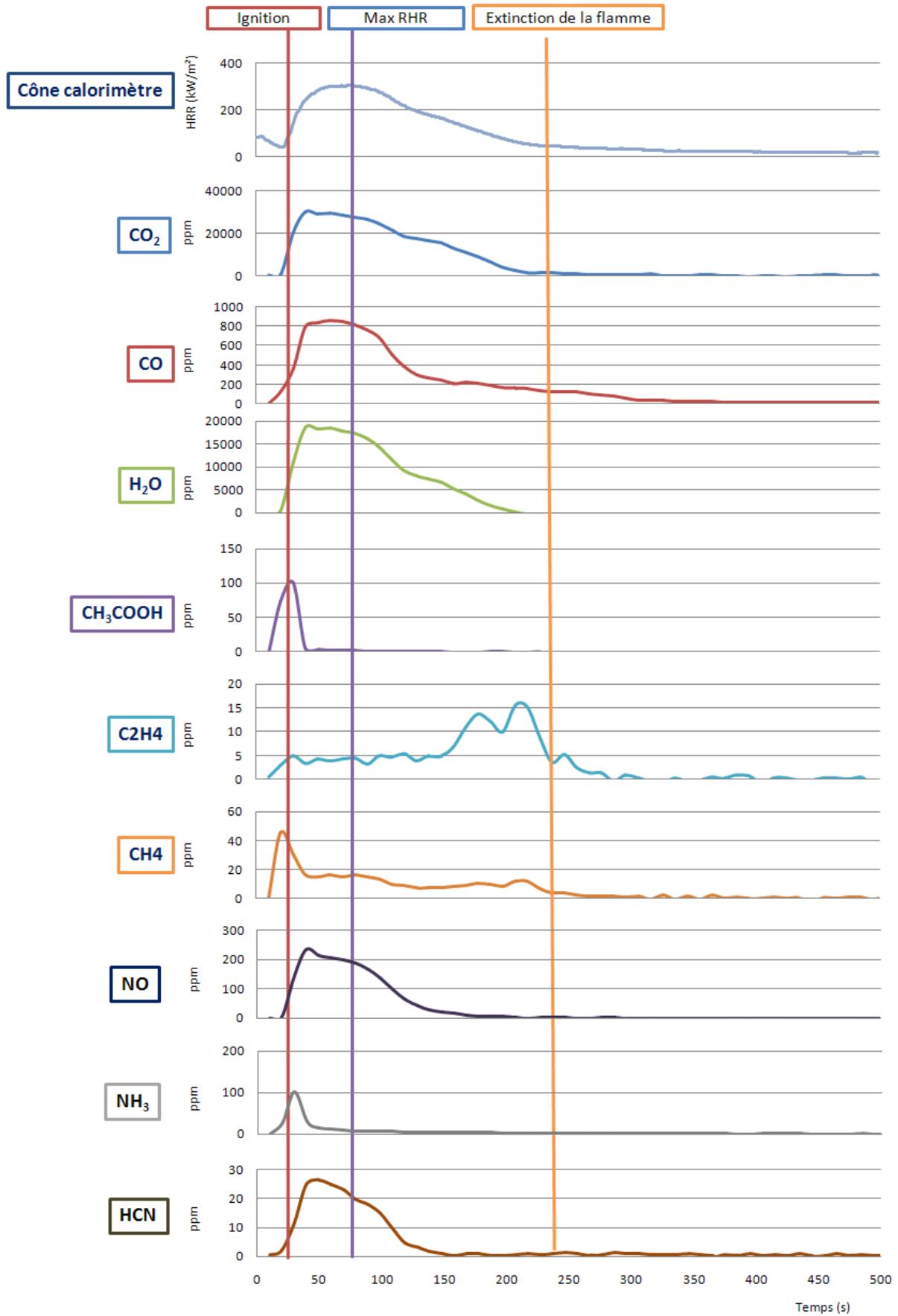
5.1. EVA/AP760 20%w.



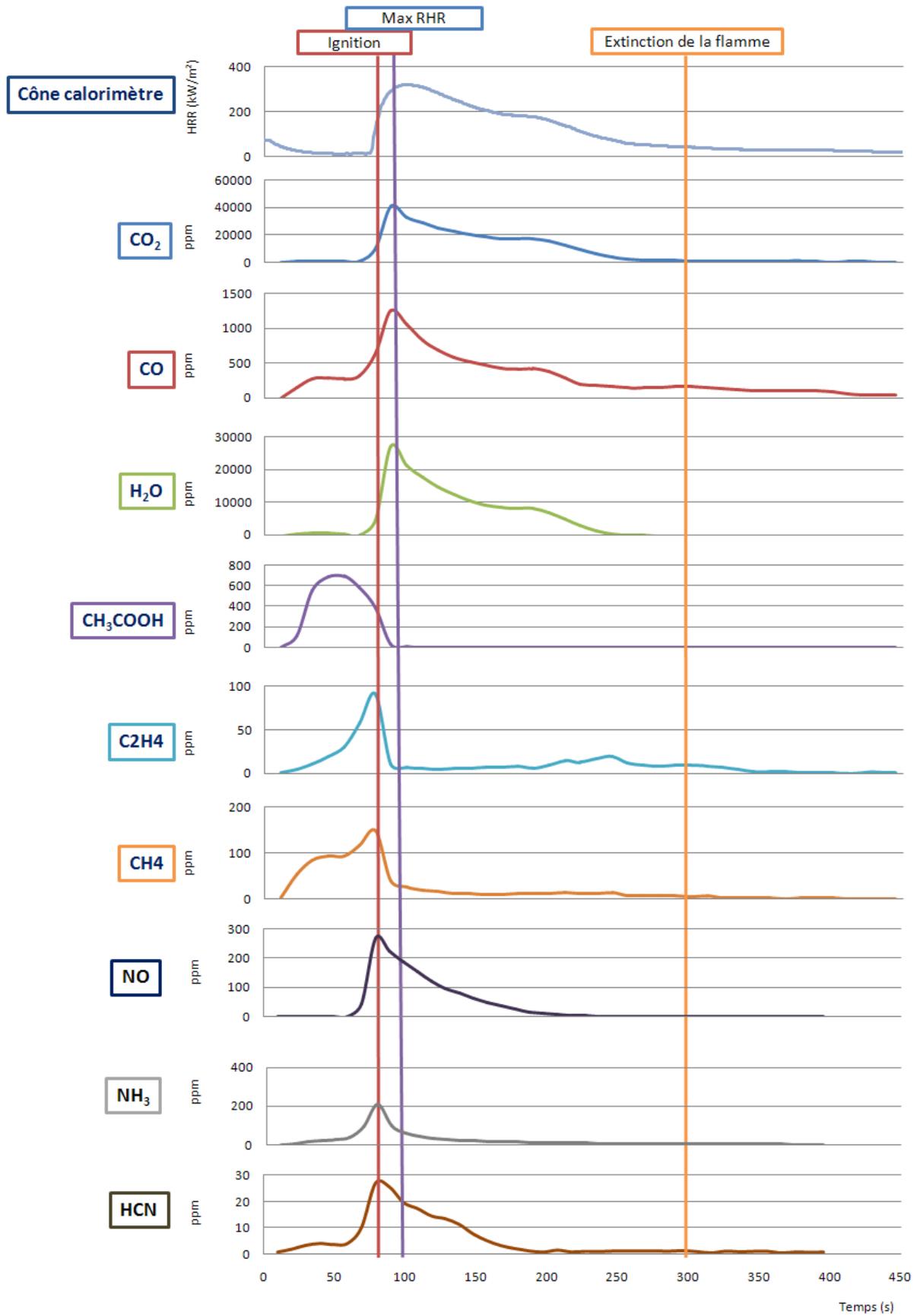
5.2. EVA/AP760 20%w sans ignition forcée.



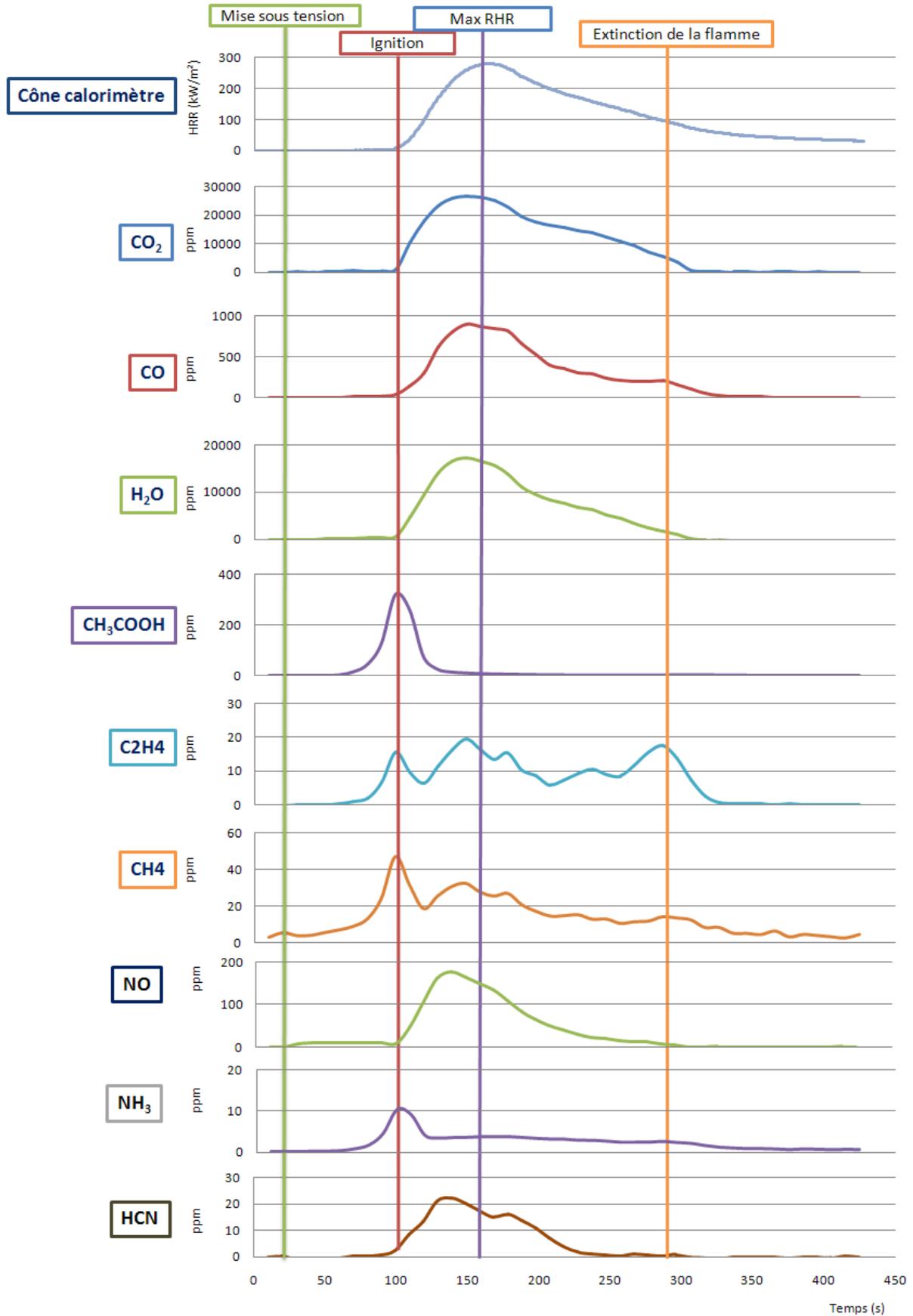
5.3. EVA/AP760 20%w avec conducteur I=32Aeq.



5.4. EVA/AP760 20%w sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.

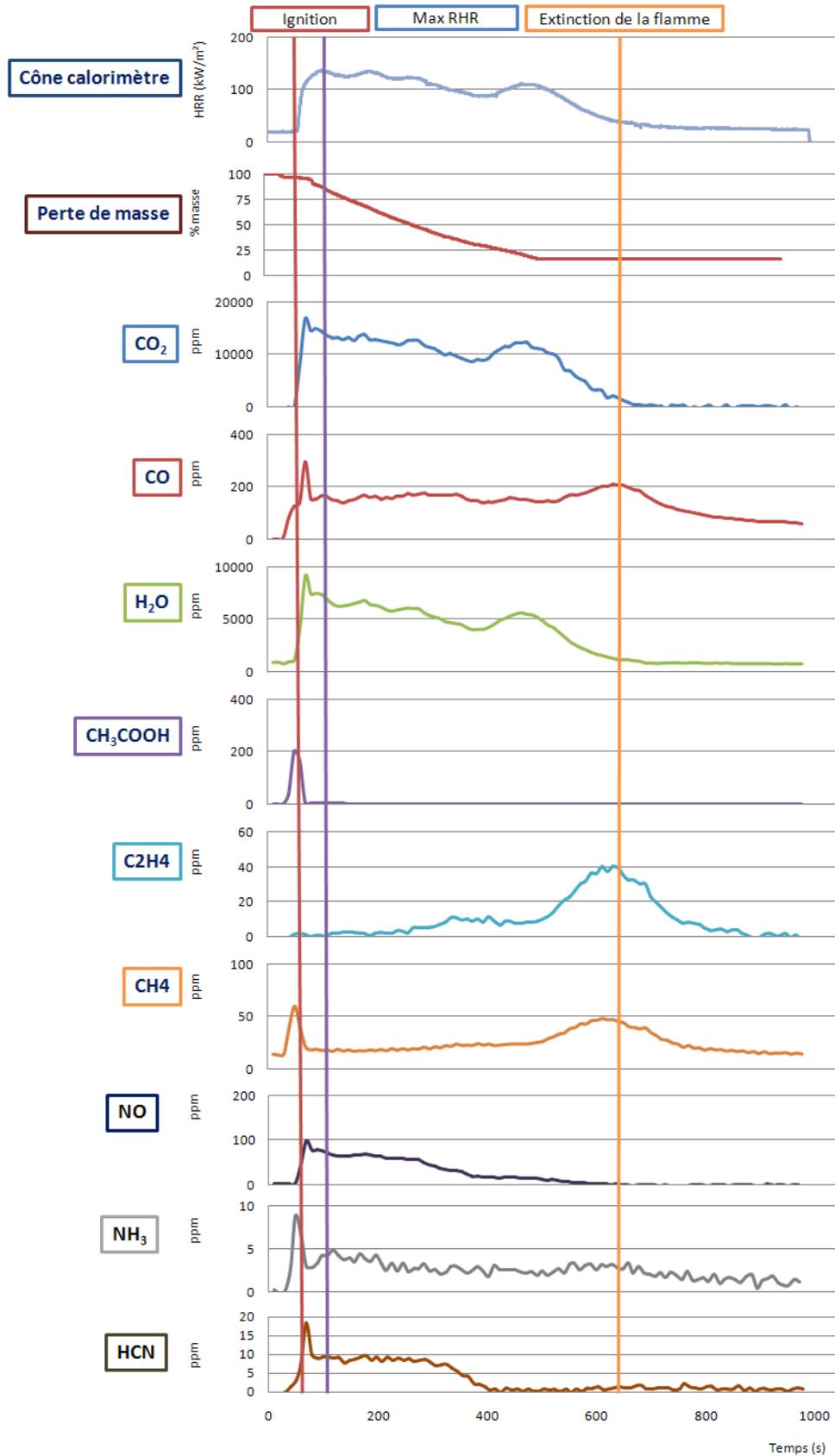


5.5. EVA/AP760 20%w avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.

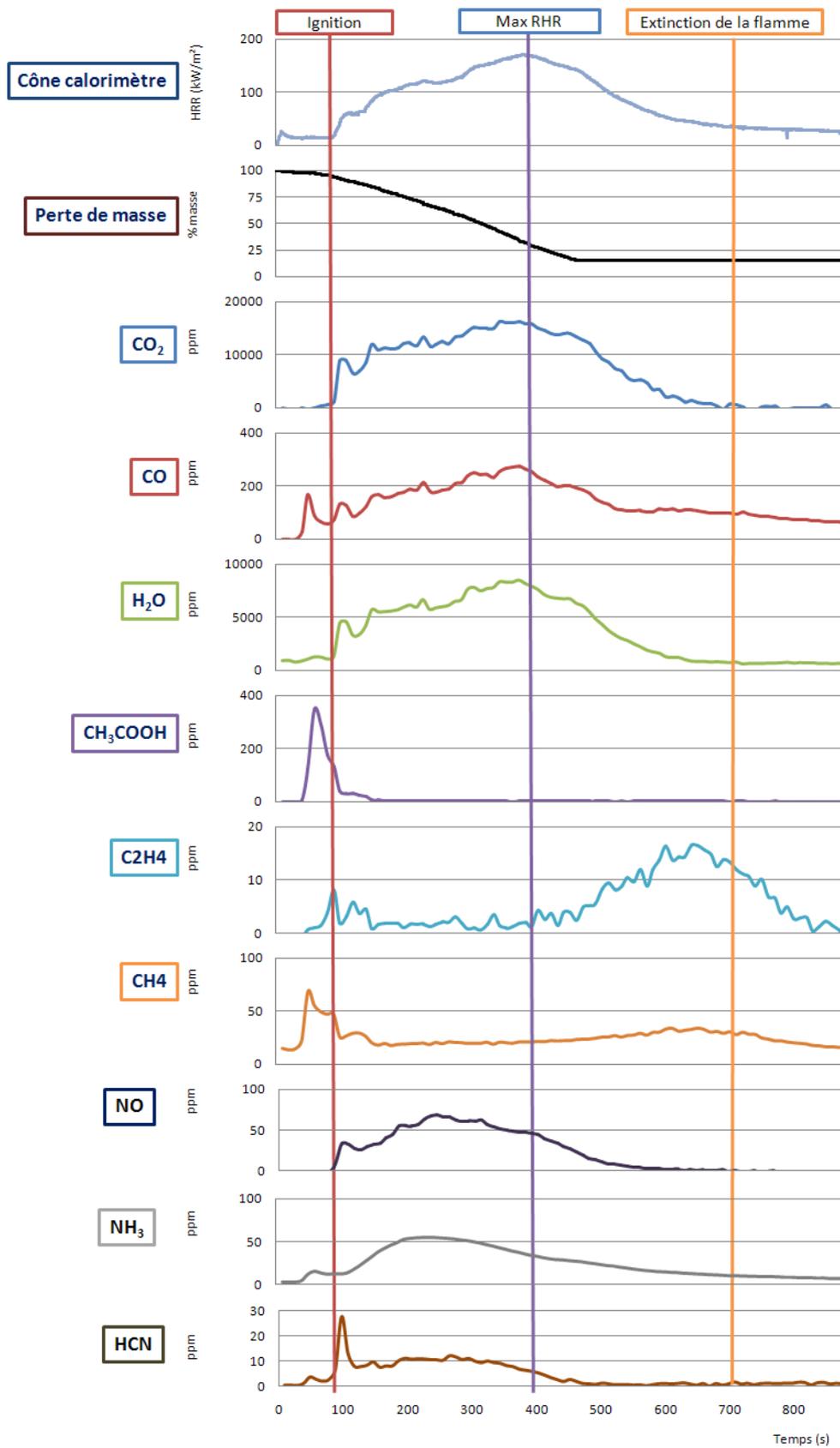


6. Etude de la formulation EVA/AP760 (30%w).

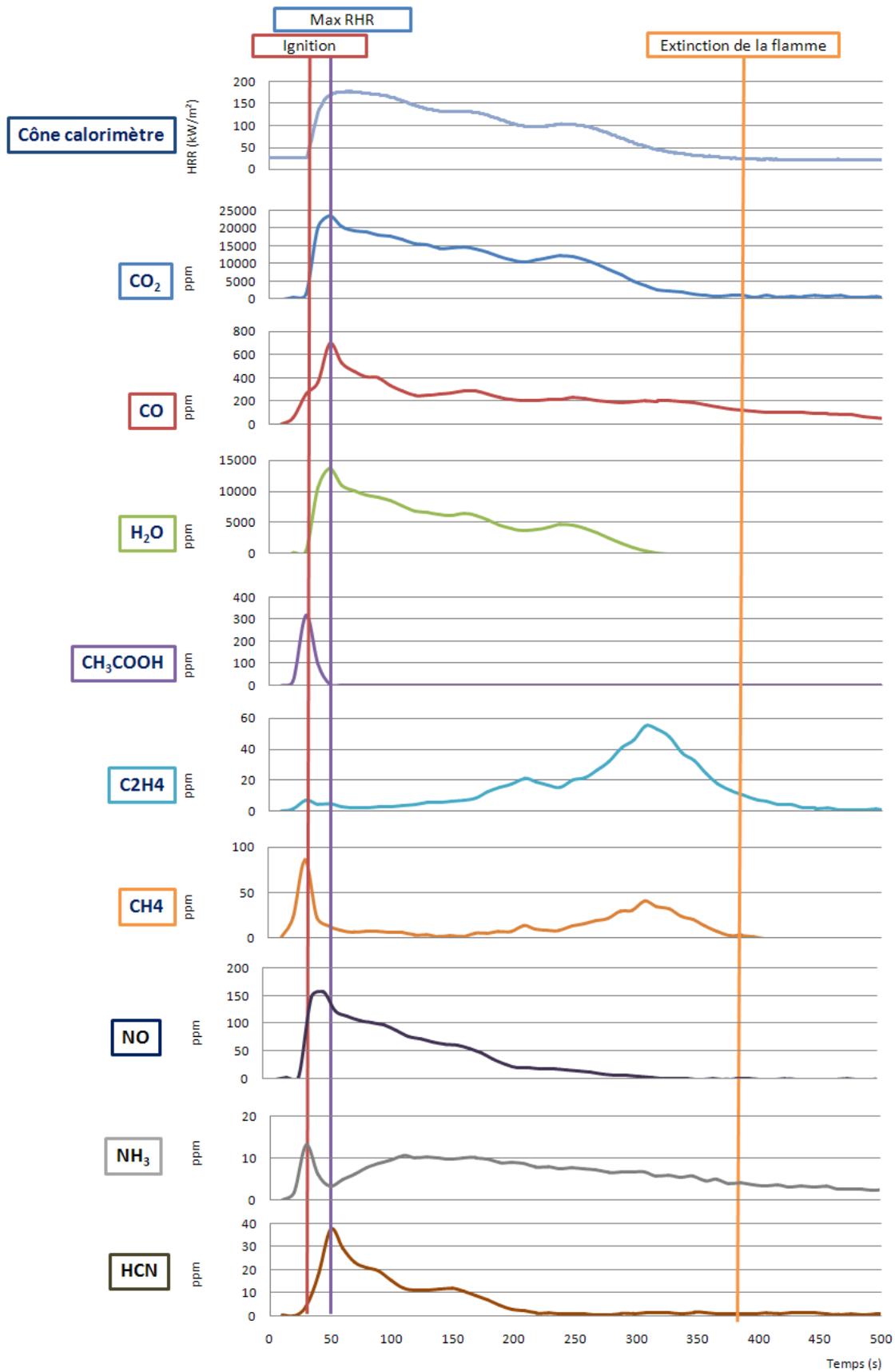
6.1. EVA/AP760 30%w.



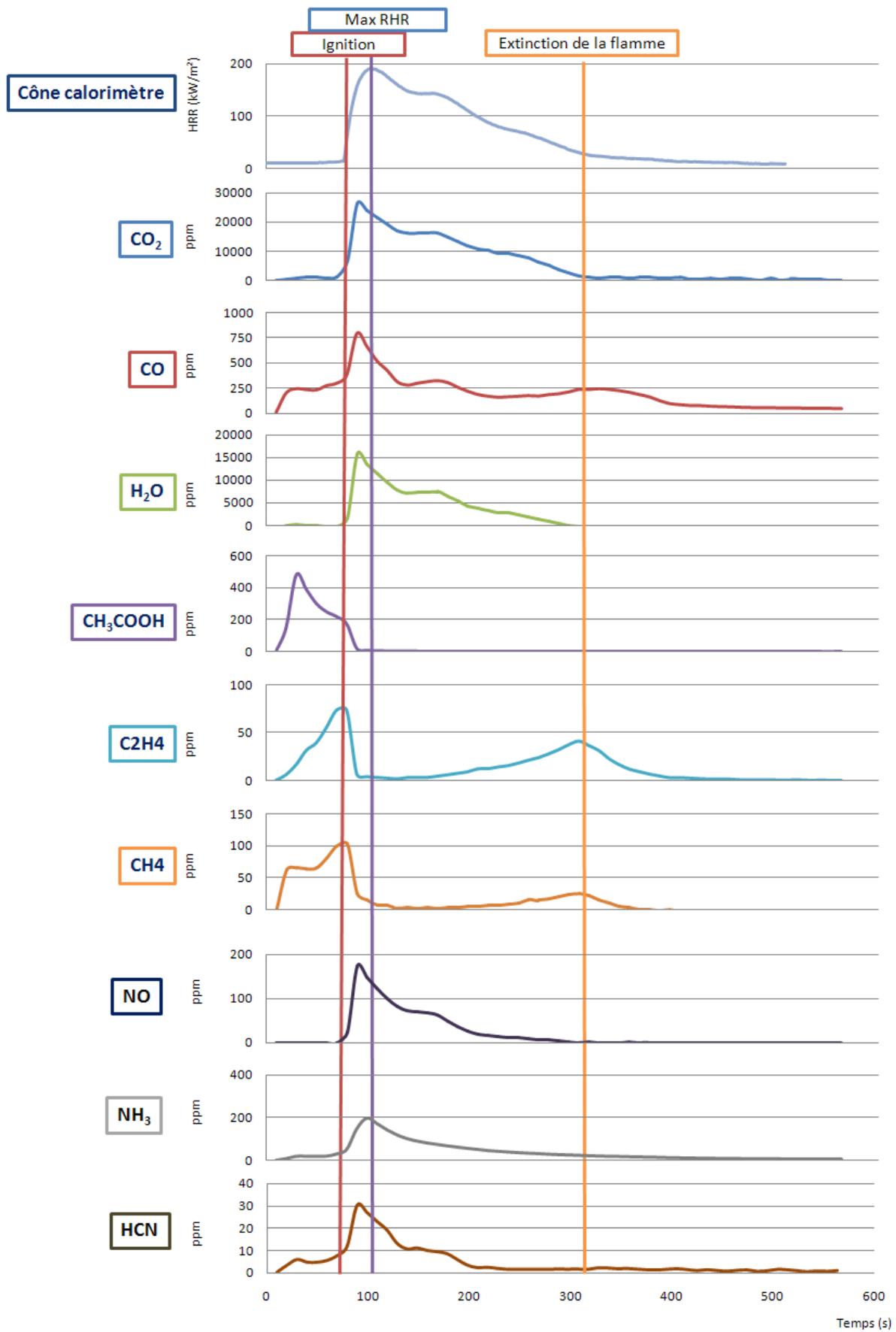
6.2. EVA/AP760 30%w sans ignition forcée.



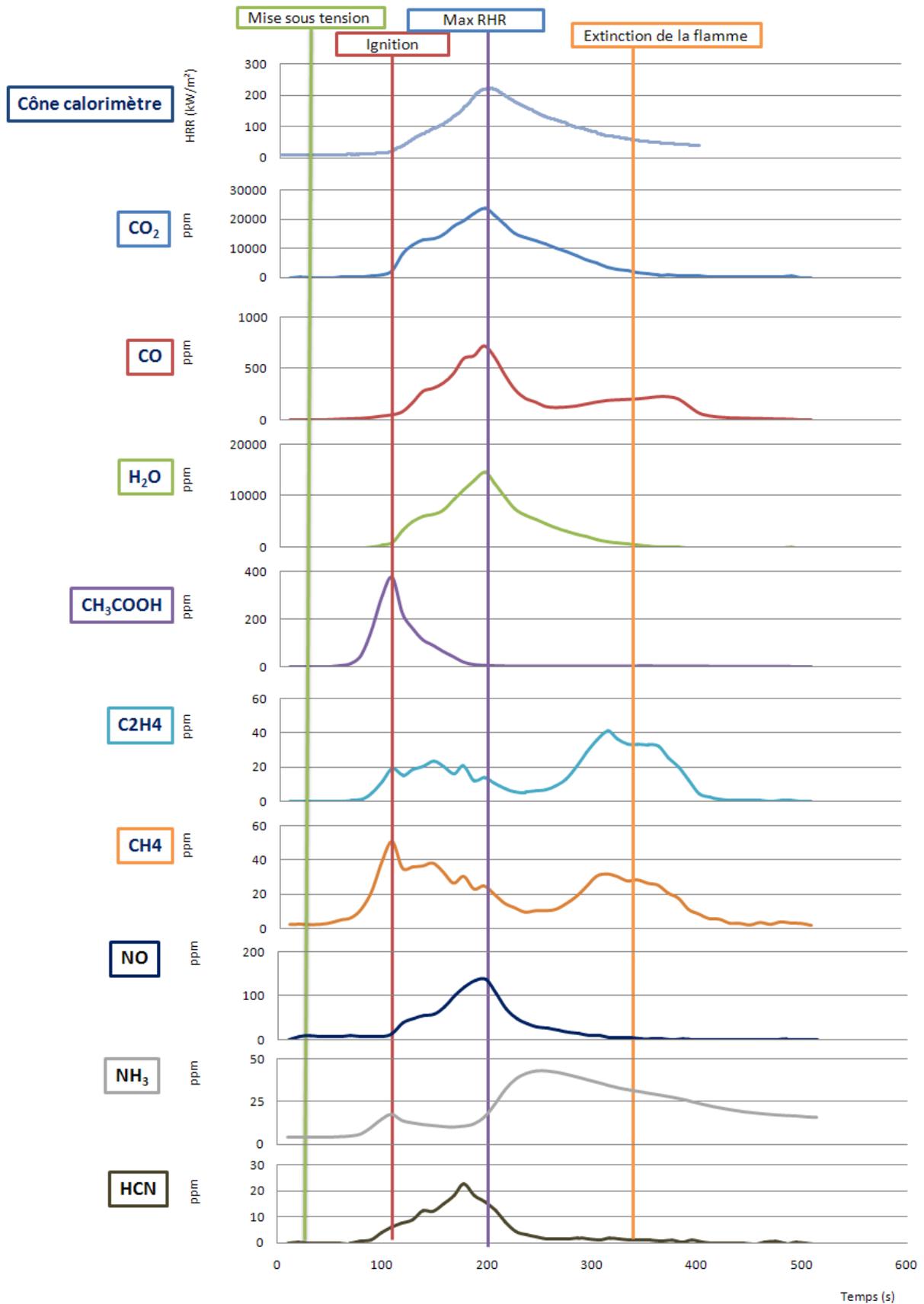
6.3. EVA/AP760 30%w avec conducteur I=32Aeq.



6.4. EVA/AP760 30%w sans ignition forcée avec conducteur I=32Aeq.

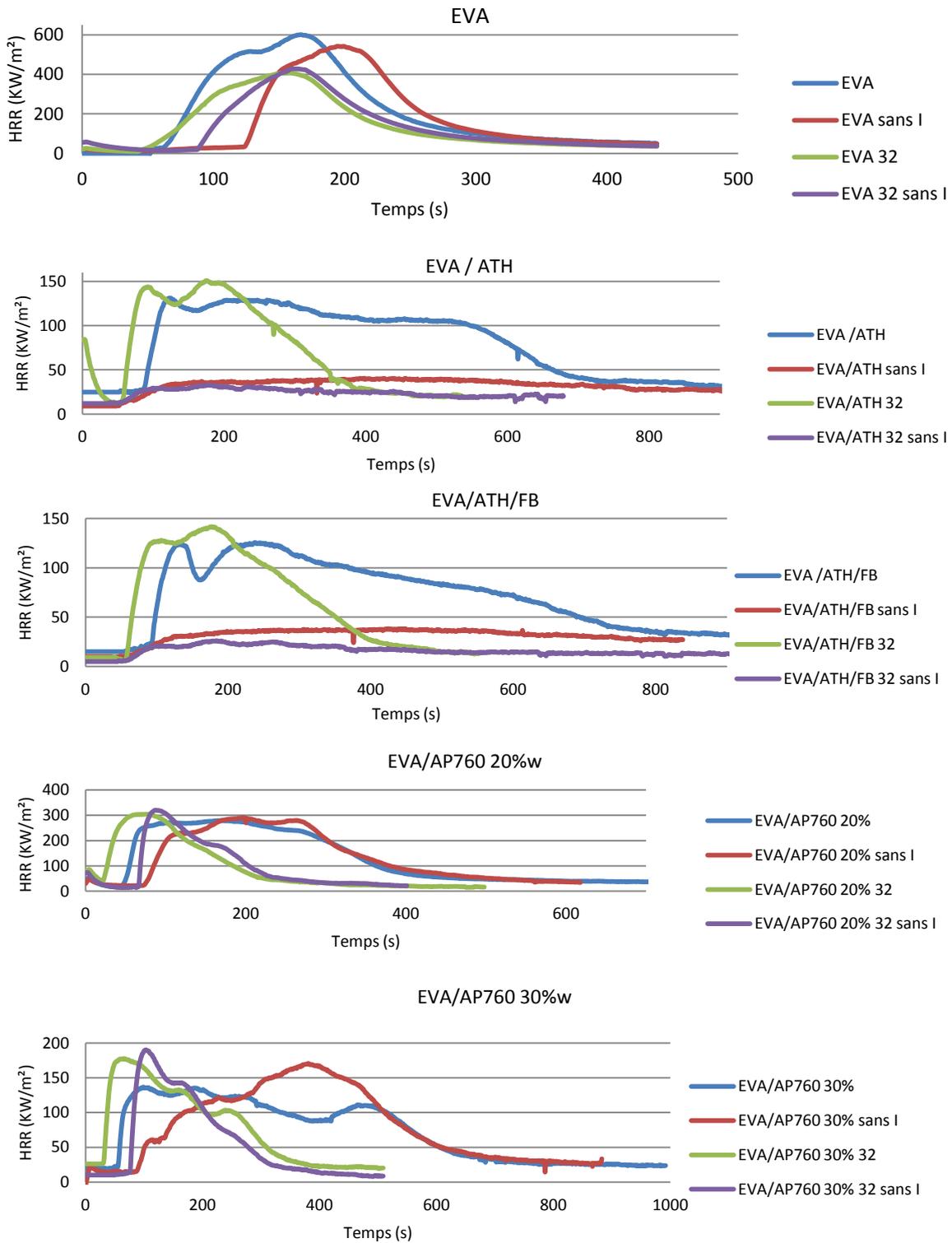


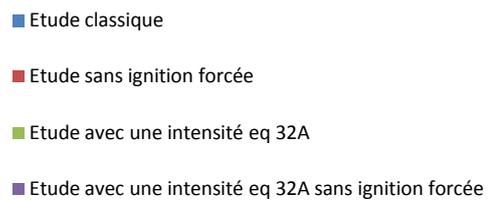
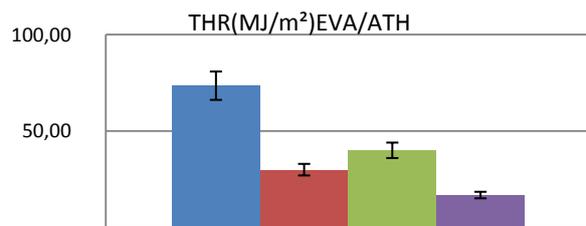
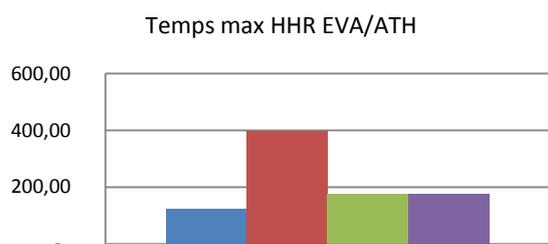
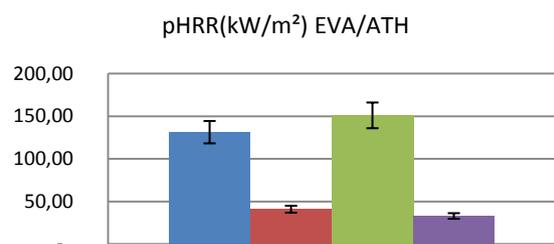
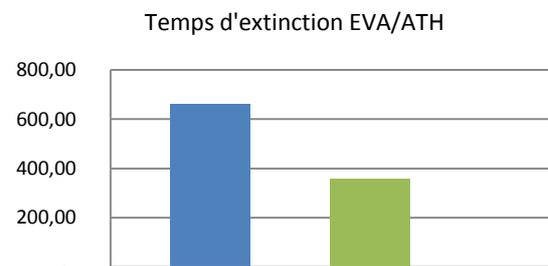
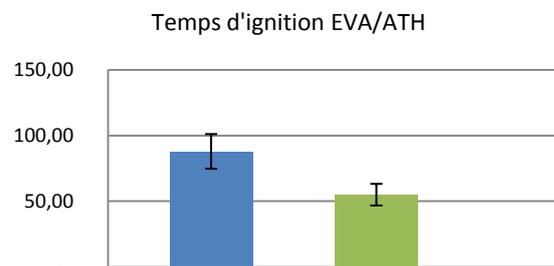
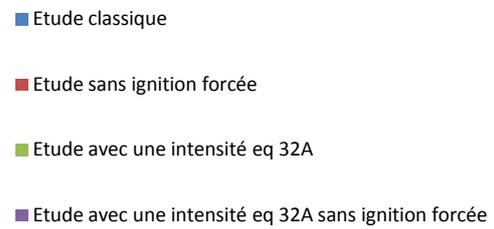
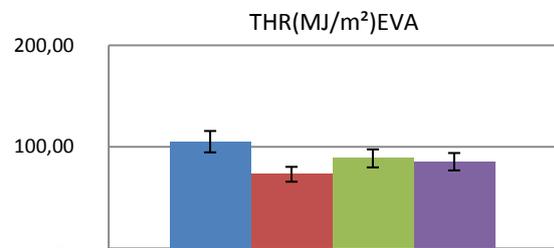
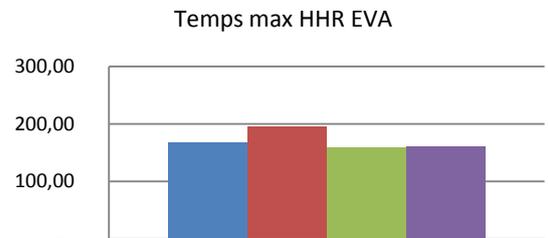
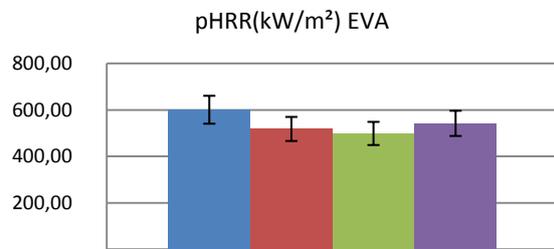
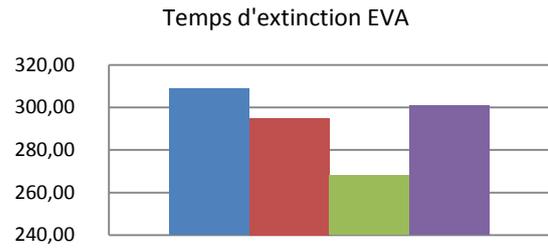
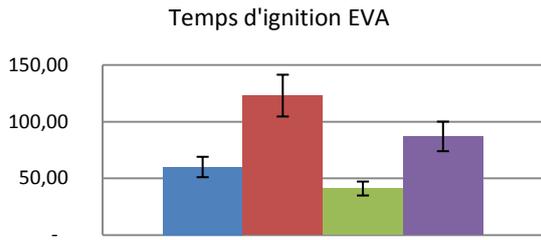
6.5. EVA/AP760 30%w avec conducteur I=60Aeq sans flux radiatif.

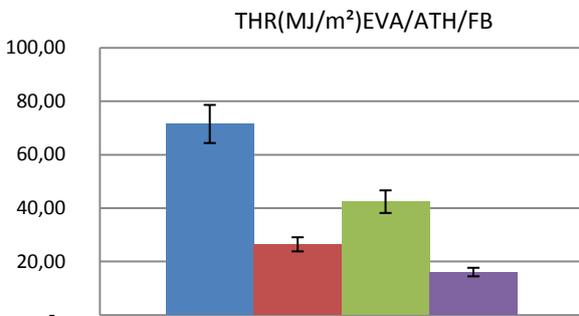
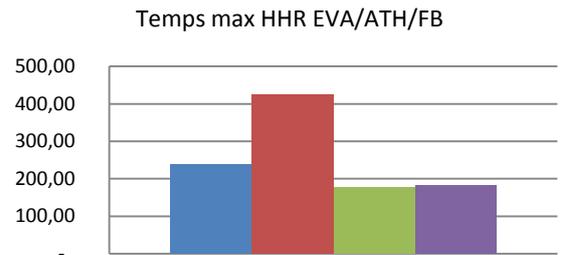
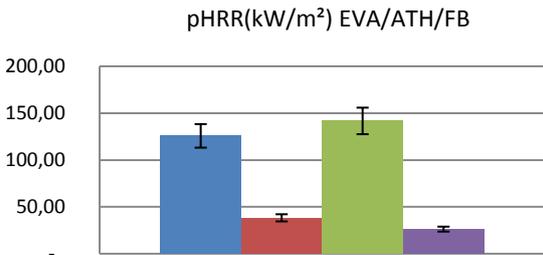
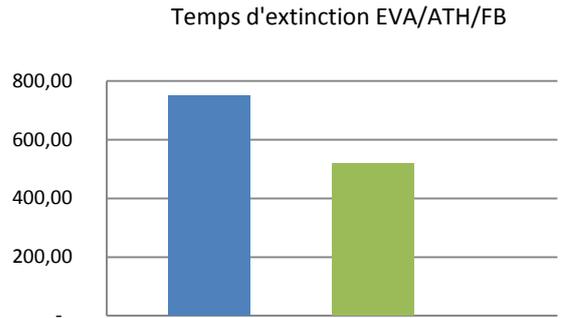
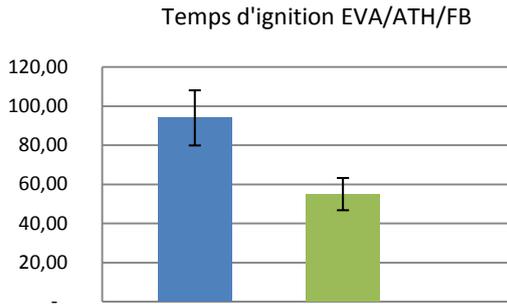


7. Résumé de l'étude au cône calorimètre/couplé FTIR.

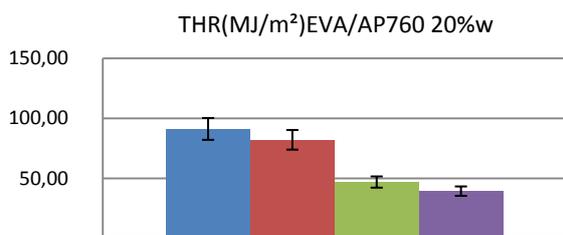
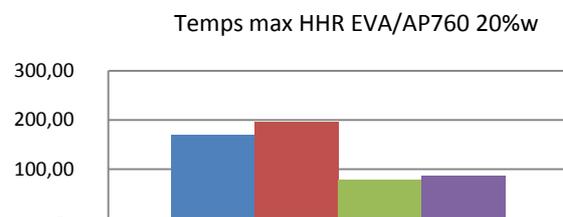
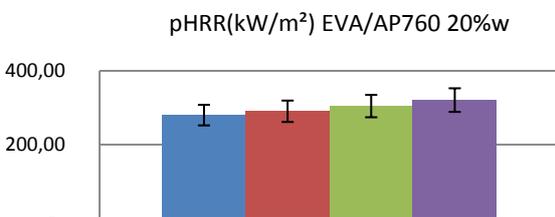
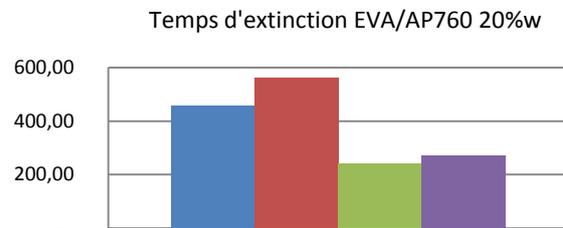
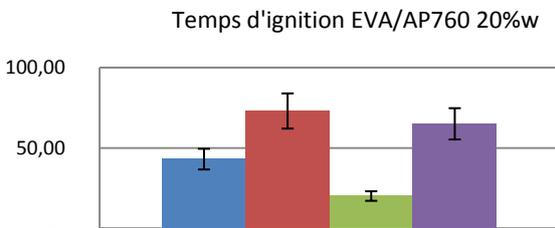
7.1. Etude des différents scénarios.



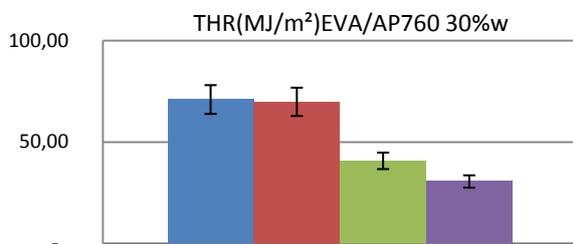
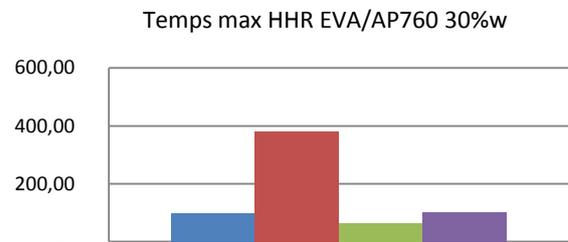
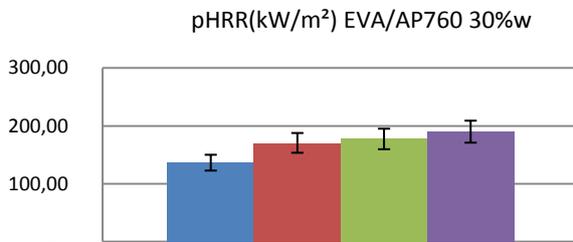
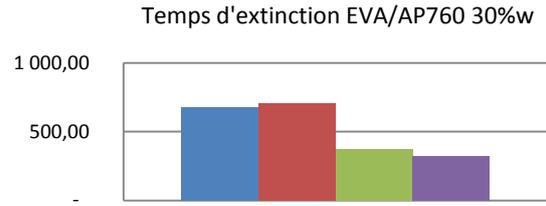
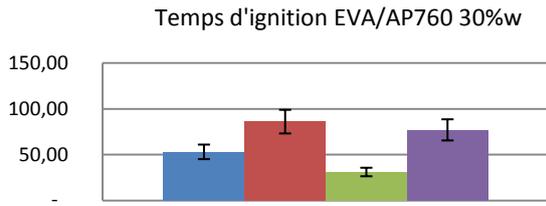




- Etude classique
- Etude sans ignition forcée
- Etude avec une intensité eq 32A
- Etude avec une intensité eq 32A sans ignition forcée

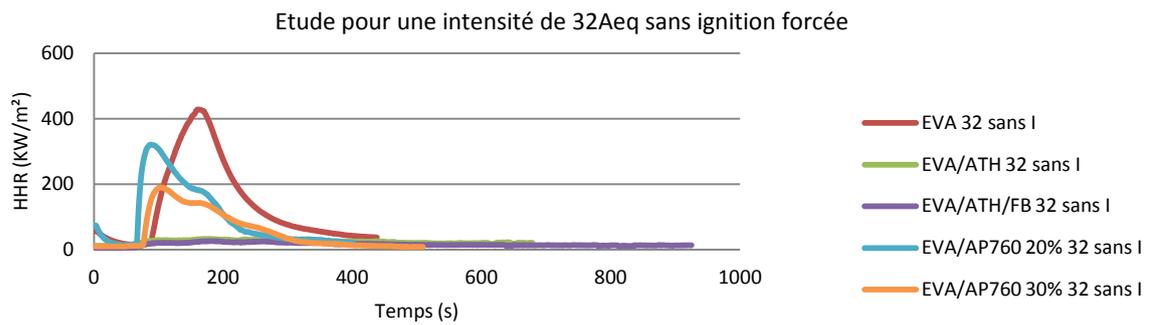
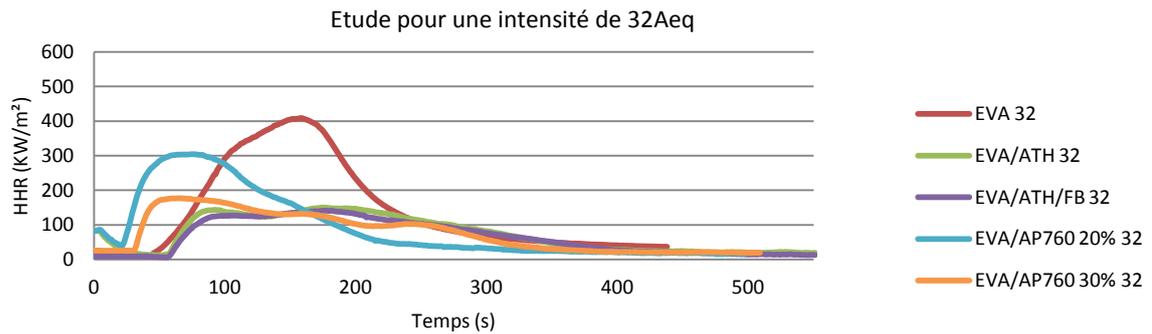
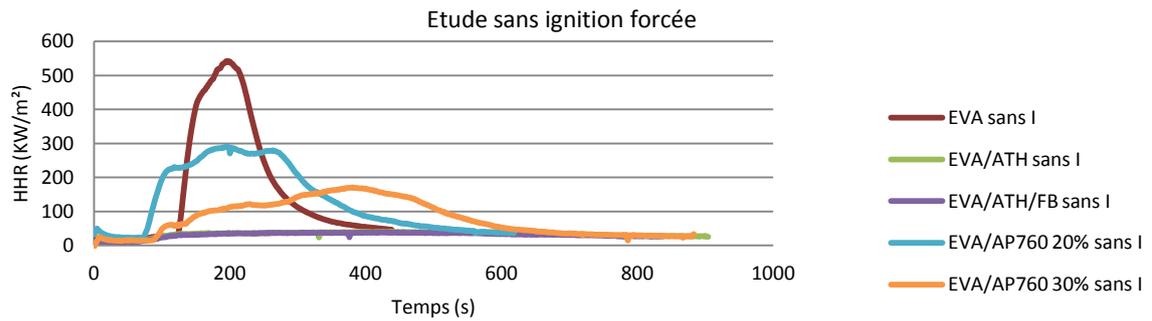
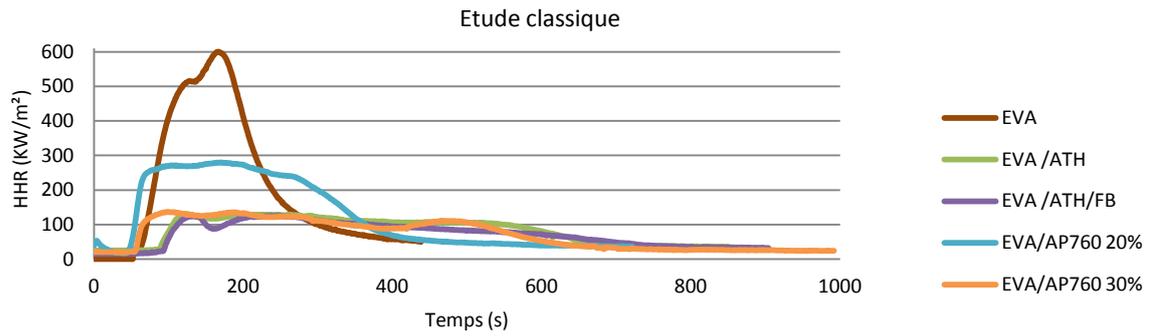


- Etude classique
- Etude sans ignition forcée
- Etude avec une intensité eq 32A
- Etude avec une intensité eq 32A sans ignition forcée



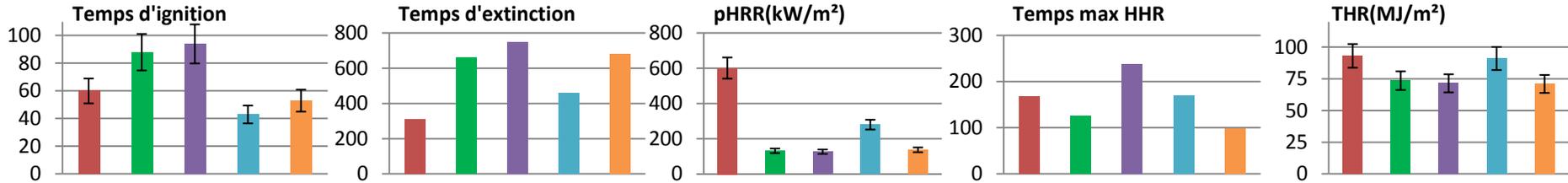
- Etude classique
- Etude sans ignition forcée
- Etude avec une intensité eq 32A
- Etude avec une intensité eq 32A sans ignition forcée

8. Etude des différentes formulations.

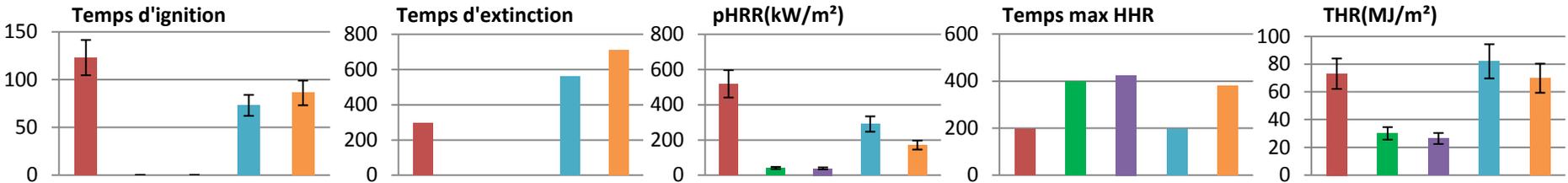




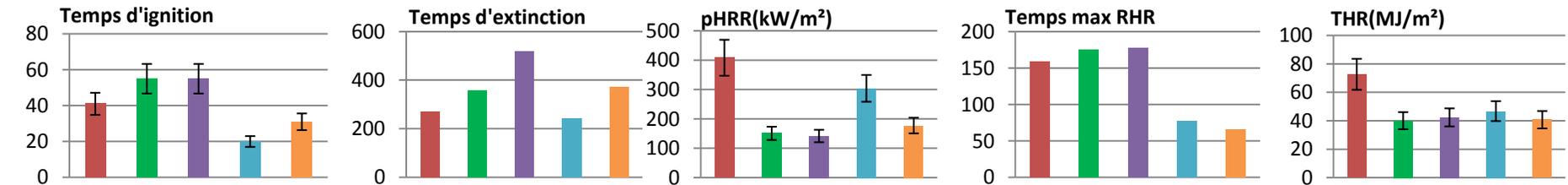
Etude classique



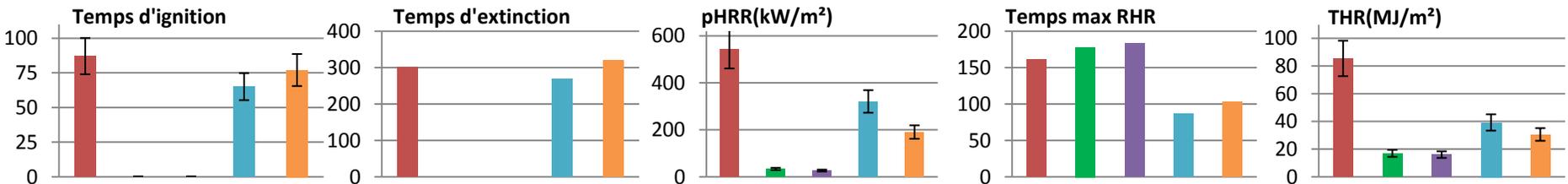
Etude sans ignition forcée



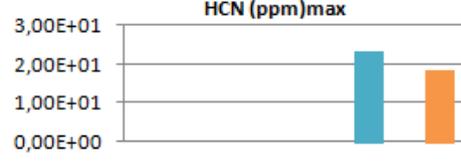
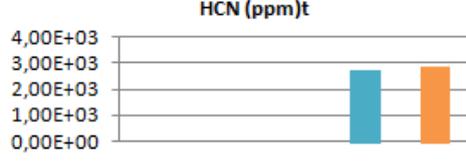
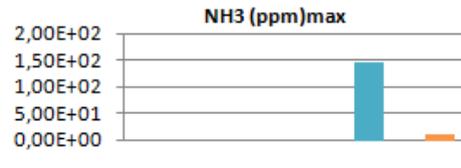
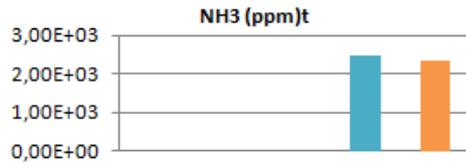
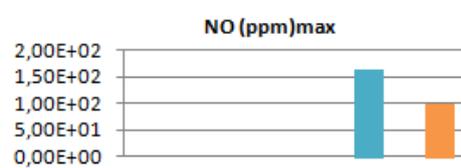
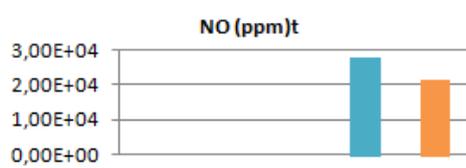
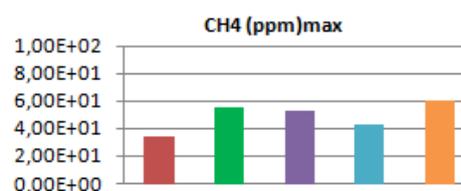
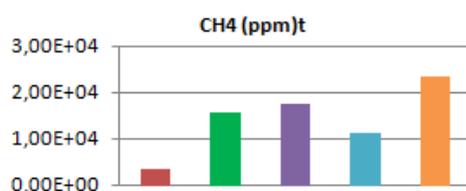
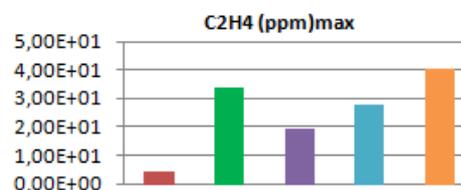
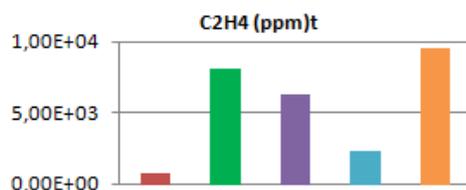
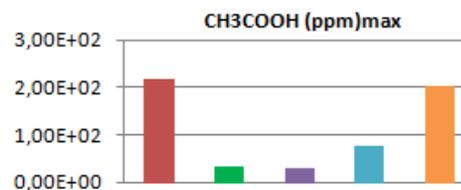
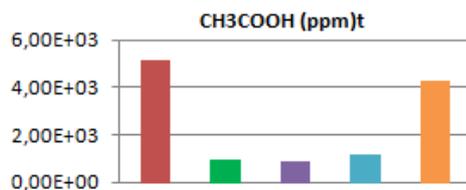
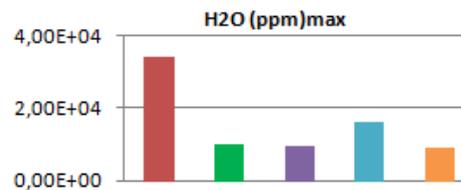
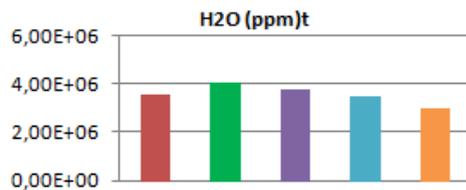
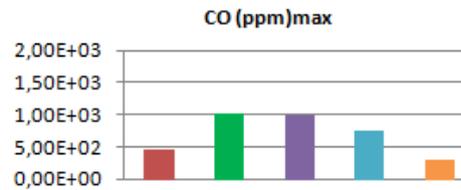
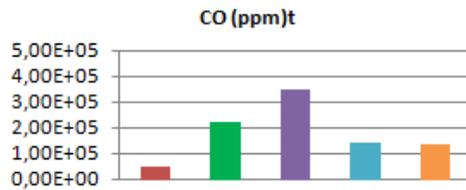
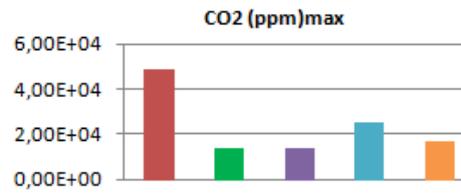
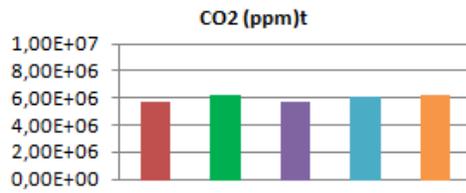
Etude pour une intensité de 32Aeq



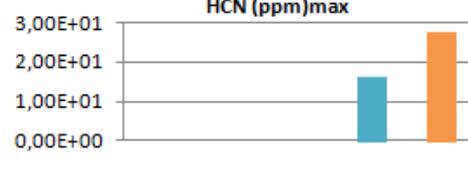
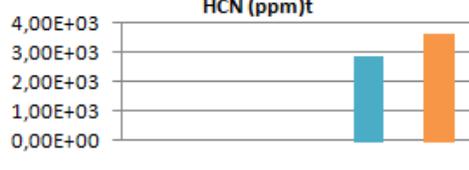
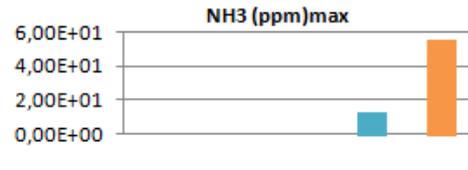
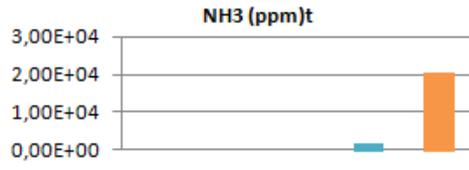
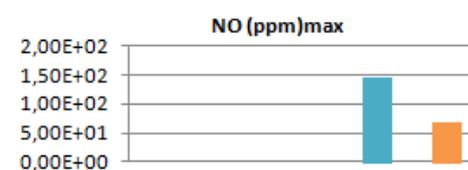
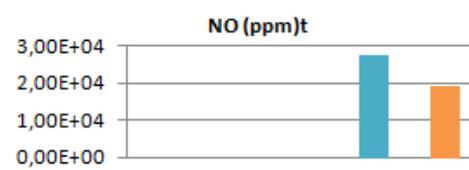
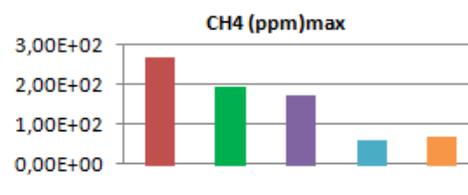
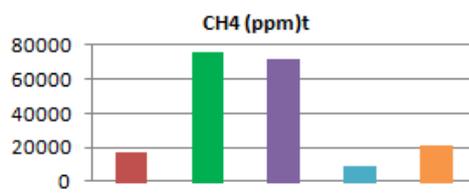
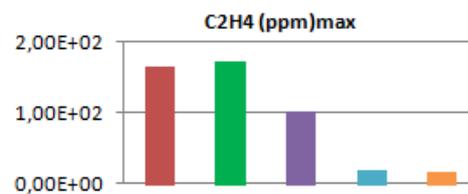
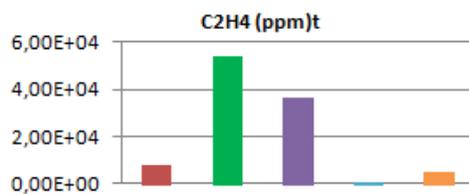
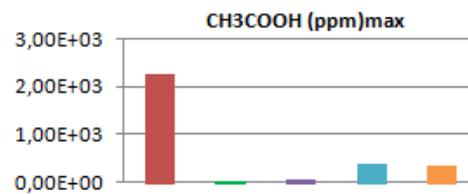
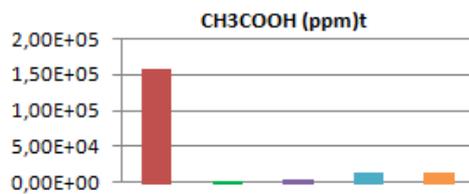
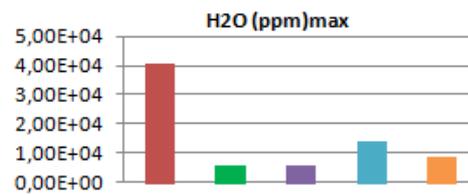
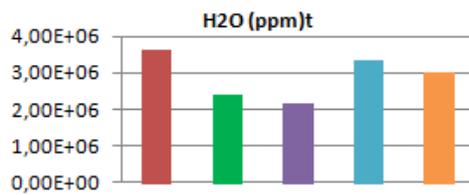
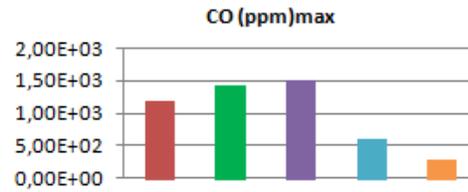
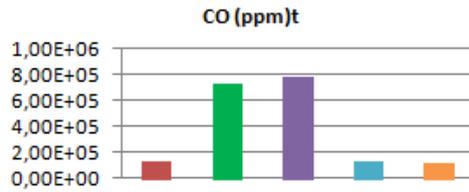
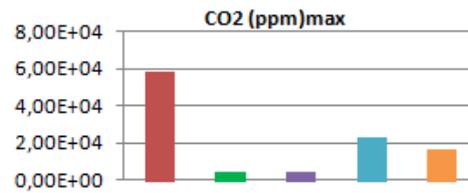
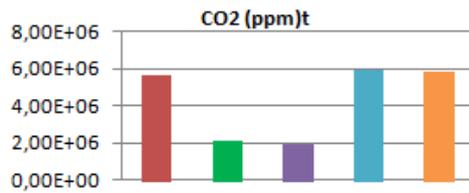
Etude pour une intensité de 32Aeq sans ignition forcée



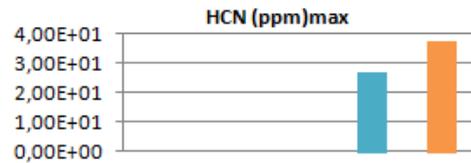
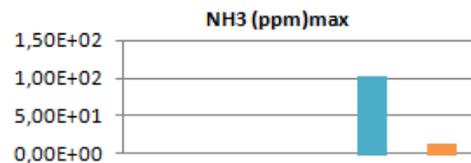
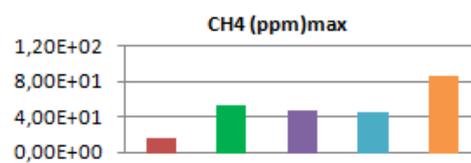
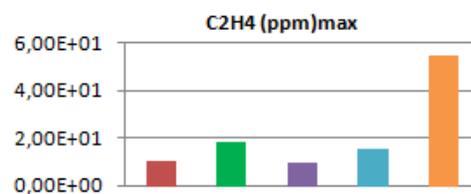
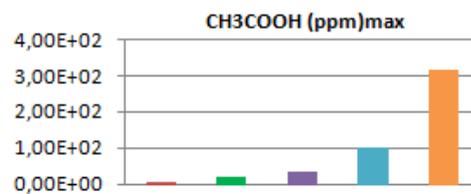
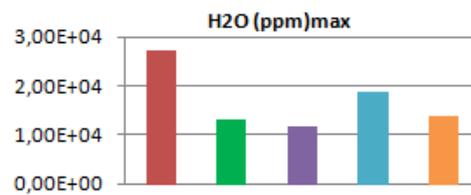
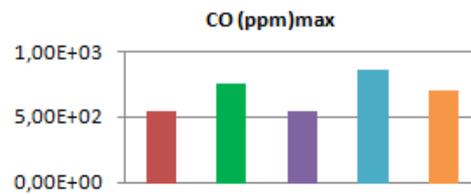
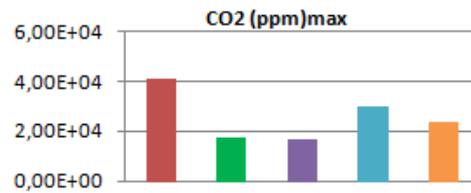
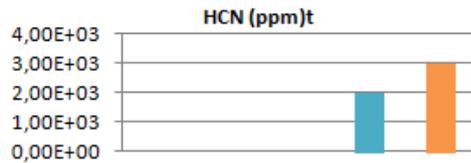
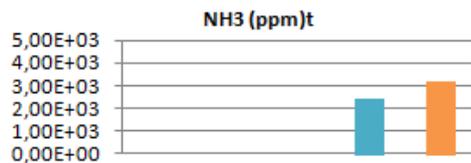
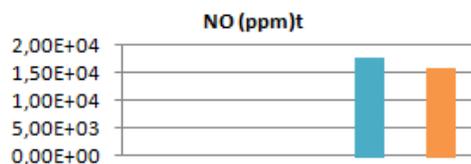
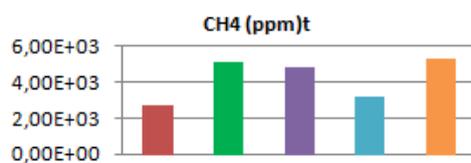
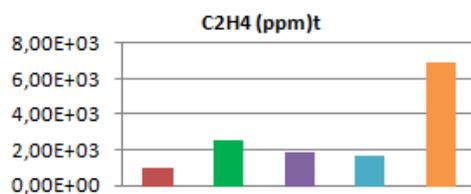
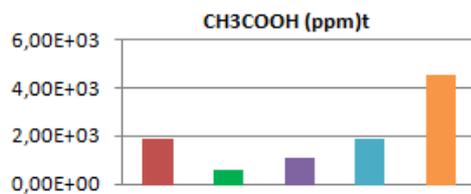
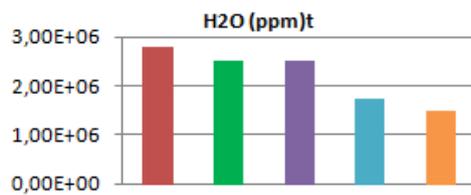
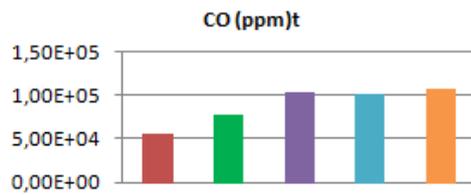
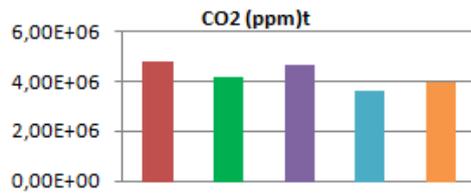
9. Etude classique résumé FTIR.



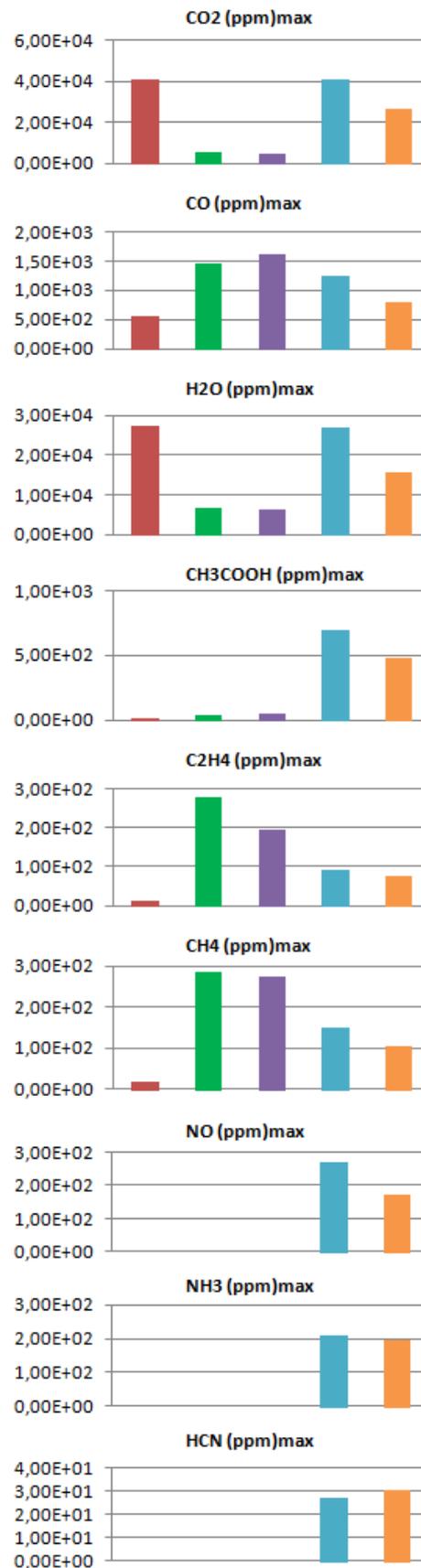
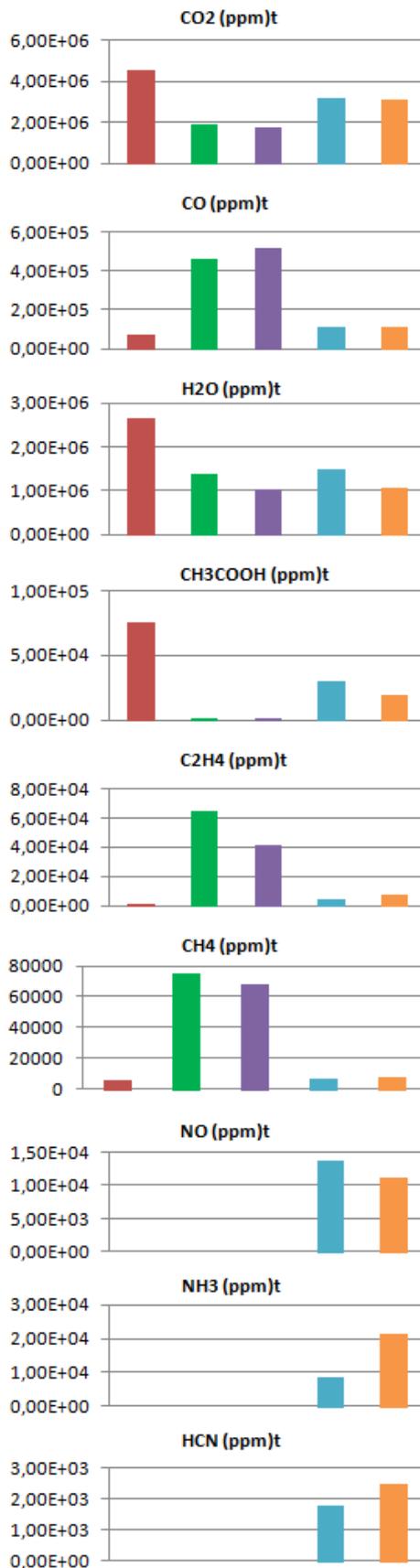
10. Etude sans ignition forcée résumé FTIR.



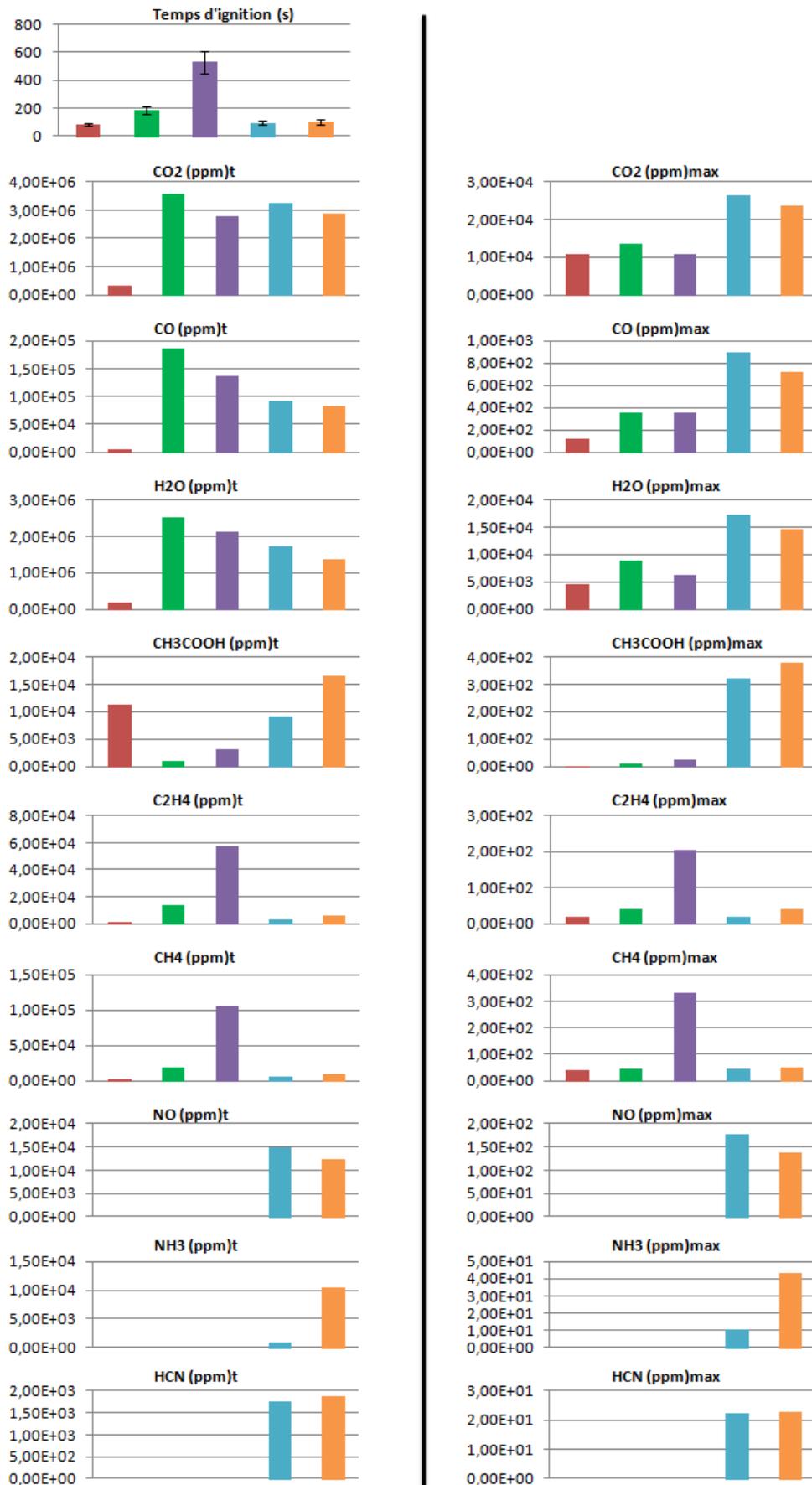
11. Etude avec une intensité de 32Aeq résumé FTIR.



12. Etude avec une intensité de 32Aeq sans ignition forcée résumé FTIR.

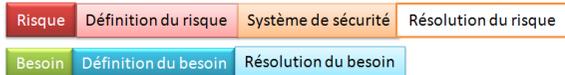
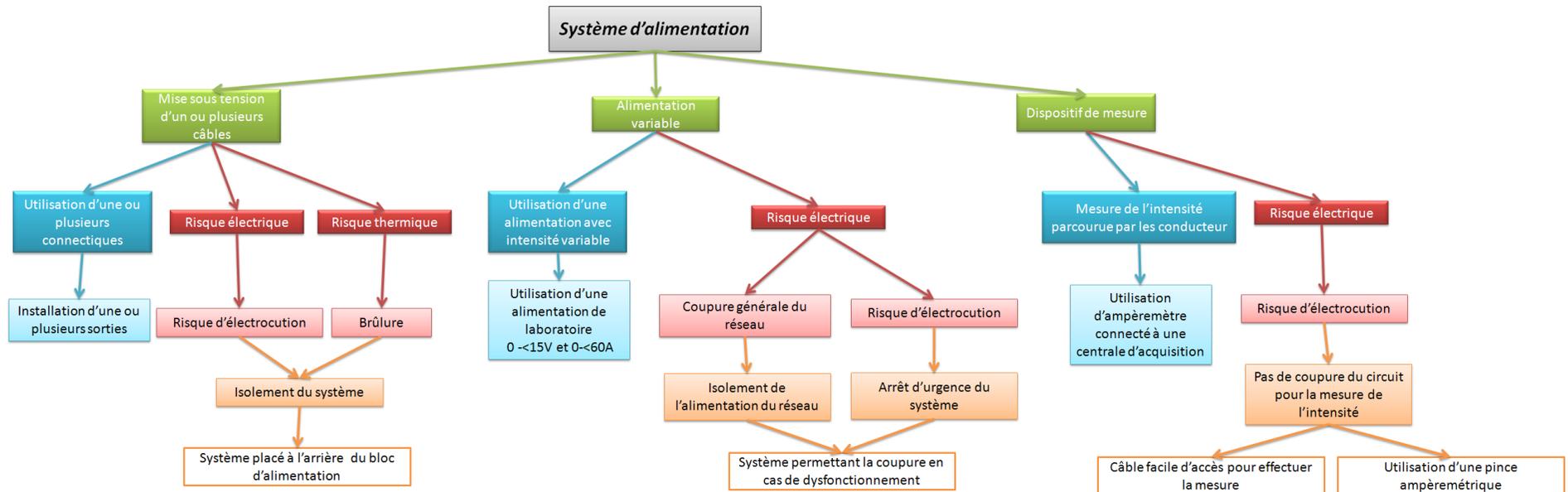


13. Etude avec une intensité de 60Aeq sans flux radiatif résumé.



Annexe 4 :
Cahier des charges pour l'élaboration
des structures et modules.

2. Cahier des charges techniques pour l'élaboration du bloc d'alimentation.



Annexe 5 :
Spécificités du bloc d'alimentation.

L'utilisation d'intensité importante présente d'abord un risque pour l'utilisateur (tableau A5.1) mais également un risque pour les installations voisines.

Tableau A5.1: Résumé des effets du courant alternatif sur l'homme [77].

Intensité mA	Effets
0.5	Perception cutanée
5	Secousse électrique
10	Contracture entraînant une incapacité de lâcher prise
25	Tétanisation des muscles respiratoires (asphyxie si > 3 min)
40 (5s)	Fibrillation ventriculaire
50 (1s)	Fibrillation ventriculaire
2 000	Inhibition des centres nerveux

Pour le choix de l'alimentation, nous avons décidé d'utiliser une alimentation ne produisant pas de courant électrique dangereux pour l'homme, qui correspond à une tension inférieure à 50V en courant alternatif ou à une tension inférieure à 120V en courant continu [79].

1. Alimentation.

Le système d'alimentation choisi est une alimentation de laboratoire VOLTcraft® à mémoire réglable 1 à 15V DC 0 à 60A. Cette alimentation permet d'alimenter un ou plusieurs câbles avec une intensité importante permettant ainsi l'application des scénarios. Une alimentation continue a été privilégiée afin de ne pas avoir d'effet de peau. De plus, elle n'entraîne pas de fluctuation de l'effet joule dans le temps contrairement à une alimentation alternative (figure A5.1).

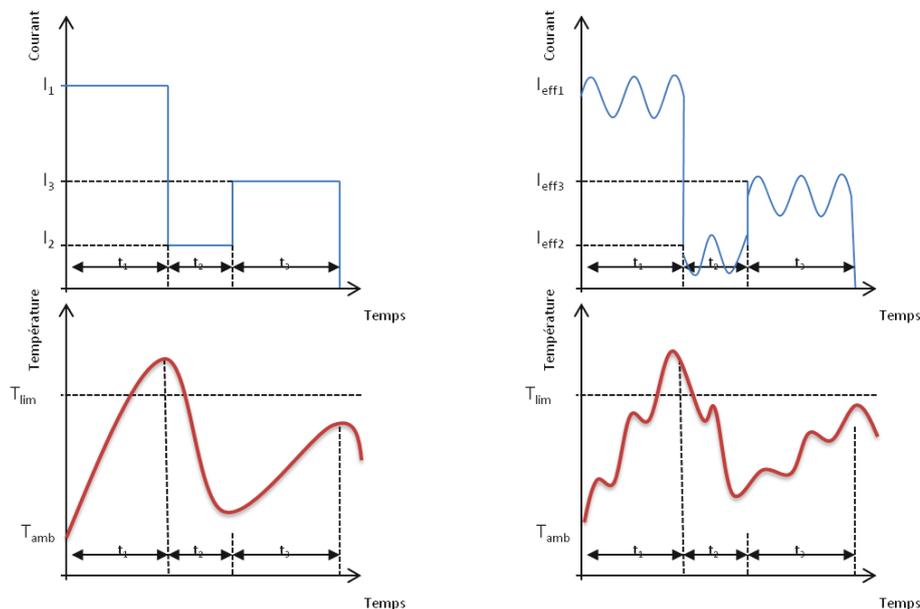


Figure A5.1 : Schématisation de la variation de la température d'un câble soumis à un profil de courant continu à gauche et de courant alternatif à droite [80].

Il a donc été nécessaire d'isoler l'alimentation du réseau mais également d'y inclure un système de sécurité permettant la coupure de l'alimentation en cas de dysfonctionnement.

2. Les systèmes de sécurité.

Le risque d'accident du travail d'origine électrique est faible en regard des autres risques. Cependant, les accidents qui en résultent sont particulièrement graves. Ils sont souvent dus à une méconnaissance des risques, à un mode opératoire dangereux ou à une mauvaise préparation.

Comparer aux autres risques, le risque électrique présente un danger supplémentaire car il ne présente ni odeur ni signe visuel permettant la détection de celui-ci.

Dans ce projet, il est important de veiller à ce que la protection des personnes et des biens liée à l'installation soit correctement assurée. L'aspect sécurité est essentiel car le risque lié à l'utilisation de courant électrique est très sérieux.

Les effets du courant électrique sur le corps humain dépendent de plusieurs facteurs parmi lesquels on peut citer : la nature et l'intensité du courant qui traverse le corps humain (continu, alternatif), la durée du passage et le trajet pris par le courant dans le corps humain, les caractéristiques physiologiques de l'individu, etc.... [77].

Afin d'éviter tout danger, il est indispensable de prendre en considération les éléments à risque, de les isoler et d'utiliser du matériel adapté aux intensités maximales admissibles par le système.

Pour les organes de sécurité liés au montage, nous avons inclus un interrupteur coup de poing permettant l'arrêt de la manipulation en cas de dysfonctionnement et un disjoncteur différentiel permettant la coupure en cas de dysfonctionnement de l'alimentation.

Le disjoncteur différentiel à courant résiduel utilisé se compose d'un module différentiel associé à un disjoncteur. Ce module différentiel contrôle la somme des courants de phase et du neutre. Si celle-ci n'est pas nulle, il y a une fuite de courant à la terre. Il permet la détection des défauts d'isolement de l'installation en vue d'assurer la protection des personnes. Le seuil de courant de défaut entraînant le déclenchement s'appelle la sensibilité ID_n et est ici de 30 mA. Un courant d'intensité 30 mA qui traverse le corps humain pendant quelques secondes n'entraîne pas de dégâts irréversibles. C'est pourquoi les dispositifs DR haute sensibilité sont efficaces dans les cas où la continuité du conducteur de protection ne peut pas être garantie [81].

On a utilisé pour la réalisation du circuit électrique des câbles de 10 mm² ayant un courant nominal de 60 A. Les autres éléments tels que les douilles et les connecteurs sont tous adaptés à l'ampérage maximal.

Pour l'étude de la résistance à la flamme, nous avons ajouté dans le bloc d'alimentation 4 résistances de puissance en parallèle.

Le schéma du montage électrique du bloc d'alimentation se trouve ci-dessous.

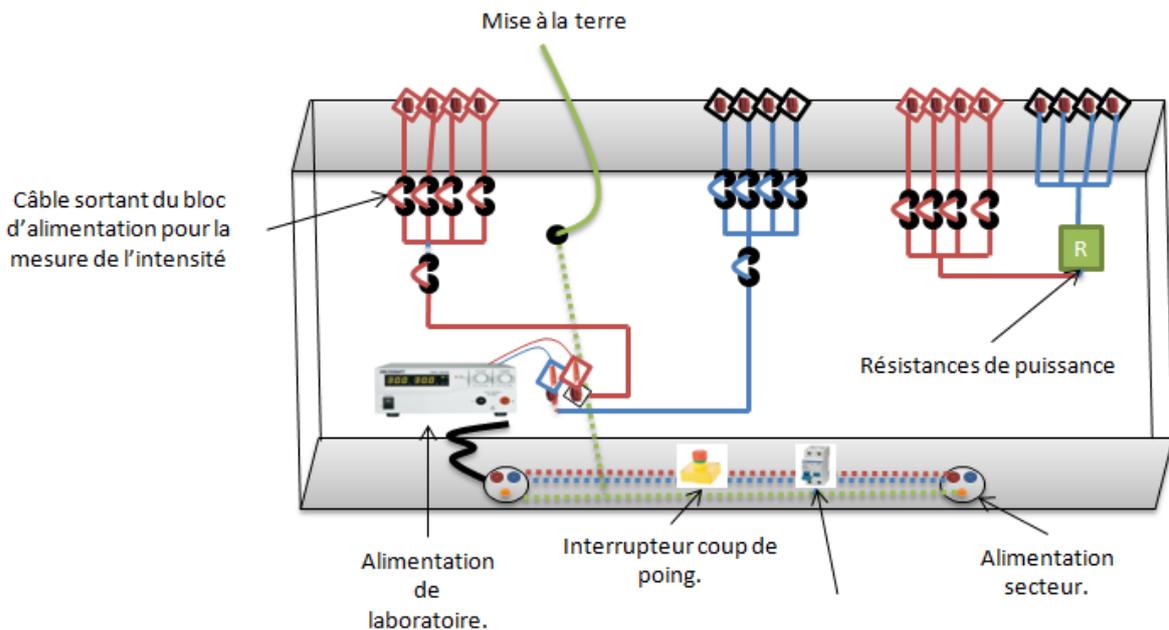


Figure A5.2 : Schéma du bloc de sécurité permettant l'alimentation de câble.

Annexe 6 :
Protocoles d'essai pour la
caractérisation du comportement au
feu de gaine isolante de câble électrique
simple.

1. Mode opératoire pour l'étude au cône calorimètre couplé FTIR.

Pour l'étude au cône calorimètre couplé FTIR, il faut se reporter aux notices correspondantes pour l'utilisation de ces appareils.

Avant chaque test, il est nécessaire de nettoyer le filtre 1 (figure A6.1).

Le point important à noter avant le test au cône calorimètre couplé FTIR est l'utilisation d'un portoir spécifique. La caractéristique de ce portoir est qu'il est réalisé en matériau isolant. Pour plus de simplicité, nous avons utilisé une plaque de vermiculite ayant une épaisseur de 25mm découpée à la dimension désirée (150 x 150 mm). Nous avons ensuite creusé dans cette plaque un emplacement pour l'échantillon 105 x 105 mm. Une marge est nécessaire pour pouvoir y placer l'échantillon possédant des conducteurs. L'utilisation de ce portoir implique que la surface soumise au flux radiatif sera de 100cm², paramètre important pour le calcul du HRR.

- À l'aide de papier de verre, poncer le conducteur mis à nu avant de le connecter au système permettant l'alimentation.
- Vérifier que le bloc d'alimentation est hors tension (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et déconnecter les câbles derrière le bloc.
- Mettre sous tension l'alimentation et appliquer l'intensité désirée à l'aide du bouton curent (se référer pour tout problème lié à l'alimentation, à la notice). Une fois programmée l'intensité devient quasi nulle (0.1A) et la tension à 15 V.
- Mettre hors tension l'alimentation (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et reconnecter les câbles derrière le bloc. Attention connecter les câbles par deux : une entrée et une sortie. Puis, à l'aide des pinces situées à l'extrémité des câbles connecter les câbles au système permettant le contact entre le bloc d'alimentation et le conducteur présent dans l'échantillon (figure A6.1).

Mettre sous tension l'alimentation.

Remarque : Si l'alimentation ne délivre pas d'intensité mettre *hors tension* (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et vérifier à l'aide d'un ohmmètre qu'il n'y a pas de résistance qui empêcherai l'alimentation de délivrer une intensité (le ohmmètre doit être inférieur à 10Ω). Sinon vérifier les contacts entre les différentes connections et utiliser de nouveau du papier de verre afin de poncer les conducteurs.

- Après 10 minutes sous tension (pour le test à 32eqA), ouvrir le shutter et appliquer l'arc électrique ou non selon le test. *Attention* ne pas toucher le conducteur.
- À la fin de la manipulation, mettre *hors tension* le montage (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension).

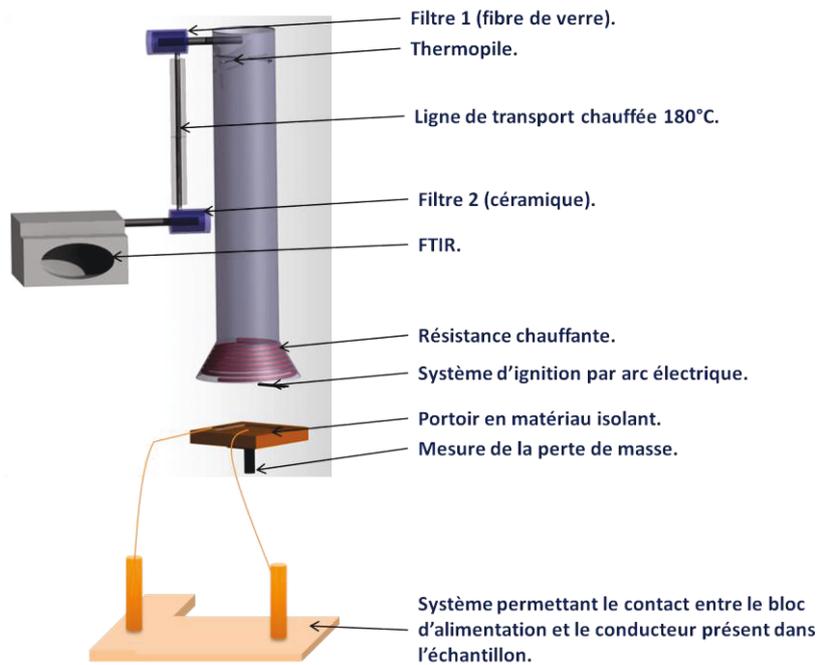


Figure A6.1 : Représentation du montage pour le test au cône calorimètre.

2. Mode opératoire pour l'étude de la propagation de la flamme.

- Placer le montage dans la position désirée soit en position horizontale, soit en position verticale (figure A6.2). Ensuite, relier à l'aide d'un conducteur en cuivre de diamètre 1 mm minimum (poncer préalablement afin d'enlever les traces de cuivre oxydé ou de polymère recouvrant le cuivre), le système permettant l'application de l'intensité et le système permettant de mettre les câbles sous tension.

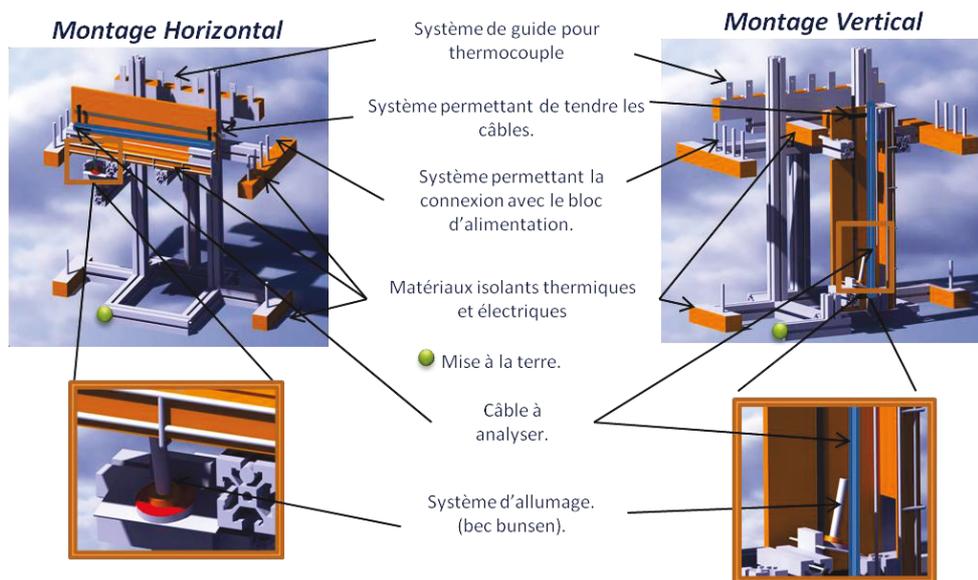


Figure A6.2 : Schémas du montage.

- À l'aide de papier de verre, poncer le conducteur mis à nu avant de le connecter au système permettant de tendre les câbles.
- Vérifier que le bloc d'alimentation est *hors tension* (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et déconnecter les câbles derrière le bloc.

- Mettre sous tension l'alimentation et appliquer l'intensité désirée à l'aide du bouton curent (se référer pour tout problème lié à l'alimentation, à la notice). Une fois programmée l'intensité devient quasi nulle (0.1A) et la tension à 15V.
- Mettre hors tension l'alimentation (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et reconnecter les câbles derrière le bloc. Attention connecter les câbles par deux : une entrée et une sortie. Puis, à l'aide des pinces situées à l'extrémité des câbles connecter les câbles au système permettant l'application de l'intensité.
- Pour l'alimentation du bec bunsen, ouvrir les vannes du circuit correspondant, et programmer le débitmètre pour que le débit de méthane soit de 0.2 L/min.
- Mettre sous tension l'alimentation.

Remarque : Si l'alimentation ne délivre pas d'intensité mettre hors tension (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et vérifier à l'aide d'un ohmmètre qu'il n'y a pas de résistance qui empêcherai l'alimentation de délivrer une intensité (le ohmmètre doit être inférieur à 10Ω). Sinon vérifier les contacts entre les différentes connexions et utiliser de nouveau du papier de verre afin de poncer les conducteurs.

- Après 10 minutes sous tension, ouvrir la vanne d'alimentation en méthane et à l'aide d'un allume gaz initié à la flamme le câble. Attention ne pas toucher le conducteur avec l'allume gaz.
- Pour des soucis de répétabilité, la mesure de la propagation de la flamme commence au moment où l'inflammation du matériau s'est éloignée de la flamme du brûleur d'une distance de 1cm (figure A6.3).

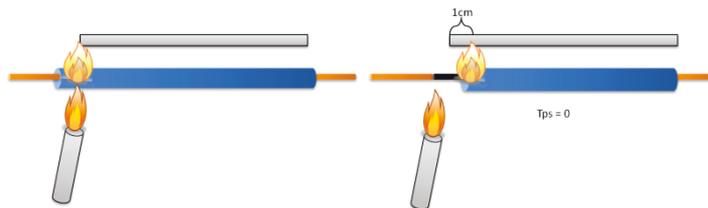


Figure A6.3 : Représentation du protocole de mesure de la propagation de la flamme.

- À la fin de la manipulation, mettre hors tension le montage (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension). Mettre en route la ventilation permettant l'évacuation des gaz. Fermer la vanne d'alimentation de gaz (attention : vérifier que le circuit de gaz soit purgé en fin de manipulation afin de ne pas laisser de gaz dans les canalisations).

3. Mode opératoire pour l'étude de l'allumabilité.

L'échantillon utilisé pour ce test est un échantillon de dimension : 10 x 6 x 3 mm qui correspond à deux conducteurs utilisés en câblerie basse tension (figure A6.5).



Figure A6.4 : Caractéristiques de l'échantillon.

Sur cet échantillon, on enroule un fil de cuivre de diamètre 0.85 mm préalablement poncé à l'aide de papier de verre (figure A6.6).



Figure A6.5 : Schéma spécifiant la mise en place du conducteur.

- Vérifier qu'aucun câble ne soit connecté en sortie du bloc d'alimentation. Mettre sous tension l'alimentation et régler l'intensité à 49A.
- Mettre *hors tension* (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension).
- Connecter chaque extrémité du conducteur au montage via les fiches mâles (figure A6.7).
- Connecter le bloc d'alimentation au module d'allumabilité à l'aide de pinces au système permettant la connexion.

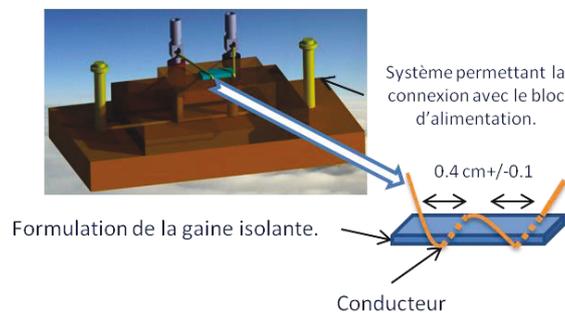


Figure A6.6 : Schéma du module de test pour l'étude de l'allumabilité.

Mettre en fonction l'alimentation et suivre le temps d'inflammation.

Remarque : Si l'alimentation ne délivre pas d'intensité, mettre *hors tension* (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et vérifier à l'aide d'un ohmmètre qu'il n'y a pas de résistance qui empêcherait l'alimentation de délivrer une intensité (le ohmmètre doit être inférieur à 10Ω). Sinon vérifier les contacts entre les différentes connexions et utiliser de nouveau du papier de verre afin de poncer les conducteurs.

Mettre le système *hors tension* (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) avant toute manipulation. Mettre en route la ventilation permettant l'évacuation des gaz.

Attendre que le système refroidisse avant de remplacer l'échantillon.

4. Mode opératoire pour l'étude de la résistance à la flamme.

Pour cette étude, on utilise comme échantillon deux câbles électriques réalisés au laboratoire de dimension : $100 \times 3 \times 3$ mm pour la gaine isolante avec environ 3 cm de conducteur supplémentaire à chaque extrémité. On utilise des câbles de dimension $520 \times 3 \times 3$ mm pour la réalisation des échantillons.

- Placer le module de test de résistance sur le montage en position horizontale.
- Connecter à l'aide de conducteur de diamètre 1.00 mm préalablement poncé chaque système permettant la connexion avec le bloc d'alimentation au montage en position horizontale (système permettant l'application de l'intensité).
- Placer les échantillons en parallèle comme indiqué sur le schéma A6.8 et entre les deux câbles placer un conducteur de diamètre 1.00 mm au niveau du bec bunsen.

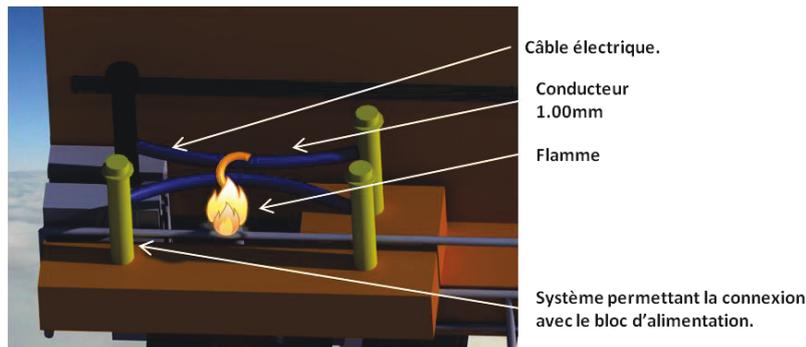


Figure A6.7 : Schéma du module de test pour l'étude de la résistance à la flamme.

- Vérifier qu'aucun câble ne soit connecté en sortie du bloc d'alimentation. Mettre sous tension l'alimentation et régler l'intensité à 5A et la tension à 15V.
- Mettre hors tension (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension).
- Vérifier avant la mise sous tension qu'il n'y a pas de problème de connexion. Ensuite, connecter chaque câble en direct et mettre sous tension. Vérifier qu'il y a bien une intensité délivrée. Si l'alimentation ne délivre pas d'intensité mettre hors tension (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) et vérifier à l'aide d'un ohmmètre qu'il n'y a pas de résistance qui empêcherai l'alimentation de délivrer une intensité (l'ohmmètre doit être inférieur à 10Ω). Sinon vérifier les contacts entre les différentes connexions et utiliser de nouveau du papier de verre afin de poncer les conducteurs.
- Mettre hors tension (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension).
- Connecter le montage à l'alimentation comme indiqué sur le montage A6.9.

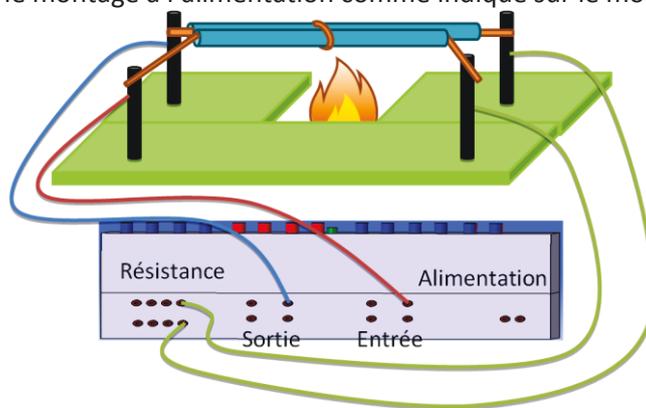


Figure A6.8 : Schéma représentant les connexions au bloc d'alimentation pour l'étude de la résistance à la flamme.

- Mettre en fonction l'alimentation.
- Ouvrir la vanne d'alimentation en méthane et à l'aide d'un allume gaz initié à la flamme les câbles.
- Suivre le temps de court circuit (l'intensité passe de 0A à 5A).
- Mettre le système hors tension (disjoncteur déclenché, arrêt coup de poing enclenché et alimentation hors tension) avant toute manipulation. Mettre en route la ventilation permettant l'évacuation des gaz.
- Attendre que le système refroidisse avant de remplacer l'échantillon.

Références bibliographiques.

-
- [1] World Fire Statistics Bulletin N° 28 October 2012.
<https://www.genevaassociation.org/media/186703/ga2012-fire28.pdf> (2013).
- [2] C. J. Novak, S. I. Stoliarov, M. R. Keller, & J. G. Quintiere, An analysis of heat flux induced arc formation in a residential electrical cable. *Fire Safety Journal*, 55, p. 61-68.
- [3] M.PAYS, Câbles de transport d'énergie, technologie, caractéristiques. *Technique de l'ingénieur*. Réf. D 4 520.
- [4] M. Pays, Localisation de défauts dans les réseaux de câbles d'énergie. *Technique de l'ingénieur*. Réf. D 4 540.
- [5] <http://www.rte-france.com/webapp/100ansparis/index.html> (2013).
- [6] PINEL, F.DUCHATEAU, Fonction isolation dans les matériels électriques. *Technique de l'ingénieur*. Réf. D 2 302.
- [7] http://www.cuivre.org/contenu/docs/doc/pdf/metallurgie/10_proprietes.pdf (2013).
- [8] <http://www.aix-mrs.iufm.fr/formations/filieres/ge/data/telech/leamateriaux.pdf> (2012).
- [9] www.thermique55.com/principal/thermique.pdf (2012).
- [10] G.WYPYCH, *Handbook of polymers*.
- [11] J-C.DUBOIS, Propriétés diélectriques des polymères. *Technique de l'ingénieur*. Réf. E 1 850.
- [12] http://www.sileccable.com/Portals/france/pdf/fr/2252_REE.pdf (2013).
- [13] A.Witkowski, A.A.Stec & T.R.Hull, The influence of metal hydroxide fire retardants and nanoclay on the thermal decomposition of EVA, *Polymer Degradation and Stability*, 97, p. 2231-2240.
- [14] T.R.Hull, D.Price, Y.Liu, C.L.Wills & J.Brady, An investigation into the decomposition and burning behaviour of Ethylene-vinyl acetate copolymer nanocomposite materials, *Polymer Degradation and Stability*, 82 p.365–371.
- [15] B.FALLOU, Problèmes de feu dans le matériel électrique. *Technique de l'ingénieur*. Réf. D 2070.
- [16] M. Pays, Câbles de transport d'énergie – Applications. *Technique de l'ingénieur*. Réf. D 4 541.
- [17] N.Lahoud, Modélisation du vieillissement des isolants organiques sous contrainte électrique. Application à la fiabilité des matériaux. Thèse en vue de l'obtention du doctorat, Spécialité : Génie électrique, Soutenue en 2009.
- [18] R.AUBER, C.ATLANI, Prévention des accidents électriques. *Technique de l'ingénieur*, Réf. D 5 100.
- [19] Code du travail, livre IV, prévention de certain risque d'exposition.
- [20] O.GALLOT-LAVALEE, Etude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension. Thèse en vue de l'obtention du DOCTORAT, Spécialité : Génie électrique, soutenue le 3 Décembre 2004.
- [21] C.LAURENT, Diélectriques solides et charge d'espace. *Technique de l'ingénieur*. Réf. D 2 305.
- [22] <http://www.pas-de-calais.pref.gouv.fr/Les-actions-de-l-Etat/Securite-et-prevention-de-la-delinquance/Securite-civile/Incendies-domestiques-comment-s-en-protger> (2013).
- [23] [http://www.hst.fr/inrs-pub/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/HST_ND%202097/\\$File/ND2097.pdf](http://www.hst.fr/inrs-pub/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/HST_ND%202097/$File/ND2097.pdf) (2013).
- [24] http://en.wikipedia.org/wiki/Heat_of_combustion#Higher_heating_value (2013).
- [25] <http://www.cablefeu.fr/> (2012).
- [26] J-M.D'HOOP, Sécurité incendie bâtiment. *Technique de l'ingénieur*. Réf. SE 2 050.
- [27] E.GUILLAUME, Toxicité des fumées d'incendie. *Technique de l'ingénieur*. Réf. SE 2 060.
- [28] <http://www.lne.fr/publications/guides-documents-techniques/rapport-effets-feu-personnes-eric-guillaume.pdf> (2013).
- [29] <http://www.schema-electrique.net/section-cable-et-fil-electrique-abaques-tableau.html> (2013).
- [30] Norme française NF C15-100, Installations électriques à basse tension, Décembre 2002, p210.
- [31] <http://www.e-catalogue.schneider-electric.fr/navdoc/catalog/e5/catalogue/pdf/chapitre/e5K.pdf> pK6 (2013).
- [32] R.DELOBEL, S.BOURBIGOT, S.DUQUESNE, Comportement au feu des composites. *Technique de l'ingénieur*. Réf. AM 5330.
- [33] www.NRC.gov/reading-rm/doc-colections/nuregs/brochures/br0361/.
- [34] http://fr.wikipedia.org/wiki/Incendie_des_Nouvelles_Galeries (2013).
- [35] http://fr.wikipedia.org/wiki/Incendie_du_5-7 (2013).
- [36] http://fr.wikipedia.org/wiki/Coll%C3%A8ge_%C3%89douard-Pailleron (2013).
- [37] <http://www.detecteur-de-fumee.org/detecteur-de-fumee-legislation/detecteur-de-fumee-legislation> (2013).
-

- [38] http://fr.wikipedia.org/wiki/D%C3%A9tecteur_de_fum%C3%A9e#R.C3.A9glementation_fran.C3.A7aise (2013).
- [39] Cabinet CASSO ET CIE, Sécurité contre l'incendie dans les ERP. Technique de l'ingénieur. Réf. c3280.
- [40] L.CHESENE, A.SAINRAT, *Essais normalisés de réaction au feu. Technique de l'ingénieur. Réf AM 3540.*
- [41] J.E.Murphy, Determination of Failure Criteria for Electric Cables Exposed to Fire for Use in a Nuclear Power Plant Risk Analysis, Thèse en vue de l'obtention du doctorat, Spécialité : Science in Fire Protection Engineering, soutenue le 14 January 2004.
http://www.testeck.net/down/UploadFiles_3645/Standard3/UL%201685-2010%20Vertical-Tray%20Fire-Propagation%20and%20Smoke-Release%20Test%20for%20Electrical%20and%20Optical-Fiber%20Cables.pdf (2013).
- [42] <http://ulstandardsinfonet.ul.com/scopes/scopes.asp?fn=2196.html> (2013).
- [44] <http://www.sycabel.com/content/medias/3425825514231735319.pdf> (2013).
- [45] M.L.Janssens, Recent development in material flammability testing and modelling, Interscience Communications, Fire and materials 2013 p. 1-13.
- [46] GTFI (groupement technique français contre l'incendie. Retardateur de flamme FR. www.GTFI.org.
- [47] http://www.block-trafo.de/en_IN/products/720975.htm (2013).
- [48] www.evatane.com. (2013).
- [49] Fiche technique fournie par ARKEMA®.
- [50] F. Carpentier, Procédés de formulation de polymères hautement chargés. Application à un copolymère éthylène acétate de vinyle. Thèse en vue de l'obtention du doctorat, Spécialité : Spectroscopie et réactivité des systèmes chimiques, soutenue en 2000.
- [51] M.Döring, J.Diederichs, Innovative Flame Retardants in E&E Applications. Pinfa, june 2009, 2nd edition
- [52] Fiche technique fournie par Nabaltec®.
- [53] Fiche technique fournie par Borax Europe®.
- [54] D. Delaval, Développement et caractérisation de système intumescent retardateurs de flamme pour polypropylènes recyclés issus des véhicules usagés. Thèse en vue de l'obtention du doctorat, Spécialité : Chimie organique et macromoléculaire, soutenue le 13-03-2009.
- [55] Fiche technique fournie par Clariant®.
- [56] A. Witkowski, A. A. Stec, T. R. Hull. The influence of metal hydroxide fire retardants and nanoclay on the thermal decomposition of EVA. *Polymer Degradation and stability* 97 (2012) p 2231-2240.
- [57] L. Delfosse, C. Baillet, A. Brault, D. Brault. Combustion of ethylene vinyl acetate copolymer filled with aluminum and magnesium hydroxides. *Polymer Degradation and Stability*, 1989. 23 (4): p.337-385.
- [58] http://www.nabaltec.de/index.php?option=com_content&task=view&id=114&Itemid=249 2013.
- [59] http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_borate (2013).
- [60] J.Troitzsch, *plastics flammability handbook 3E, Principles, Regulations, Testing, and Approval*, J.Troitzsch; ed *Plastics flammability handbook. 3 rd ed.* Hanser Publisher: Munich, 2004.
- [61] P. Van Hees, H. Breulet, U. Vercellotti, S. Grayson. An overview of the real scale tests in the FIPEC project (Fire Performance of Electrical Cables) http://www.sp.se/sv/units/fire/Documents/Forskning/Interflam_99_FIPEC.pdf (2013).
- [62] V. Babrauskas et R.D. Peacock, *Heat release rate: The single most important variable in fire hazard.* *Fire Safety Journal*, 1992. 18(3): p. 255-272.
- [63] V.BABRAUSKAS, *The Cone Calorimeter, The SFPE Handbook of Fire Protection Engineering Fourth Edition, Section3-90.*
- [64] F.E. Ngohang. *Mass Loss Cone / Fourier Transform Infrared Spectroscopy / Electrical Low Pressure Impactor to expand investigation of fire behaviour of materials: Application to ethylene vinyl acetate /aluminium tri-hydrate.*
- [65] B.J McGrattan, *Examining the decomposition of Ethylene Vinyl Acetate Copolymers using TG/GC/IR.* *Applied spectroscopy*, Volume 48, Number 12, December 1994, p 1472-1476.
- [66] A. Marcilla, S.A Gomez, S. Menargues. TG/FTIR study of the thermal pyrolysis of EVA copolymers. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 74 (2005) p 224-230.
- [67] A. Witkowski, A. A. Stec, T. R. Hull. The influence of metal hydroxide fire retardants and nanoclay on the thermal decomposition of EVA. *Polymer Degradation and stability* 97 (2012) p 2231-2240.
- [68] Y. Soudaisa, L. Mogaa, J.Blazeka, F.LemortBj. Coupled DTA-TGA-FT-IR investigation of pyrolytic decomposition of EVA, PVC and cellulose *Anal. Appl. Pyrolysis* 78 (2007) p 46-57.

-
- [69] B. Rimez, H. Rahier, G. VanAssche, T. Artoos M. Biesemans and B. Van Mele The thermal degradation of poly(vinyl acetate) and poly(ethylene-co-vinyl acetate), Part I: Experimental study of the degradation mechanism, *Polymer Degradation and Stability*. 93 (2008) p 800-810.
- [70] A. Marcilla, S.A Gomez, J. Reyes-Labarta, MCM-41 Catalytic Pyrolysis of ethylene –vinyl acetate copolymers: Kinetic modèle, *Polymer*. 74 (2001) 224-230.
- [71] E.M. Barrall, R.S. Porter, J.F. Johnson. Gas Chromatographic Analysis of Poly(ethylene Ethyl Acrylate) and Poly(ethylene Vinyl Acetate). *Pyrolyzates Anal. Chem*; 35 (1963) 73-76.
- [72] J. Giménez-López, A. Millera, R. Bilbao, M.U. Alzueta. HCN oxidation in an O₂/CO₂ atmosphere: An experimental and kinetic modeling study. *Combustion and Flame*. Volume 157, Issue 2, February 2010, Pages 267–276.
- [73] R. Bart, H. Rahier, G. Van Assche and B. Van Mele . DEGRADATION MECHANISM AND KINETIC MODELING OF INTUMESCENT FLAME RETARDED POLY(VINYL ACETATE). *Polymer Preprints 2007*, 48(1), 571.
- [74] M THENARD, résultats d'expériences sur le gaz Ammoniac, *Annales de chimie ou recueil de Mémoires concernant la chimie et les arts qui en dépendent et spécialement la pharmacie*. Tome quatre-vingt-cinq. 31 janvier 1813. (books.google) p 61.
- [75] Cahier technique schneider électrique n°158 Calcul des courant de court circuit : <http://www2.schneider-electric.com/documents/technical-publications/fr/shared/electrotechnique/savoir-electrotechnique/basse-tension-moins-1kv/ct158.pdf>(2013).
- [76] http://fr.wikipedia.org/wiki/Loi_de_Paschen (2013).
- [77] D.HILAIRE, J.-L.POYARD, Sécurité électrique - Le risque électrique dans les laboratoires. *Technique de l'ingénieur*. Réf. SL 6 180.
- [78] Standard test method ASTM D 5207.
- [79] http://fr.wikipedia.org/wiki/Tr%C3%A8s_basse_tension (2013).
- [80] J.GRANDVUILLEMIN, R.GLISES, C.TIRABY & D.CHAMAGNE, Dimensionnement électrothermique d'une architecture électrique embarquée - Application aux faisceaux automobiles. *Technique de l'ingénieur*. Réf. D 5 590.
- [81] D.HILAIRE, J.-L.POYARD, Sécurité électrique - Protection des personnes. *Technique de l'ingénieur*. Réf. SL 6 181.
-