

# Maîtrise et caractérisation de l'ignifugation de fibres de chanvre

Lily Deborde<sup>1</sup>, Rodolphe Sonnier<sup>2</sup>, Loic Dumazert<sup>2</sup>, Christophe Lanos<sup>1</sup>, Valentin Colson<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Univ Rennes, Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, 3 rue du Clos Courtel, 35704 Rennes

<sup>2</sup> C2MA, IMT e Mines Alès, 6, avenue de Clavières, 30100, Alès, France

<sup>3</sup> CAVAC Biomatériaux, Fief Chapitre, 85400 Sainte-Gemme-la-Plaine

**RESUME** L'introduction de ressources végétales dans la formulation des matériaux permet de réduire l'impact environnemental du secteur de la construction. Cette étude vise à développer un traitement ignifugeant adapté aux isolants thermiques à base de fibres de chanvre. Le but est de limiter les impacts énergétiques, sanitaires et environnementaux du traitement, tout en optimisant les performances techniques des produits traités. Un protocole de laboratoire est mis en place pour évaluer l'effet retardateur de flamme du traitement. Les fibres traitées avec des solutions commerciales ou des formulations spécifiques sont soumises à différents essais de caractérisation incluant des essais d'inflammation directe, des essais à la petite flamme, des analyses thermiques (ATD-TG) et des essais au calorimètre à cône. Les résultats obtenus permettent d'orienter la formulation d'un traitement mais mettent également en évidence la complémentarité de ses méthodes d'analyse. Le couplage des résultats permet également de proposer un ajustement de modèles prédictifs conduisant à l'estimation du classement de réaction au feu selon l'Euroclasse des matériaux testés.

**Mots-clefs** traitements ignifuges, fibres, chanvre, ATD-TG, cône calorimètre.

## I. INTRODUCTION

Le chanvre est une ressource végétale locale et renouvelable annuellement. Ces fibres sont utilisées pour produire de bons isolants thermiques, présentant également des propriétés hygroscopiques et acoustiques élevées (Cérézo, 2005). Ces matériaux biosourcés organiques présentent cependant une réaction au feu potentiellement défavorable (Yang et al., 2007). Le projet ADEME « INNOFIB » vise à développer un traitement ignifugeant, alternatif au bore et aux sels d'ammonium, pour les fibres de chanvre. Le but est de limiter les impacts énergétiques, sanitaires et environnementaux, tout en optimisant les performances techniques des produits traités. Un protocole de laboratoire est mis en place dans ce projet pour évaluer l'effet retardateur de flamme du traitement. Ce protocole intègre une étape d'application du traitement qui repose sur l'enduction / imprégnation des fibres par pulvérisation, suivie d'un séchage. Les fibres traitées sont soumises à différents essais de caractérisation incluant des essais d'inflammation, des essais à la petite flamme, des analyses thermiques et des essais au calorimètre à cône.

## II. MATERIAUX ET METHODES

### A. Fibres testées, traitements ignifuges et application

Les fibres de chanvre sont produites grâce à un procédé de défibrage par CAVAC Biomatériaux. Elles présentent une longueur moyenne de 10 mm et un diamètre moyen de 101  $\mu\text{m}$ . En parallèle des essais réalisés sur les fibres de chanvre traitées et non traitées, quelques matériaux isolants de référence sont testés : fibres de coton recyclé, ouates de cellulose, fibres de bois, laine de mouton.

Différents traitements, mono ou bi composants, formulés à partir de composés minéraux et métalliques dont des composés à base de phosphate sont testés. Des traitements commerciaux servant de base de comparaison sont également intégrés à l'étude. Au total, 22 traitements ignifuges sont évalués. L'application des traitements se fait par voie humide en pulvérisation. Une méthode a été créée pour traiter à l'échelle du laboratoire. 100 g de fibres sont placés dans un malaxeur (conforme à la norme EN 196) équipé d'une pale. La solution de traitement est ajoutée lentement pendant que la pale tourne (118 rpm). Quand toute la solution est ajoutée, le malaxeur est stoppé pour racler le fond du bol. Le mélange est relancé pendant 2 minutes à 118 rpm. Les fibres sont ensuite placées à l'étuve pour séchage (70 °C). Ce protocole a été validé en analysant la dispersion d'une solution de pigments. Le traitement est parfaitement homogène dès 100 g de solution pour 100 g de fibres et pour un temps de mélange total de 3 minutes.

#### A. Essais à la petite flamme et analyses thermiques

L'essai normé de petite flamme détermine la résistance au feu de l'échantillon par incidence directe d'une flamme (NF EN 11925-2, AFNOR, 2013). Sur chaque matière, 3 essais filmés sont menés. Après chaque exposition, la hauteur de flamme est mesurée.

Les analyses thermiques sont réalisées sur une ATD-TG « Pyris-Diamond ». Les fibres sont préalablement micronisées à 0,5 mm avec un broyeur ultra-centrifuge de laboratoire (Retsch ZM 200). Puis elles sont chauffées de 25 °C à 900 °C à une vitesse de 10 °C/min sous N<sub>2</sub>.

L'essai au calorimètre à cône permet de quantifier l'inflammabilité d'un matériau, il est mené sur un appareil FTT selon la norme ISO5660. La procédure d'analyse a été définie grâce à des essais sur des fibres de chanvre en vrac traitées et non traitées. Les fibres sont mises en œuvre par saupoudrage. La masse volumique des fibres de chanvre est entre 38 et 80 kg/m<sup>3</sup>. L'échantillon est exposé horizontalement à un flux de chaleur de 35 kW/m<sup>2</sup> généré par le cône radiant, il n'y a pas de grille à la surface du porte échantillon. Les gaz inflammables dégagés sont enflammés. Le débit d'air est fixé à 24 L/s. Le débit calorifique en fonction du temps est mesuré par la méthode de déplétion d'oxygène : selon le principe de Huggett (Huggett, 1980), 1 kg d'oxygène consommé par la combustion correspond à une libération d'énergie de 13.1 MJ. Des tests ont également été réalisés à d'autres irradiances (25, 50 et 75 kW/m<sup>2</sup>) et/ou avec des quantités de fibres variables.

Le classement Euroclasse selon le test SBI (Single Burning Item) a été évalué via le logiciel ConeTools (Hakkarainen, 2001). Il permet de prédire le classement à partir d'un essai par calorimétrie à cône, via un modèle phénoménologique. Le classement est effectué sur la base du FIGRA0.4 (en W/s, valeur du FIGRA lorsque le THR dépasse 0,4 MJ) et du THR600 (en MJ). ConeTools permet de discriminer les classes A<sub>2</sub>/B, C, D et E/F.

### III. RESULTATS ET ANALYSES

Les résultats mettent en évidence la complémentarité des méthodes d'analyses utilisées (Fig. 1). La recherche de relation inter-analyses a montré une corrélation entre l'énergie libérée au calorimètre à cône avec respectivement la température de pyrolyse à l'ATG et la hauteur de flamme à l'essai petite flamme. Il semblerait que plus la température de pyrolyse est élevée, plus les énergies totales libérées (THR) lors de la combustion sont élevées. Et plus il y a d'énergie libérée lors de la combustion, plus la flamme se propage sur l'échantillon. Certains échantillons n'adhèrent pas à ces corrélations possiblement car leur température de pyrolyse est basse.

Le comportement au feu des lits de fibres en calorimétrie à cône est thermiquement fin (Fig. 2). L'ignition a lieu quelques secondes après exposition (<20 s) et est suivie du pic de débit calorifique (pHRR) qui varie selon les échantillons testés entre 40 et 200 kW/m<sup>2</sup>. Le débit

calorifique diminue alors rapidement, et se stabilise à une valeur d'environ 15-30 kW/m<sup>2</sup>, qui se maintient même après extinction. Des essais préliminaires ont montré que le pHRR varie peu avec la masse volumique dans la gamme d'étude (< 100 kg/m<sup>3</sup>), ce qui facilite les comparaisons. Le comportement thermiquement fin observé peut paraître surprenant avec ces échantillons épais (> 7 cm). Cela signifie que les fibres en vrac sont très isolantes, il n'y a donc pas de transfert thermique significatif : seule une fraction du lit de fibres reçoit le flux radiatif incident et pyrolyse. Au-delà de cette fraction, la pyrolyse n'a pas lieu ou est très lente.

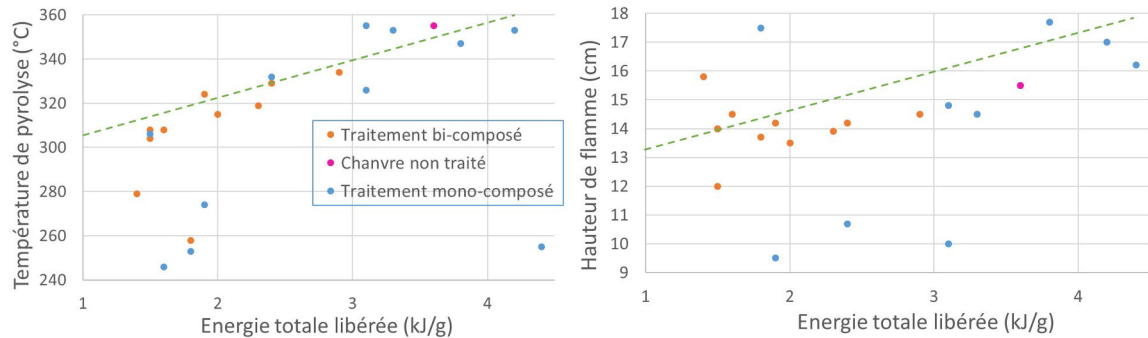


Figure 1 : Corrélations entre température de pyrolyse ATG, petite flamme et calorimètre à cône

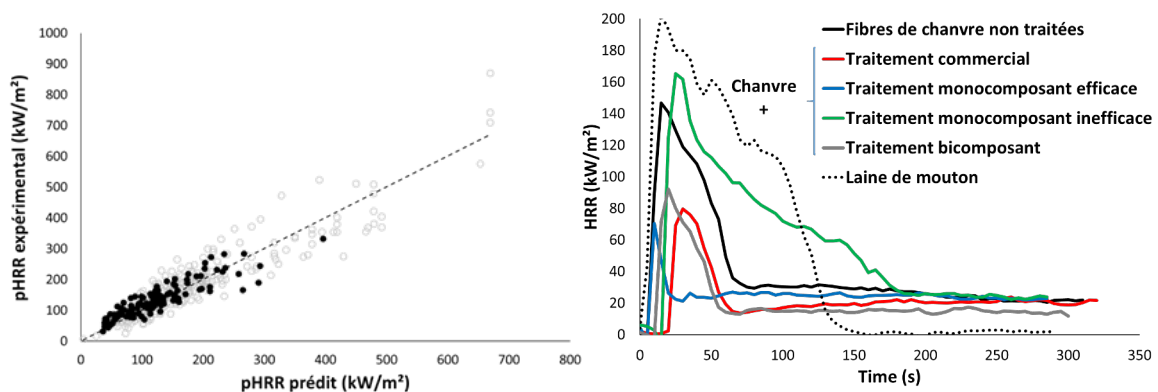


Figure 2 : gauche : exemples de courbes de débit calorifique obtenues en calorimétrie à cône (35 kW/m<sup>2</sup>) – droite : Comparaison des pHRR prédits et expérimentaux

Il a été montré que le pHRR de matériaux thermiquement fins et géométriquement fins (tissus) pouvait être prédit à partir de la masse initiale de l'échantillon, du flux radiatif incident et de l'énergie effective de combustion. Pour les matériaux ne contenant pas de retardateurs de flamme halogénés, l'énergie effective de combustion est proche de l'énergie de combustion complète qui peut être mesurée par microcalorimétrie de combustion. Ce modèle considère que toute la masse de l'échantillon est chauffée de manière homogène et contribue donc au pHRR. Le modèle a été adapté pour tenir compte que seule une fraction des fibres est pyrolysée au moment du pHRR dans le cas des lits de fibres (Fig. 2, droite). Le modèle permet de prédire le pHRR avec une précision acceptable : l'erreur moyenne est de 17 %. De plus, ce modèle a eu de bons résultats avec d'autres classes de matériaux isolants (donc thermiquement fins mais géométriquement épais) tels que des mousses, des agro bétons, des panneaux de particules ou des bois. La pertinence du modèle montre que le pHRR des fibres en vrac dépend principalement de leur énergie de combustion. Il y a d'ailleurs une corrélation acceptable entre l'énergie de combustion et le pHRR. La laine présente à la fois le pHRR le plus élevé (environ 200 kW/m<sup>2</sup>) et l'énergie de combustion la

plus élevée (environ 16 kJ/g). L'énergie effective de combustion des fibres de chanvre ignifugées varie entre 3,5 et 9,5 kJ/g selon le traitement. L'un des modes d'action permettant de réduire l'énergie effective de combustion (EHC) consiste à faire charbonner les fibres. En effet, les fibres lignocellulosiques ont une énergie de combustion proche de 10 kJ/g, qui correspond donc à l'énergie de combustion des gaz libérés. Le char est un résidu polyaromatique dont l'énergie de combustion « potentielle » est supérieure à 30 kJ/g. L'augmentation du taux de char va appauvrir la phase gazeuse en éléments C et H, et réduire l'énergie de combustion de la phase gazeuse.

Les prédictions SBI via le logiciel Conetools montrent que les fibres non traitées (de chanvre mais aussi les autres fibres de référence) sont classées E ou F principalement en raison d'une valeur de FIGRA élevée ( $> 750$  W/s) (Fig. 3). Le FIGRA est en effet le critère le plus sévère alors que, selon le second critère pris en compte (l'énergie libérée après 600 s, notée THR600), toutes les fibres sont classées C ou mieux. Les fibres traitées présentent des performances allant de E/F à C. Le classement C est obtenu pour des fibres dont le pHRR au cône calorimètre est inférieur à 70-80 kW/m<sup>2</sup>. Cependant, certaines fibres ayant un pHRR de cet ordre mais un temps d'ignition très faible ( $< 5$  s) peuvent être classées D ou E/F. Il faut noter que ces essais, contrairement à l'essai SBI, ont été menés sans grille de maintien devant les fibres, ces classements prédictifs sont donc plus pénalisants que lorsqu'ils seront testés avec grille.

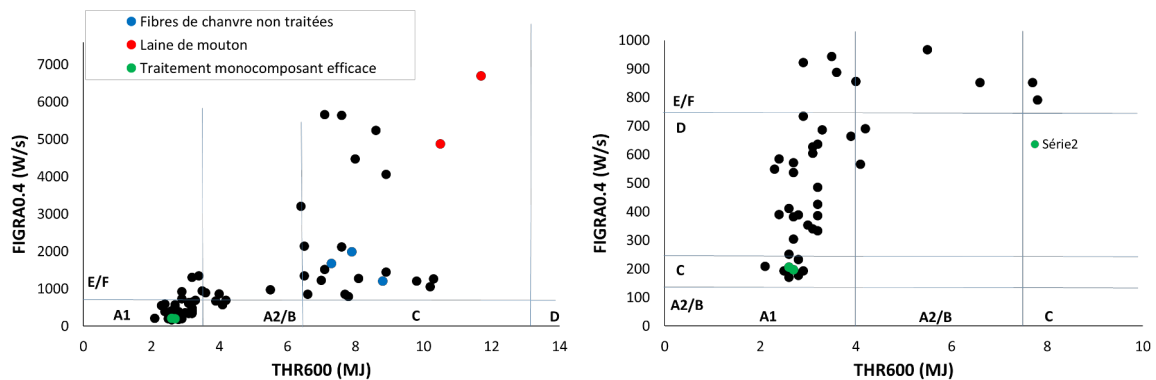


Figure 3– Prédiction du FIGRA0.4 et du THR600 d'après ConeTools

## CONCLUSION

Les matériaux isolants sous forme de fibres en vrac doivent être ignifugés pour présenter un risque minimum de propagation du feu en cas d'incendie. Du fait de leur état divisé et de la très faible masse volumique, leur comportement est thermiquement fin, avec un temps d'ignition très court et donc une forte propension à propager l'incendie. Certains traitements ignifuges permettent de limiter l'énergie de combustion qui conditionne le classement SBI en réduisant le pHRR en-dessous de 50 kW/m<sup>2</sup> (pour un flux radiatif de 35 kW/m<sup>2</sup>) ce qui correspondrait, selon le logiciel ConeTools, lors d'un essai pénalisant sans grille de maintien, à un classement C.

## REFERENCES

- Cérézo, V., 2005. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique. INSA Lyon.
- Hakkarainen, T., 2001. Rate of heat release and ignitability indices in predicting SBI test results. *J. Fire Sci.* 19, 284–305. <https://doi.org/10.1106/WHG1-3GY5-4D4R-2C4X>
- Huggett, C., 1980. Estimation of rate of heat release by means of oxygen consumption measurements. *Fire Mater.* 4, 61–65. <https://doi.org/10.1002/fam.810040202>
- Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D.H., Zheng, C., 2007. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel* 86, 1781–1788. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013>