

Ignifugation des fibres de chanvre dans l'isolation thermique vrac

Lily Deborde¹, Rodolphe Sonnier², Loic Dumazert², Christophe Lanos¹, Valentin Colson³

¹ UNIR, Université de Rennes, Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, 3 rue du Clos Courtel, 35704 Rennes

² C2MA, IMT e Mines Alès, 6, avenue de Clavières, 30100 Alès

³ CAVAC Biomatériaux, Fief Chapitre, 85400 Sainte-Gemme-la-Plaine

RESUME L'utilisation de ressources végétales dans la formulation des matériaux permet de réduire l'impact environnemental du secteur de la construction. De telles ressources restent sensibles au feu. 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 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 ces 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 biosourcées, chanvre, ATD-TG, cône calorimètre.

I. INTRODUCTION

Le chanvre est une ressource végétale locale (Vendée) et renouvelable annuellement. Ces fibres sont utilisées pour produire de bons isolants thermiques, présentant également des propriétés hygroscopiques et acoustiques élevées (Amziane and Collet, 2017; Cérézo, 2005; Collet, 2004). Ces matériaux biosourcés organiques présentent cependant une réaction au feu potentiellement défavorable (Yang et al., 2007).

L'étude présentée dans cet article s'inscrit dans le projet ADEME « INNOFIB ». L'objectif de ce projet est de développer un procédé industriel innovant de fonctionnalisation de la fibre de chanvre par voie sèche. Les 2 challenges de ce projet sont :

- l'affinage de la fibre de chanvre, par voie sèche, pour obtenir les meilleures performances thermiques (faible masse volumique et faible conductivité thermique)
- le traitement des fibres, en pulvérisation, pour améliorer leur réaction au feu et la résistance fongique.

Développer un traitement ignifugeant alternatif au bore et aux sels d'ammonium, permettra de limiter les impacts sanitaires et environnementaux, tout en optimisant les performances techniques des produits traités. L'impact du traitement ignifugeant sur la résistance fongique n'est pas présenté dans cet article.

Pour ce faire, un protocole de laboratoire est mis en place pour évaluer l'effet retardateur de flamme du traitement. Ce protocole d'essai intègre une étape d'application du traitement par pulvérisation, suivie d'un séchage. Les fibres de chanvre traitées sont ensuite soumises à différents essais de caractérisation incluant des essais d'inflammation directe, des essais à la petite flamme, des analyses thermiques (ATD-TG), des essais au calorimètre à cône et au microcalorimètre de combustion. Certaines méthodes d'essai ont dû être adaptées aux isolants fibreux en vrac.

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 μm . En parallèle des essais réalisés sur les fibres de chanvre traitées et non traitées, quelques matériaux isolants de référence ont également été intégrés à l'étude : fibres de coton recyclé, fibres de bois, ouate de cellulose, laine de mouton. Outre leur origine, ces différentes fibres sont caractérisées par des longueurs de fibre et des diamètres moyens variés.



Figure 1. (a) fibres de chanvre – (b) 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. Pour des raisons de confidentialité, les formulations des traitements, ne sont pas détaillées.

Le choix des traitements innovants testés prend en compte leurs éventuels impacts sur la résistance fongique. Ainsi, le traitement ignifugeant ne doit pas dégrader la résistance fongique du chanvre non traité. Les traitements comprenant des nutriments potentiels (azotes, phosphates, protéines) sont donc écartés ou utilisés comme référence.

L'application des traitements se fait par voie humide en pulvérisation. Une méthode a été créée pour traiter les fibres 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 séchées à l'étuve à 70°C, température suffisante pour avoir des fibres sèches au toucher. Ce protocole a été validé en analysant la dispersion d'une solution de pigments appliquée sur des fibres de chanvre. Cette validation montre que le traitement est parfaitement homogène lorsque l'on mobilise 100 g de solution pour 100 g de fibres et pour un temps de mélange total de 3 minutes.

B. Essais à la petite flamme

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, 2013a). Sur chaque matière, 3 essais sont menés. Ils sont systématiquement filmés de façon à mieux distinguer les conditions d'inflammation, de propagation et d'extinction de la flamme. Après chaque exposition, la hauteur de flamme est mesurée. La rémanence d'un feu couvant est également notée.

C. Analyses thermiques

Les analyses thermiques sont réalisées sur un analyseur thermique ATG Pyris-Diamond de Perkin Elmer. Les fibres sont préalablement broyées avec un broyeur à couteaux de laboratoire (Retsch ZM 200) de façon à passer à travers une grille de 0,5 mm d'ouverture. Puis elles sont soumises à l'analyse thermique entre 25 °C et 900 °C avec une vitesse de chauffe de 10 °C/min sous flux d'Azote (100mL/min).

Pendant l'élévation de température, la masse de l'échantillon et ses échanges thermiques sont enregistrés (Fig. 2). Cette mesure permet d'évaluer la température de pyrolyse (température pour laquelle la perte de masse est maximale), le taux de char résiduel, les réactions endothermiques et exothermiques liées à la décomposition chimique de l'échantillon. La figure 2 montre quelques exemples de résultats en ATD-TG de fibres traitées et non traitées.

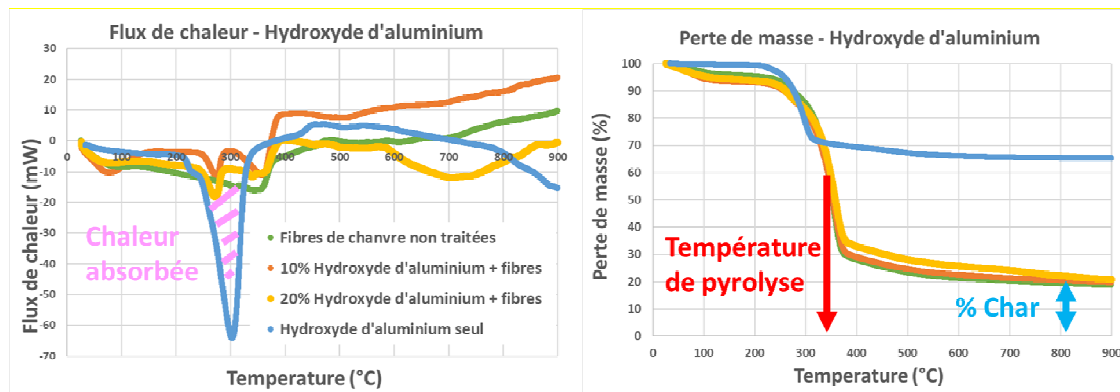


Figure 2: graphiques présentant des résultats de l'ATG-TD

D. Calorimètre à cône

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 pour ce projet suite à des essais de calibration réalisés sur des fibres de chanvre en vrac traitées et non traitées, testées dans différentes conditions (méthode de mise en œuvre, masse volumique de l'échantillon (Fig. 3 (c)), puissance). La procédure retenue est la suivante. Les fibres sont mises en œuvre par saupoudrage dans un porte-échantillon de dimensions 100 mm x 100 mm x 77 mm. La masse

volumique atteinte pour les fibres de chanvre est comprise entre 38 et 80 kg/m³ en vrac. L'échantillon est exposé horizontalement à un flux de chaleur de 35 kW/m² généré par le cône radiant, il n'y a pas de grille à la surface du porte échantillon (Fig. 3 (a), (b)). Les gaz inflammables dégagés sont enflammés à l'aide d'une étincelle générée par un arc électrique. 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 additionnels ont également été réalisés à d'autres irradiances (25, 50 et 75 kW/m²) et/ou avec des quantités de fibres variables.

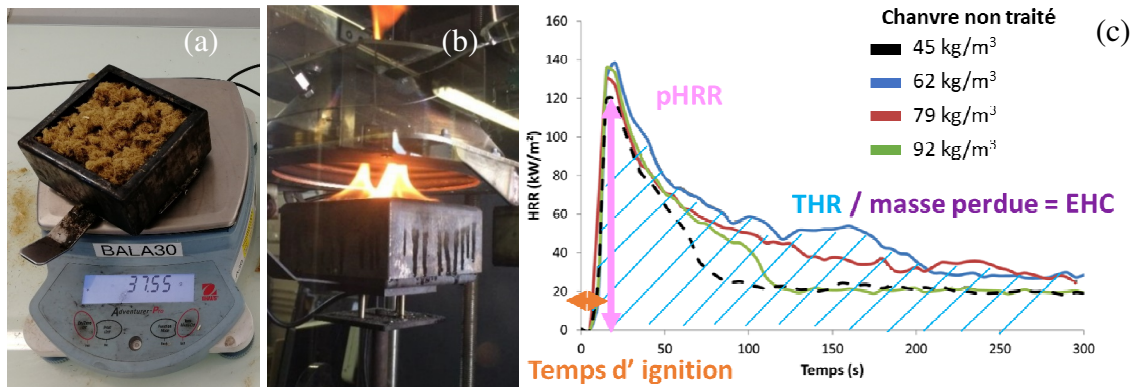


Figure 3. (a) échantillon avant la combustion – (b) essai en cours – (c) graphiques présentant des résultats du calorimètre à cône

E. Classement Euroclasse par ConeTools

Le classement Euroclasse selon le test SBI (Single Burning Item, (AFNOR, 2020)) a été évalué via le logiciel ConeTools (Hakkarainen, 2001; Hakkarainen and Kokkala, 2001; Hansen, 2002). Il permet de prédire le classement à partir d'un essai au calorimètre 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). Les classes vont de A1 (matériaux incombustibles) à F (matériaux présentant les risques les plus importants en cas d'incendie). ConeTools permet de discriminer les classes A2/B, C, D et E/F.

III. RESULTATS ET ANALYSES

Les résultats obtenus mettent en évidence la complémentarité des méthodes d'analyses utilisées.

A. Complémentarité petite flamme, ATG, calorimètre à cône

La recherche de relation inter-analyses conduit à la mise en évidence d'un lien entre l'énergie libérée au calorimètre à cône avec respectivement la température de pyrolyse identifiée à l'ATG et la hauteur de flamme à l'essai petite flamme (Fig. 4).

Il semblerait que plus la température de pyrolyse est élevée, plus les énergies totales libérées (THR) lors de la combustion au calorimètre à cône sont élevées. En effet, plusieurs traitements ignifugeants (par exemple les bases phosphates) induisent une décroissance de l'énergie libérée ce qui réduit la stabilité thermique des fibres.

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 ou leur combustion difficile. Il ne s'agit pas systématiquement des mêmes échantillons pour les deux graphiques. Ainsi, l'intérêt d'identifier des paramètres de corrélation s'avère limité.

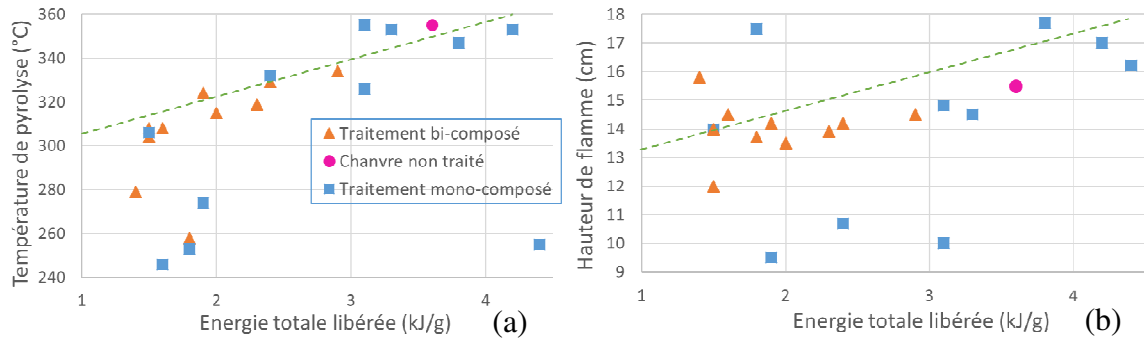


Figure 4. (a) graphique présentant le lien entre ATG et calorimètre à cône, (b) graphique présentant le lien entre petite flamme et calorimètre à cône

Le comportement au feu des lits de fibres en calorimétrie à cône est thermiquement fin (Fig. 4). Un tel comportement 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 la fraction supérieure du lit de fibres reçoit le flux radiatif incident et pyrolyse. Au-delà de cette fraction supérieure, la pyrolyse n'a pas lieu ou est progressivement induite, la chaleur diffusant lentement.

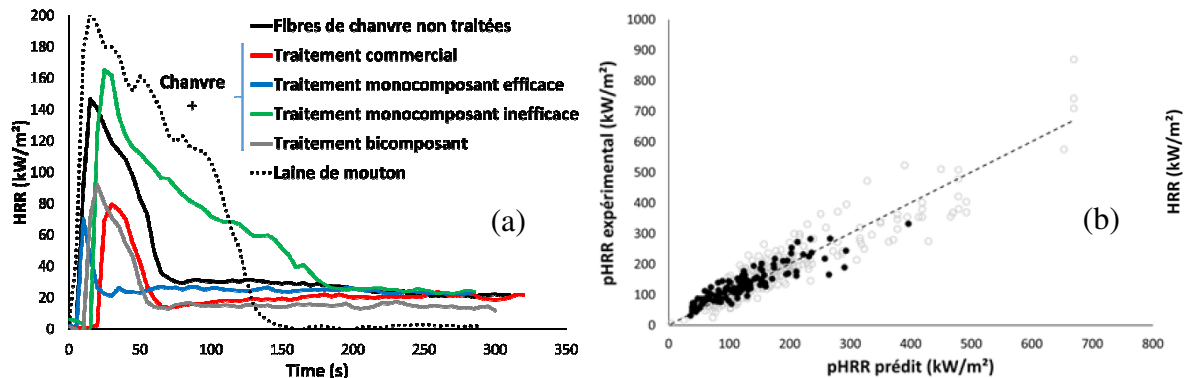


Figure 5. (a) exemples de courbes de débit calorifique obtenues en calorimétrie à cône (35 kW/m²) – (b) comparaison des pHRR prédits et expérimentaux

L'ignition a lieu quelques secondes après exposition (< 20s) et est suivie du pic de débit calorifique (pHRR) qui varie selon les fibres entre 40 et 200 kW/m² (pour un flux incident de 35 kW/m²). Le débit calorifique diminue alors rapidement, et se stabilise à une valeur d'environ 15-30 kW/m², qui se maintient même après extinction (en raison de la thermo-oxydation des fibres). La figure 5 (a) illustre le comportement de traitements jugés efficaces ou inefficaces en comparant leur courbes de débit calorifique à celle des fibres de chanvre non traitée. Les essais préliminaires de calibration ont montré que le pHRR varie peu avec la masse volumique apparente dans la gamme

d'étude ($< 100 \text{ kg/m}^3$) (fig.3 (c)). Cette faible influence de la masse volumique apparente du lit de fibre facilite la comparaison des résultats.

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, c'est-à-dire l'énergie libérée par gramme de gaz généré. 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.

Pour cette étude, ce modèle a été adapté pour tenir compte du fait que seule une fraction des fibres est pyrolysée au moment du pHRR dans le cas des lits de fibres (Fig. 5 (b)). Le modèle adapté permet de prédire le pHRR avec une précision acceptable : l'erreur moyenne est évaluée à 17 %. De plus, ce modèle a eu de bons résultats en présence 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 (données non présentées). La laine présente à la fois le pHRR le plus élevé (environ 200 kW/m^2) 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 $9,5 \text{ kJ/g}$ 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, c'est-à-dire le résidu polyaromatique formé lors de la pyrolyse, a une structure riche en C et H (sa formule peut être simplifiée en C_5H_2). Son énergie de combustion « potentielle » est supérieure à 30 kJ/g . En augmentant le taux de char, un retardateur de flamme va donc appauvrir la phase gazeuse en éléments C et H, et donc réduire l'énergie de combustion de la phase gazeuse. Cette stratégie a été appliquée dans le cas des fibres de chanvre en envisageant des traitements promoteurs de char, limitant l'énergie de combustion ce qui doit conduire, d'après les corrélations constatées sur la figure 4, à limiter température de pyrolyse.

B. Prédiction SBI des formulations

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 ($> 750 \text{ W/s}$) (Fig. 6). 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, appelée THR600), toutes les fibres sont classées C ou mieux.

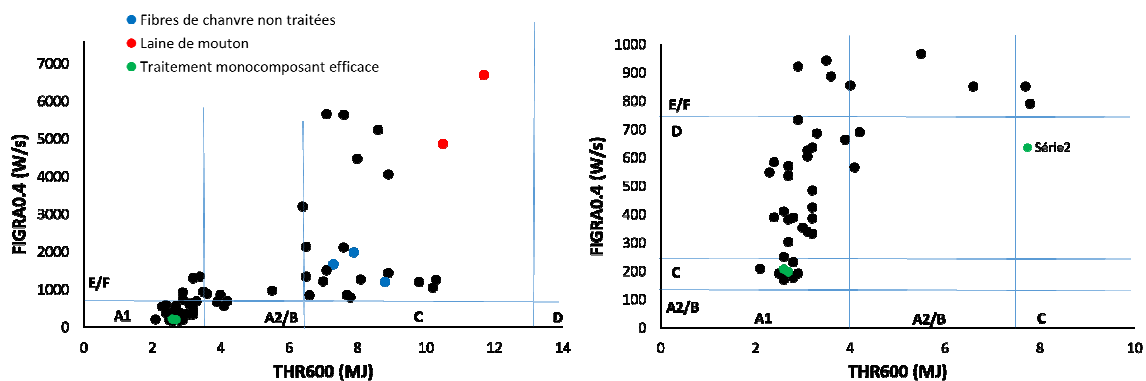


Figure 6. prédiction du FIGRA0.4 et du THR600 d'après ConeTools (les points noirs correspondent à tous les autres traitements testés)

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/m². Cependant, certaines fibres ayant un pHRR de cet ordre mais un temps d'ignition très faible (< 5s) 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.

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. La compréhension des modes de transfert de chaleur et de décomposition thermique a permis d'identifier des formulations alternatives performantes. Le couplage des résultats permet également de proposer un ajustement des modèles prédictifs aboutissant à l'estimation du classement de réaction au feu selon l'Euroclasse des matériaux testés.

Certains traitements ignifuges permettent de limiter l'énergie de combustion qui conditionne le classement SBI en réduisant le pHRR en-dessous de 50 kW/m² (pour un flux radiatif de 35 kW/m²) ce qui correspondrait, selon le logiciel ConeTools, lors d'un essai pénalisant sans grille de maintien, à un classement C.

REMERCIEMENTS

Ce programme de recherche est financé par l'ADEME dans le cadre du projet GRAINE 2019 « INNOFIB » n°2103D0018-A.

REFERENCES

- AFNOR, 2020. Norme NF EN 13823 : Essais de réaction au feu des produits de construction - Produits de construction à l'exclusion des revêtements de sol exposés à une sollicitation thermique provoquée par un objet isolé en feu.
- Amziane, S., Collet, F., 2017. Bio-aggregates Based Building Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 236-BBM. Springer.

- Cérézo, V., 2005. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique. Inst. Natl. Sci. Appliquées Lyon.
- Collet, F., 2004. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de Génie Civil à faibles impacts environnementaux (phdthesis). Institut National des Sciences Appliquées de Rennes.
- 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>
- Hakkarainen, T., Kokkala, M., 2001. Application of a one-dimensional thermal flame spread model on predicting the rate of heat release in the SBI test. *Fire Mater.* 25, 61–70. <https://doi.org/10.1002/fam.760>
- Hansen, A.S., 2002. Prediction of heat release in the single burning item test. *Fire Mater.* 26, 87–97. <https://doi.org/10.1002/fam.789>
- 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>