

Comportement au feu des tubes composites à enroulement filamentaire sous pression interne

"Sonia Braiek"^{1,2},
 "Ated Ben Khalifa"¹,
 "Redouane Zitoune"²,
 "Mondher Zidi"¹,
 "Mehdi Salem"²

¹ENIM, Laboratoire de Génie Mécanique (LGM), Tunisia, soniabraiek1@gmail.com

¹ENIM, Laboratoire de Génie Mécanique (LGM), Tunisia, ated_bkh@yahoo.fr

²INSA, UPS, Mines Albi, ISAE, Institut Clement Ader, France, redouane.zitoune@iut-tlse3.fr

²INSA, UPS, Mines Albi, ISAE, Institut Clement Ader, France, mehdi.salem@mines-albi.fr

Résumé

Dans ce papier, une étude expérimentale du comportement au feu des tubes composites sous pression interne est présentée. Pour cela, un dispositif a été conçu et mis en place pour la réalisation des essais. A partir de ces essais, il s'est avéré que la résine a été dégradée sous l'effet de la chaleur avec la formation des résidus carbonisés (char). Dans le but de tester leur comportement en pression après avoir été exposés à une source de chaleur avec une température de 1000 °C, les tubes sont chargés à leur pression nominale de l'ordre de 10 bar. Les résultats de ces essais montrent qu'aucune fuite n'a été détectée au niveau de la surface de tube. Enfin et pour mieux comprendre les mécanismes d'endommagement résultant de l'essai de perte au feu, des observations par microscopie électronique à balayage ont été réalisées. Ces observations montrent que les mécanismes d'endommagement qui apparaissent lors de la dégradation thermique sont principalement le délaminage et la fissuration matricielle.

1.Introduction

Les tubes composites obtenus par le procédé d'enroulement filamentaire sont devenus de plus en plus utilisés pour différentes applications industrielles (tuyauteries sous pression, transport de liquide,...) en raison de leur bonne résistance à la corrosion, leur légèreté ainsi que leur haute résistance mécanique [1,2]. Les tubes composites à base de résine organique renforcée par des fibres de verre sont largement utilisés dans le domaine de construction navale et dans les plates formes pétrolières. Cette utilisation accrue s'explique principalement, par le fait qu'ils présentent un bon compromis performance/coût. Malgré les nombreux avantages de ces matériaux composites, leur comportement face aux incendies est l'un des principaux facteurs qui limite leurs utilisations.

Une revue de la littérature révèle que certaines études ont été menées pour étudier le comportement au feu des matériaux composites. G.T Egglestone et al [3] se sont intéressés à l'étude des caractéristiques d'inflammation et de combustion des composites à base de fibre de verre et différents types de résines à savoir le Polyester, le Polyester avec ignifuges, le Vinylester 411, le Vinylester 440 et le Phénolique. D'après ces essais, il a été constaté que le temps d'inflammation de ces échantillons indépendamment de la matrice diminue avec l'augmentation de flux de chaleur. A.P. Mouritz et al [4] ont étudié les mécanismes d'endommagement du matériau composite verre/Polyester à posteriori de l'essai de résistance au feu. Suite à leur étude, les auteurs ont constaté que le matériau composite brûlé est constitué de 3 régions à savoir le résidu carbonisé, la région thermiquement dégradée et le matériau vierge.

Dans la présente étude, le comportement au feu des tubes composites sous pression soumis à une source de chaleur a été investigué. Le matériau d'étude ainsi que les différents protocoles expérimentaux dédiés à la réalisation des essais de résistance au feu sont présentés. Ensuite, les résultats des analyses thermiques et thermogravimétriques effectués sont détaillés.

Cette étude est accomplie par des observations microscopiques dans le dessein d'identifier les mécanismes d'endommagement résultant de la soumission d'un tube à un flux de chaleur.

2. Protocole expérimental

1. Matériau d'étude

Des tubes composites verre/ Vinylester 411 obtenus par le procédé d'enroulement filamentaire à un angle de $\pm 55^\circ$ ont été utilisés comme éprouvettes d'essai pour la réalisation des essais de résistance au feu (figure 1). Ces tubes de diamètre intérieur de 80 mm et d'une longueur de 1500 mm, sont formés par la superposition de deux types de couches: une couche anti-corrosion (AC) et une couche de résistance mécanique (RM). Chaque couche a une épaisseur de 2.5 mm. Ces tubes sont assemblés à des collets à hybrides fixes moyennant des joints de soudure afin de garantir l'étanchéité entre le tube et le collet.

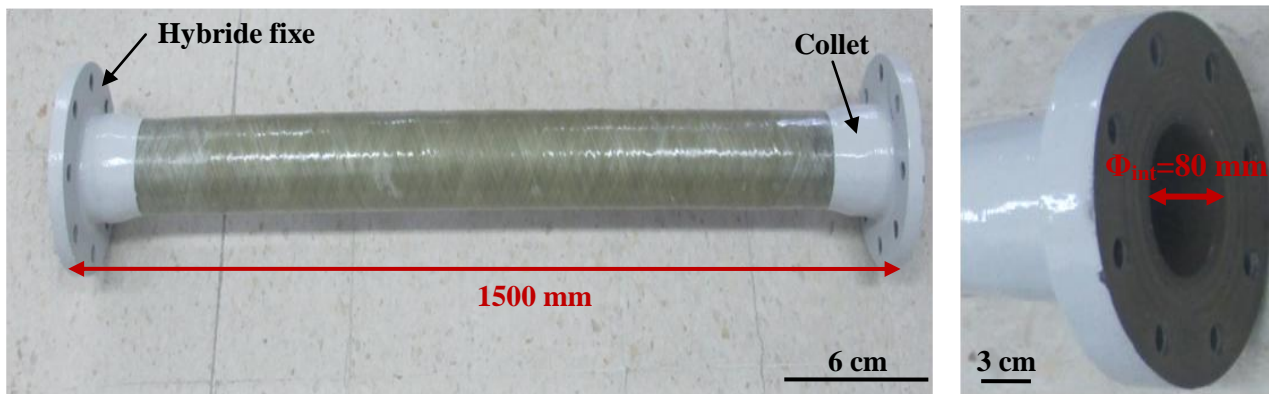


Figure 1 . Tube composite à base d'une résine Vinylester 411/ fibre de verre

2. Essai de résistance au feu

Dans le but d'examiner la tenue au feu des tubes composites à enroulement filamenteux, des essais de résistance au feu ont été menés conformément à la résolution OMI A753 nommée "Méthode d'essai pour déterminer la résistance au feu des tuyautages en matière plastique remplis d'eau". De ce fait, un dispositif a été conçu et mis en place pour la conduite de ces essais (figure 2).

L'essai de résistance au feu consiste à exposer les tubes remplis d'eau, placés horizontalement sur le dispositif conçu, à un flux de chaleur afin de tester leur aptitude à résister au feu pendant une durée de 30 minutes. Le tube a été relié à une pompe afin d'augmenter sa pression interne. Les brûleurs sont connectés à deux bouteilles de gaz. Une soupape de sécurité a été utilisée pour maintenir la pression dans le tube à 3 ± 0.5 bar durant l'essai. La température de la flamme, du tube ainsi que celle de l'eau sont mesurés grâce à des thermocouples de type K. Pour le bon déroulement de l'essai, la norme exige que:

- La température initiale de l'eau dans le tube ne doit pas être inférieure à 15°C.
- Le tube doit être complètement rempli d'eau pour éviter la présence de l'air.
- L'essai doit être effectué dans un endroit abrité pour que les résultats ne se modifient pas par les courants d'air.



Figure 2. Essai hydrostatique réalisé après l'essai de résistance au feu

3. Essai hydrostatique

A l'issue de l'essai de résistance au feu, le tube a été soumis à sa pression nominale (10 bars). Cet essai a été réalisé en vue de tester la capacité du tube à contenir le fluide à posteriori de l'exposition à un flux de chaleur. Pour ce faire, une pression de 10 bars a été appliquée dans le tube après son refroidissement. Suivant les instructions de la norme OMI, cette pression a été maintenue pendant 15 minutes.

4. Analyse thermique et thermogravimétrique

En vue de déterminer la température de transition vitreuse ainsi que celle de la décomposition de la résine, une analyse thermique a été menée à l'aide d'un Calorimètre différentiel à balayage (DSC). Les mesures ont été effectuées à des températures entre 0°C et 430 °C, à une vitesse de 5°C/min.

De plus et dans le but de mesurer la perte de la masse de l'échantillon en fonction de la température, une analyse thermogravimétrique a été réalisée par un appareil de mesure d'analyse thermique DSC-TGA de la marque TA instruments. Les mesures ont été effectuées à des températures entre 0°C et 450°C à une vitesse de 5°C/min.

5. Identification des mécanismes d'endommagement

En vue d'identifier les mécanismes d'endommagement des tubes composites soumis à un flux de chaleur pendant une durée de 30 minutes, des observations micrographiques ont été effectuées après les essais de résistance au feu. Un Microscope Electronique à Balayage (MEB) de haute résolution, couplé à une caméra optique, de type NOVANANOSEM450 a été utilisé.

2. Résultats

1. Essai de résistance au feu

Rappelons ici que l'essai de résistance au feu réalisé, consiste à faire exposer les tubes composites remplis d'eau, à un flux de chaleur pendant une durée de temps fixée à 30 minutes. Ces tubes sont soumis à une pression de 3 bars.

Suite à l'application d'une source de chaleur (mélange propane+butane), le tube commence à s'échauffer à cause de l'augmentation de la température (figure 3-a). Ensuite, il apparaît que la résine de la face exposée directement au feu commence à être consommée avec la formation d'un résidu carbonisé (char). Ceci est expliqué par le fait que la température du tube a atteint la température de décomposition du matériau. Ce phénomène a été accompagné par l'émission de fumée. Par la suite, nous remarquons que la flamme s'accroît (figure 3-b). Ceci est attribué à la vitesse de dégagement du gaz. En effet, cette vitesse est devenue suffisante pour que le gaz dégagé et l'air soient inflammables. Il convient de mentionner que tant que la quantité d'énergie transférée au matériau est suffisante, le phénomène de combustion est maintenu, entraînant la libération des gaz combustibles.

Après une durée de 5 minutes, la flamme s'affaiblit (figure 3-c). Cet affaiblissement est notamment justifié par la formation du char. En effet, le char agit comme une barrière pour retarder le transfert

thermique entre la surface du matériau exposée directement au feu et le matériau vierge. Par conséquence, le taux de pyrolyse diminue.

A posteriori de l'essai, il s'est avéré que les fibres de verre demeurent intactes (figure 4-d) vu que leurs température de décomposition n'est pas encore atteinte.

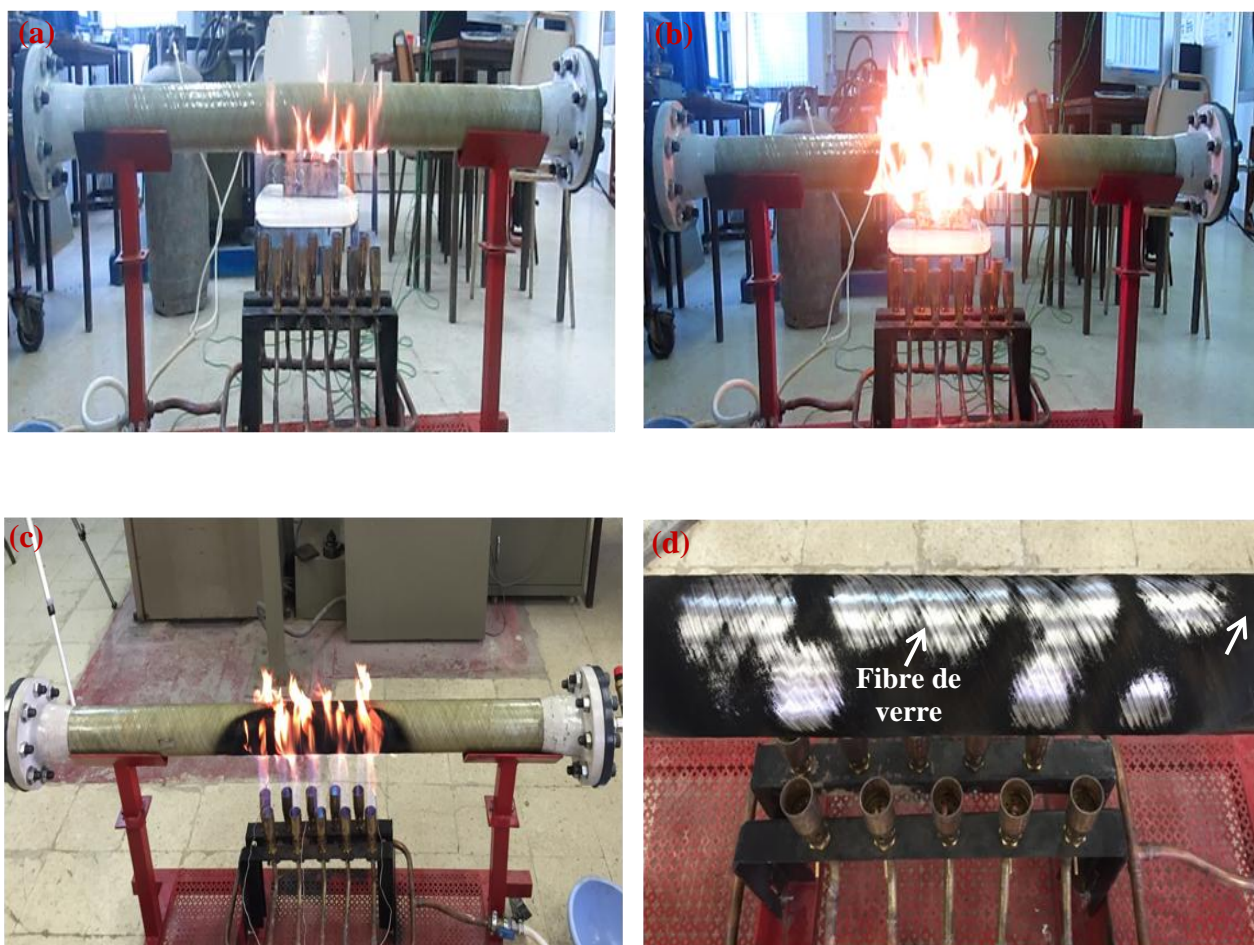


Figure 3. Essai de résistance au feu. (a) Echauffement, (b) Inflammation, (c) Affaiblissement de la flamme, (d) Tube brûlé

2. Essai hydrostatique

En vue d'évaluer la capacité du tube filamentaire à contenir le fluide sous pression après son exposition à un flux de chaleur pendant une durée de 30 minutes, un essai hydrostatique a été mené. En effet, le tube a été soumis à sa pression nominale (10 bars) après son refroidissement. Cette pression a été maintenue constante pendant 15 minutes. Durant les 15 minutes de l'essai hydrostatique, aucune fuite n'a été détectée au niveau de la surface extérieure du tube. Ce résultat confirme bien que le tube composite verre/Vinylester 411 est encore capable de supporter sa pression nominale de fonctionnement, même après avoir été soumis à un flux de chaleur d'une durée de 30 minutes.

3. Analyse thermique (DSC) et thermogravimétrie (ATG)

Le changement chimique du matériau composite verre/Vinylester 411 sous l'effet de la température a été étudié à partir de la perte de masse et le taux de génération de chaleur. Les résultats des essais de DSC (taux de génération de chaleur) et d'ATG (perte de masse) sont présentés sur la figure 4. L'analyse de cette courbe révèle qu'un changement brusque de flux de chaleur a été observé à une température de 78°C. Cette température correspond à la température de transition vitreuse (T_g) du matériau. Au-delà de cette température, il est à remarquer que la masse de l'échantillon commence à diminuer. Cette faible diminution est attribuée à la perte des produits volatiles et de l'eau contenus dans la résine (Volatilisation).

Par ailleurs, il est à mentionner que la décomposition de la résine commence à partir d'une température égale à 367°C. A cette température, l'analyse thermogravimétrie a montré une perte importante de masse de l'échantillon. Ceci découle notamment de la décomposition chimique de la résine Vinylester 411. En outre, un pic endothermique très prononcé à une température égale à 410°C a été enregistré. En effet, la diminution du flux de chaleur au niveau du thermocouple du récipient contenant l'échantillon s'explique par le fait que le matériau a absorbé plus de chaleur afin d'augmenter la température jusqu'à atteindre celle de référence.

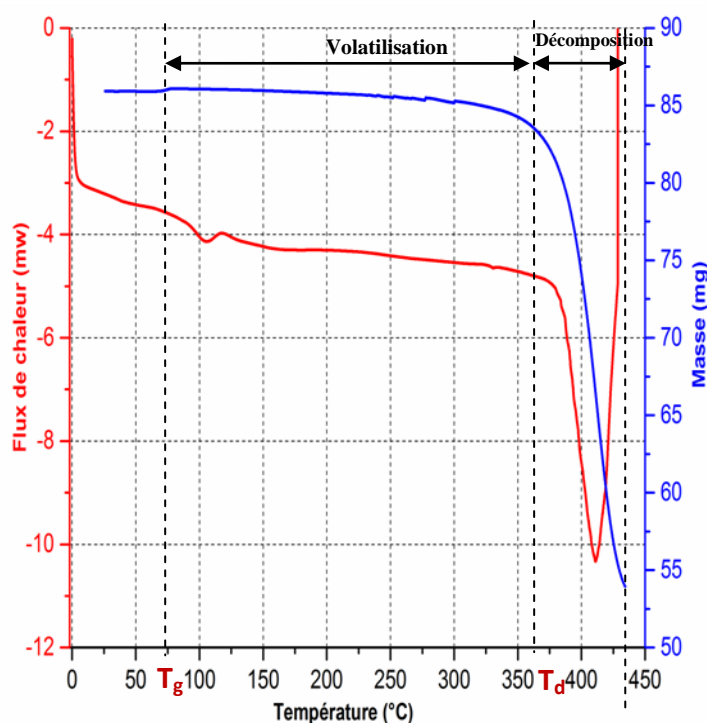


Figure 4. Les résultats de l'essai de DSC (taux de génération de chaleur) et ATG (perte de masse) du matériau composite verre/Vinylester 411

4. Observations microscopiques

En vue de mieux appréhender les mécanismes d'endommagement résultant de l'essai de résistance au feu, à l'échelle microscopique, des observations MEB ont été réalisées. La figure 5 montre les micrographies MEB réalisées sur le tube après l'essai de résistance au feu.

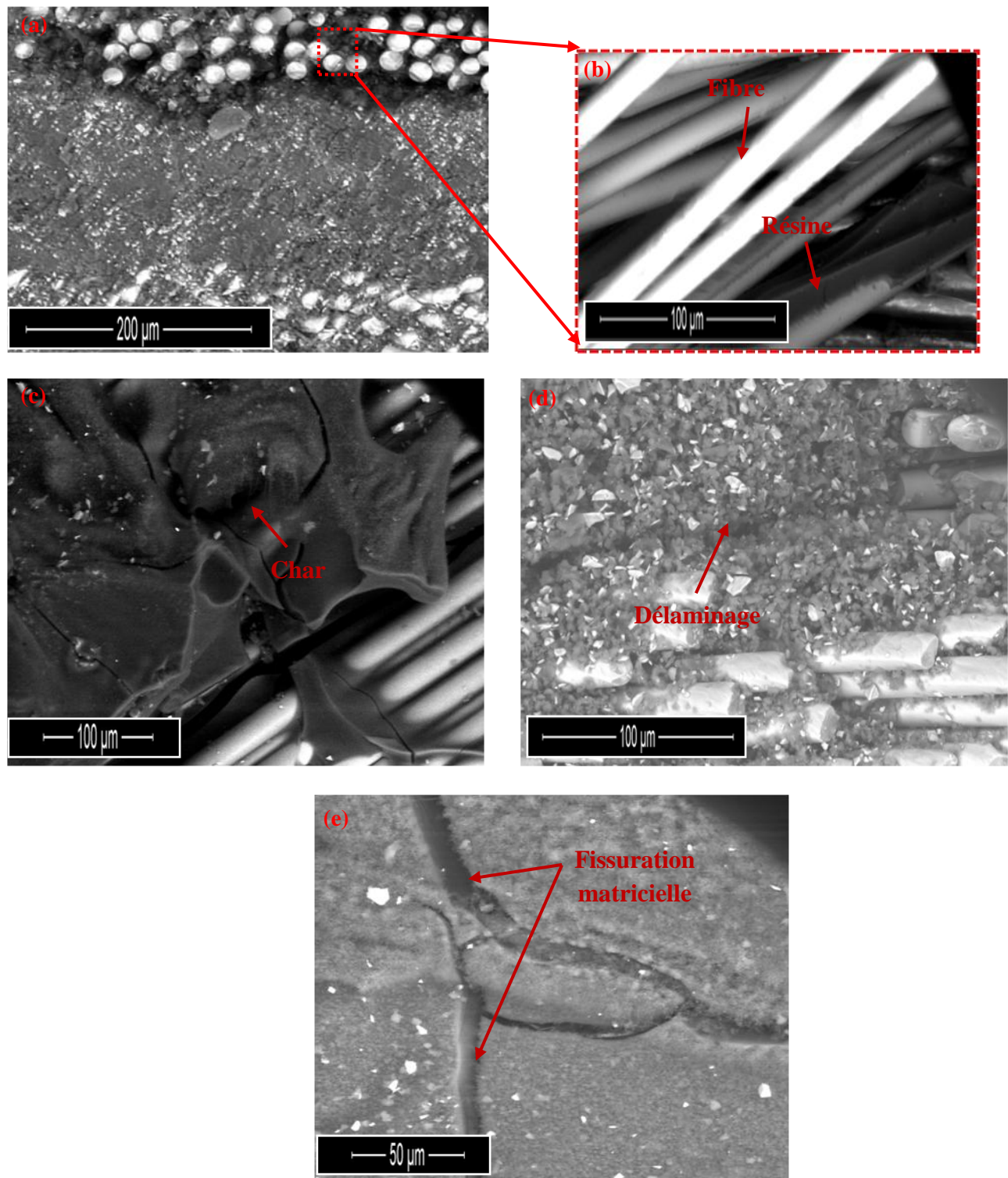


Figure 5. Images MEB du tube après l'essai de perte au feu. (a) et (b) Dégradation de la résine, (c) Formation de char, (d) Délaminage, (e) Fissuration matricielle

Au vu de la figure 5-a et 5-b, nous remarquons que la résine de la surface exposée directement au feu a été complètement consommée, laissant un matériau composé uniquement des fibres de verre revêtu d'une couche mince de résine. En outre, les observations MEB ont permis de mettre en exergue la

présence de substance carbonisée (char) sur la surface du tube (figure 5-c). Ceci dénote la dégradation de la résine par le phénomène de pyrolyse. La figure 5-d montre le phénomène de délaminage entre les couches du composite causé par la différence de dilatation thermique entre les zones chaudes et celles froides.

Il reste à signaler que pour les zones non exposées directement à la source de chaleur, la fissuration matricielle représente le phénomène d'endommagement dominant (figure 5-e). Ceci peut être expliqué par le fait que le flux thermique a propagé depuis la surface chaude vers la surface froide par conduction, causant la fissuration de la matrice puisque la température de dégradation de la résine n'est pas encore atteinte.

5. Conclusion

L'étude du comportement au feu des tubes composites à base d'une résine Vinylester 411 et renforcée par des fibres de verre a été menée. Les résultats obtenus ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes:

- Le processus de combustion d'un matériau composite à base d'une résine therm durcissable soumis à une source de chaleur est décrit principalement par trois étapes à savoir l'échauffement, la dégradation et l'inflammation.
- Les essais hydrostatiques réalisés sur les tubes soumis à un flux de chaleur pendant une durée de 30 minutes, attestent que ces tubes sont capables de contenir le fluide sous une pression de 10 bars (pression nominale) sans l'enregistrement d'une fuite au niveau de la surface extérieure.
- Les observations microscopiques ont montré que le délaminage et la fissuration matricielle sont les principaux mécanismes d'endommagement résultant de l'exposition d'un tube composite à un flux de chaleur.

6. Bibliographie

- [1] P. K. Mallick. Fiber reinforced composites: Materials, Manufacturing, and Design. Taylor & Francis Group LLC, 2007: 20-29.
- [2] A. Ben Khalifa, M. Zidi, L. Abdelwahed. Mechanical characterization of glass/vinylester $\pm 55^\circ$ filament wound pipes by acoustic emission under axial monotonic loading. Comptes Rendus Mécanique, 2012, 340: 453-460.
- [3] Egglestone, G. T., and D. M. Turley. "Flammability of GRP for Use in Ship Superstructures." Fire and Materials 1994, 18(4): 255-60.
- [4] Mouritz, A. P., and Z. Mathys. Post-Fire Mechanical Properties of Glass-Reinforced Polyester Composites." Composites Science and Technology, 2001, 61(4): 475-90.