TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS ii

TABLE DES MATIÈRES iii

LISTE DES FIGURES vii

LISTE DES TABLEAUX xiii

RÉSUMÉ xv

ABSTRACT xvi

NOMENCLATURE xvii

INTRODUCTION 1

Objectifs : 2

CHAPITRE I 3

ÉTAT DES CONNAISSANCES 3

1.1) Généralités sur le bois : 3

1.1.1) Anatomie du bois : 3

1.1.1.1) Structure à l'échelle macroscopique : (fibre et paroi cellulaire) 6

1.1.2) Composition chimique du bois : 8

1.1.2.1) La cellulose : 9

1.1.2.2) Les hémicelluloses : 9

1.1.2.3) Les lignines : 10

1.1.2.4) Les extractibles et autres : 11

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

1.2) Propriétés thermiques du bois : 12

1.2.1) Pyrolyse et combustion : 12

1.3) Méthodes et appareillage d'analyses thermiques et calorimétriques : 16

1.3.1) Analyse thermographique (TGA) : 16

1.3.2) Analyse calorimétrique différentielle (DSC) 17

1.3.3) Calorimétrie à cône: 19

1.3.4) Propagation de la flamme : 20

1.3.5) Essai d'indice critique d'oxygène : 21

1.4) Comportement aux intempéries : 22

1.4.1) Vieillissement accéléré : 22

1.5) Méthodes et traitement d'ignifugation : 23

1.5.1) Traitements spéciaux pour diluer les gaz combustibles provenant du bois avec des gaz non-combustibles : 26

1.5.2) Traitements spéciaux pour réduire la chaleur contenue dans les gaz combustibles : 26

1.5.3) Traitement par l'augmentation de la conductivité thermique du bois : 27

1.5.4) Produits chimiques employés pour former un revêtement à la surface du bois : 27

1.5.5) Produits chimiques agissant comme des radicaux libres pour piéger les flammes : 27

1.5.6) Traitement avec des produits chimiques qui favorisent la formation du charbon à des températures moins élevées que le bois non traité : 28

1.6) Revêtements ignifuges intumescents : 28

1.6.1) Composition et mécanisme d'une formulation intumescente : 29

CHAPITRE II 35

MATÉRIELS ET MÉTHODES 35

2.1) Tests thermiques et calorimétriques : 36

2.1.1) Échantillonnage et déroulement des tests :..... 36

2.1.1.1) Tunnel à deux pieds (Test de propagation de la flamme): 36

2.1.1.2) Calorimètre à cône :..... 40

2.1.1.3) Analyse thermogravimétrique (TGA) et l'analyse calorimétrie différentielle à balayage (DSC) :..... 43

2.2) Le comportement face aux intempéries:..... 47

2.2.1) Vieillissement accéléré:..... 47

CHAPITRE III 51

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS..... 51

3.1) Tunnel à deux pieds (Propagation de la flamme): 51

3.2) Calorimètre à cône :..... 62

3.3) Analyse thermogravimétrique : 78

3.4) L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC): 88

3.5) Vieillissement accéléré: 94

3.6) Relations entre les tests d'analyses thermiques et de résistance au feu:. 102

3.6.1) Relation entre la propagation de la flamme et la consumation du panneau mesurées dans le test du tunnel à deux pieds..... 103

3.6.2) Relation entre les paramètres mesurés par les deux tests de caractérisation thermique (TGA et DSC)..... 104

3.6.3) Relation entre les paramètres mesurés par les deux tests au feu et le test de caractérisation thermique TGA. 105

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS 108

BIBLIOGRAPHIE 112

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Organisation cellulaire des résineux (Bowyer et al. 2005)..... 5
Figure 1.2 : Organisation cellulaire des feuillus (Bowyer et al. 2005)..... 5
Figure 1.3: Structure d'une cellule ligneuse (Bowyer et al. 2005)..... 6
Figure 1.4: Distribution des composés organiques dans les différentes couches de la paroi cellulaire (Panshin et al. 1980)..... 7
Figure 1.5 : Différentes échelles d'observation du bois résineux d'après Harrington et al. (1996). 7
Figure 1.6 : Structure de la cellulose (Govin 2004)..... 9
Figure 1.7 : Les trois unités composant la lignine (Sjöström 1993). 11
Figure 1.8 : Triangle du feu (Buda 2006). 14
Figure 1.9: Schéma de la pyrolyse et de la combustion de la cellulose (Rowell et Van-Green 2005)..... 16
Figure 1.10 : Schéma d'un simple système d'analyse thermogravimétrique (Rowell et Van-Green 2005)..... 17
Figure 1.11: L'appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) (Laboratoire biomatériaux de la Sarre, UQAT). 18
Figure 1.12 : Vue schématique d'un calorimètre à cône (Duquesne 2001). 20
Figure 1.13: Installation expérimentale d'indice critique d'oxygène (Laoutid et al. 2009)..... 22
Figure 2.1 : Panneau LVL de la compagnie LVLGlobal et les différentes peintures utilisées dans ce projet..... 36
Figure 2.2 : Échantillons préparés pour le test du tunnel à deux pieds..... 37
Figure 2.3 : Tunnel à deux pieds (Laboratoire FPInnovations). 40
Figure 2.4 : Échantillons préparés pour le test de calorimètre à cône. 41
Figure 2.5: Calorimètre à cône (Laboratoire du SEREX)..... 43

Figure 2.6: Appareil d'analyse thermogravimétrique (TGA) (Laboratoire de biomatériaux de l'UQAT à La Sarre). 45

Figure 2.7: Courbe TGA du mélange revêtement-bois à 75% de revêtement A. 46

Figure 2. 8: Courbe DSC du mélange revêtement-bois à 75% de revêtement A..... 47

Figure 2.9 : Échantillons préparés pour le test de vieillissement accéléré..... 48

Figure 2.10 : Schéma représentatif de l'espace chromatique du modèle CIE L*a*b* (Koleske 1995). 50

Figure 3.1 : Propagation de la flamme en fonction du taux de recouvrement des 5 peintures appliquées (A, B, C et D : peintures intumescentes ; P-0rd : peinture ordinaire). 56

Figure 3.2 : Perte de masse en fonction du taux de recouvrement des 5 peintures appliquées (A, B, C et D : peintures intumescentes ; P-0rd : peinture ordinaire). 57

Figure 3.3: Délai d'allumage en fonction du taux de recouvrement des 5 peintures appliquées (A, B, C et D : peintures intumescentes ; P-Ord : peinture ordinaire). 58

Figure 3.4 : Illustration des panneaux LVL revêtus avec la peinture C après le test de propagation de la flamme à différents grammages (C-I-1, C-II-2 et C-III-3 : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C et C-0-1 : référence (panneau non-traité)). 59

Figure 3.5 : Taux maximal de chaleur dégagée par unité de surface (PHRR) (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence). 66

Figure 3.6 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture A (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; Réf : référence). 67

Figure 3.7 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture B (B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; Réf : référence)..... 68

Figure 3.8 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture C (C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; Réf : référence)..... 69

Figure 3.9 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture D (D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence)..... 69

Figure 3.10 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) à 2440 secondes (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).. 70

Figure 3.11 : Perte de masse en fonction du temps pour les quatre peintures intumescentes à différents grammages (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence). 72

Figure 3.12 : Perte de masse à 2000 secondes des quatre peintures intumescentes à différents grammages (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence)..... 73

Figure 3.13 : Quantité de fumée totale dégagée par unité de surface (TSR) des quatre peintures appliquées (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence)..... 76

Rapport-Gratuit.com

Figure 3.14 : Variation du rendement en monoxyde de carbone par unité de masse (COY) pour les différentes peintures intumescentes appliquées (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence). 77

Figure 3.15 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois de la peinture A à différents rapports massiques. 81

Figure 3.16 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois des quatre peintures intumescentes au rapport massique 25/75. 82

Figure 3.17 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois des quatre peintures intumescentes au rapport massique 50/50. 83

Figure 3.18 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois des quatre peintures intumescentes au rapport massique 50/50. 84

Figure 3.19 : Courbes TGA des quatre peintures intumescentes. 85

Figure 3.20 : Température de début de la dégradation relevée sur les courbes TGA en fonction du taux de recouvrement (%) des peintures intumescentes (peinture/bois : 0/100, 25/75, 50/50, 75/25, 100/0). 86

Figure 3.21 : Résidu à 600°C relevé sur les courbes TGA en fonction du taux de recouvrement (%) des peintures intumescentes (peinture/bois : 0/100, 25/75, 50/50, 75/25, 100/0). 87

Figure 3.22 : Courbes DSC des mélanges peinture/bois de la peinture A à différents rapports massiques. 90

Figure 3.23 : Courbes DSC des mélanges peinture/bois de la peinture B à différents rapports massiques. 91

Figure 3.24 : Courbes DSC des mélanges peinture /bois de la peinture C à différents rapports massiques. 91

Figure 3.25 : Courbes DSC des mélanges peinture /bois de la peinture D à différents rapports massiques. 92

Figure 3.26 : Courbes DSC des quatre peintures intumescentes. 93

Figure 3.27 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture A aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (A-I et A-II : 1re et 2e couche de la peinture A ; A-I-f et A-II-f : 1re et 2e couche de la peinture A plus une couche de la peinture de finition)..... 97

Figure 3.28 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture B aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (B-I et B-II : 1re et 2e couche de la peinture B ; B-I-f et B-II-f : 1re et 2e couche de la peinture B plus une couche de la peinture de finition)..... 97

Figure 3.29 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture C aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (C-I et C-II : 1re et 2e couche de la peinture C ; C-I-f et C-II-f : 1re et 2e couche de la peinture C plus une couche de la peinture de finition)..... 98

Figure 3.30 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture D aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (D-I et D-II : 1re et 2e couche de la peinture D ; D-I-f et D-II-f : 1re et 2e couche de la peinture D plus une couche de la peinture de finition)..... 98

Figure 3.31 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture A aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (A-I et A-II : 1re et 2e couche de la peinture A ; A-I-f et A-II-f : 1re et 2e couche de la peinture A plus une couche de la peinture de finition)..... 99

Figure 3.32 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture B aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (B-I et B-II : 1re et 2e couche de la peinture B ; B-I-f et B-II-f : 1re

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

et 2e couche de la peinture B plus une couche de la peinture de finition). 100

Figure 3.33 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture C aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (C-I et C-II : 1re et 2e couche de la peinture C ; C-I-f et C-II-f : 1re et 2e couche de la peinture C plus une couche de la peinture de finition). 100

Figure 3.34 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture D aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition (D-I et D-II : 1re et 2e couche de la peinture D ; D-I-f et D-II-f : 1re et 2e couche de la peinture D plus une couche de la peinture de finition). 101

Figure 3.35 : Variation de la masse (%) à 500h d'exposition des quatre peintures intumescentes à différents grammages appliqués (A-I et A-II : 1re et 2e couche de la peinture A ; B-I et B-II :1er et 2e couche de la peinture B ; C-I et C-II : 1re et 2e couche de la peinture C ; D-I et D-II : 1re et 2e couche de la peinture D ; F : 1re couche de la peinture de finition E ajoutée).... 102

Figure 3.36 : Relation entre la propagation de la flamme et la consumation du panneau, mesurées dans le test du tunnel à deux pieds..... 104

Figure 3.37 : Relation entre la masse résiduelle à 600 °C (TGA) et l'augmentation de l'enthalpie des pics endothermiques (DSC). 105

Figure 3.38 : Relation entre la masse résiduelle à 600oC (TGA) et le taux de chaleur maximal dégagée (PHRR) des quatre peintures..... 106

Figure 3.39 : Relation entre la masse résiduelle à 600oC (TGA) et la consommation du panneau (tunnel à deux pieds) des peintures C et D. 107

Figure 3.40 : Relation entre la masse résiduelle à 600oC (TGA) et la consumation du panneau (tunnel à deux pieds)..... 107

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1: La composition chimique du bois (Bowyer et al. 2005). 8

Tableau 1.2: La distribution massique (%) des composés chimiques dans les bois feuillus et résineux (Sjöström 1993). 8

Tableau 1.3: Les produits de la pyrolyse du bois (Rowell et Van-Green 2005)..... 13

Tableau 1.4: Les propriétés et fonctions fondamentales des principaux éléments utilisés dans une formulation intumescente (Kozlowski et al. 2007)..... 31

Tableau 2.1 : Grammages obtenus des différents revêtements appliqués pour le test de propagation de la flamme. 38

Tableau 2.2 : Grammages obtenus des différents revêtements appliqués pour le test de calorimètre à cône..... 42

Tableau 2.3: Grammages obtenus des différents revêtements appliqués pour le test de vieillissement accéléré..... 49

Tableau 3.1 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture A lors de l'essai du tunnel à deux pieds..... 52

Tableau 3.2 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture B lors de l'essai du tunnel à deux pieds. 53

Tableau 3.3 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture C lors de l'essai du tunnel à deux pieds. 54

Tableau 3.4 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture D lors de l'essai du tunnel à deux pieds..... 55

Tableau 3.5: Les principales données obtenues avec le calorimètre à cône. 63

Tableau 3.6 : Les principaux paramètres obtenus et calculés avec le calorimètre à cône. 64

Tableau 3.7 : Classification des risques à l'embrasement généralisé éclair (FPI) et la chaleur totale dégagée selon Petrella (1994)..... 74

Tableau 3.8 : Facteurs de risque à l'embrasement généralisé éclair (FPI) et la chaleur totale dégagée des quatre peintures appliquées. 74

Tableau 3.9 : Principaux paramètres relevés sur les courbes obtenues par l'analyse thermogravimétrique (TGA). 80

Tableau 3.10 : Principaux paramètres relevés sur les courbes obtenues par l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). 89

Tableau 3.11 : La différence totale de couleur (ΔE^*) des peintures appliquées..... 95

RÉSUMÉ

Les produits du bois d'ingénierie sont susceptibles à la défaillance pendant leur exposition au feu à cause de la dégradation thermique des sections minces ou de la perte rapide de résistance des adhésifs utilisés pour le collage, contre-collage ou l'aboutage. Plusieurs approches ont été développées pour protéger les structures en bois combustibles contre le feu. L'application des peintures intumescentes est une mesure préventive complémentaire à d'autres approches telle l'utilisation des gicleurs et les panneaux de gypse dans une approche intégrée de protection. Sous l'effet de la chaleur, les revêtements intumescents agissent comme des barrières physiques qui empêchent l'oxygène d'atteindre le substrat et les produits inflammables de s'échapper. Ainsi, ils isolent les matériaux de l'effet de la chaleur.

L'objectif général de ce projet est d'évaluer la performance des revêtements ignifuges pour augmenter la protection des produits du bois d'ingénierie contre le feu. L'étude vise plus spécifiquement à l'identification des revêtements intumescents commerciaux efficaces, l'élaboration des procédures de contrôle de qualité appropriées de ces revêtements intumescents et l'évaluation de leur comportement aux intempéries. À cet effet, quatre peintures intumescentes nommées ont été sélectionnées et appliquées sur les surfaces des panneaux LVL à trois niveaux de grammage (120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2). Afin d'améliorer leur comportement aux intempéries, une cinquième peinture a est également appliqué au-dessus des peintures intumescentes. Les masses résiduelles ainsi que les pics endothermiques des mélanges (peintures/bois) obtenus à partir de l'analyse thermogravimétrique (TGA) à 600°C et de l'analyse calorimétrie différentielle (DSC) ont démontré que toutes les peintures intumescentes testées améliorent le comportement des panneaux LVL face au feu. Les revêtements opaques confèrent aux panneaux LVL une meilleure protection que les revêtements transparents. Malgré que les propriétés thermiques et le comportement vis-à-vis le feu montrent des améliorations substantielles, les corrélations entre les paramètres obtenus par les différents tests ne sont pas toujours fortement corrélés. Finalement, les résultats des essais de vieillissement indiquent un bon comportement face aux intempéries des différentes peintures intumescentes. Cependant, les peintures opaques ont montré un meilleur excellent comportement face au vieillissement alors que celui des peintures transparentes a été plutôt faible.

Mots-clés : Bois d'ingénierie, peinture intumescente; propagation de la flamme; propriétés thermiques; calorimètre à cône; dégradation thermique.

ABSTRACT

Engineered wood products (EWP) are susceptible to early failure during fire exposure due to thermal degradation of thin section components or rapid loss in strength of some adhesives used for laminating or finger jointing. Different approaches to protecting combustible wood structures were developed over the years. Intumescent coating can serve as a complementary protective treatment to other approaches such as use of gypsum board and sprinkler systems in an integrated fire protection approach. Such a treatment will result in a thick uniform foamed char layer that excludes oxygen and insulates the wood from high temperatures during a fire, helping it maintain its load bearing capacity for an extended time. Thus, the long term goal of this project was to evaluate coating products to enhance protection of wooden building components from fire. The specific objectives were: i) to identify effective intumescent coatings to protect susceptible components of Engineered Wood Products (EWP) from thermal degradation; ii) to develop appropriate quality control procedures to ensure that the coatings meet the target performance and iii) to evaluate the weathering behavior and resistance to mechanical damage of the coatings. To reach these objectives four intumescent coating were applied on laminated veneer lumber (LVL) at 3 basis weight levels (120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2). To improve their behavior in the weather, a fifth painting was also applied. TGA and DSC analyses showed that the four studied coatings improved the thermal properties of the LVL samples. Cone calorimeter and 2-foot tunnel tests showed that all Intumescent coatings improved the fire resistance properties of LVL. Opaque coatings led to better fire resistance properties than clear coatings. Although all thermal and fire resistance tests indicated substantial improvement of the fire resistance of the EWP, the correlation between parameters from thermal tests (TGA, DSC) and those from fire resistance tests (2-feet tunnel and cone tests) were not always high. Finally, the weathering behaviour of opaque coatings was excellent but that of clear coatings was relatively poor.

Keywords: Engineered wood products, Intumescent coating, flame spread; thermal properties; Cone calorimeter; thermal degradation.

NOMENCLATURE

A : Peinture intumescente.

A-0 : Panneau de référence (non-traité).

A-I : 1er couche de la peinture A.

A-II : 2e couche de la peinture A.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

A-III : 3e couche de la peinture A.

B : Peinture intumescente.

B-0 : Panneau de référence (non-traité).

B-I : 1re couche de la peinture B.

B-II : 2e couche de la peinture B.

B-III : 3e couche de la peinture B.

C : Peinture intumescente.

Char : Structure carbonée (couche protectrice).

C-0 : Panneau de référence (non-traité).

C-I : 1re couche de la peinture C.

CIE L*a*b* : Système de représentation des couleurs.

C-II : 2e couche de la peinture C.

C-III : 3e couche de la peinture C.

CNBC : Code national des bâtiments du Canada.

CO : Monoxyde de carbone.

CO_2 : Dioxyde de carbone.

CO_2Y : Rendement en dioxyde de carbone par unité de masse (kg/kg).

COY : Rendement en monoxyde de carbone par unité de masse (kg/kg).

D : Peinture intumescente.

D-0 : Panneau de référence (non-traité).

D-I : 1re couche de la peinture D

D-II : 2e couche de la peinture D

D-III : 3e couche de la peinture D

DSC : Analyse calorimétrie différentielle à balayage.

E : Peinture de finition (face aux intempéries).

f : Une couche de la peinture de finition (E).

FOT : Temps d'extinction (s).

FPI : Indice de performance au feu (FPI = PHRR/TTI).

HC: Enthalpie de cristallisation (J/g).

HRR : Taux de dégagement de chaleur.

IPF : Indice de propagation de la flamme.

IRTF : Infrarouge à Transformée de Fourrier.

LVL : Panneau de placages stratifiés.

MEB : Microscopie Électronique à Balayage.

MEL : Mélamine.

ML : Masse finale des échantillons (g).

NH_3 : Gaz d'ammoniac.

OSB : Panneaux à lamelles orientées.

P-Ord : Peinture ordinaire.

PCO_2Y: Valeur maximale de rendement en dioxyde de carbone (kg/kg).

PCOY : Valeur maximale de COY (kg/kg).

PER : Pentaérythritol.

PHRR : Taux de chaleur maximal dégagé (kW/m^2).

PM : Perte de masse (%).

po : Unité de mesure pouce

PPA : Polyphosphate d'ammonium.

Réf : Panneau de référence (non-traité).

$R_{T600\,°C}$: Masse résiduelle à 600 ^oC.

TC : Temps de combustion (s).

T_d : Température de début de la dégradation.

T_f : Température de fin de la dégradation.

TGA : Analyse thermographique.

Rapport-Gratuit.com

THR : Quantité de chaleur totale dégagée (MJ/m^2).

TiO_2 : Dioxyde de titane.

TOC : Consommation totale d'oxygène (g).

TPC: Température du pic de cristallisation (°C) .

$tPCO_2$: Temps auquel le PCO_2Y est atteint.

tPCOY : Temps auquel le PCOY est atteint.

TSR : Quantité de fumée totale dégagée par unité de surface (m^2/m^2).

TTI : Temps d'ignition (s).

UV : Rayons ultraviolets.

ΔE* : Différence totale de couleur.

ΔL*, Δa* et Δb* : les écarts entre deux mesures de couleur (entre l'échantillon et la référence).

INTRODUCTION

La rareté du pétrole brut, ajoutée à ses effets négatifs sur l'environnement, a poussé l'intérêt de plusieurs chercheurs sur les matériaux durables, écologiques et biodégradables. À l'heure actuelle, on témoigne d'une évolution marquée en ce qui concerne les ressources renouvelables et le développement des méthodes de transformation innovantes et respectueuses de l'environnement.

Le principal inconvénient du bois est sa combustibilité, mais cela ne signifie pas que la construction en bois est moins résistante que la construction en acier ou même en béton. La réaction de combustion du bois se manifeste, en premier lieu, sur la surface. Sur cette dernière, au cours de la combustion, se forme une couche carbonisée qui isole la partie du bois brûlé de celle du bois non brûlé, de l'effet de chaleur et de la propagation de la flamme. Ce phénomène réduit considérablement la détérioration complète du matériau. Ainsi, la vitesse de carbonisation demeure relativement constante pendant toute la durée du feu. De plus, la faible conductivité du bois protège l'intérieur de la pièce pendant que les faces extérieures brûlent.

Dans la majorité des pays, particulièrement dans ceux qui ont une richesse forestière considérable comme le Canada, le bois et les composés à base de bois occupent une place très importante dans la construction des bâtiments commerciaux, industriels et résidentiels. Les avantages mécaniques, structuraux, environnementaux et l'isolation thermique font d'eux les matériaux de construction les plus utilisés. Dans le cadre du développement d'autres alternatives pour bien exploiter cette richesse et conquérir de nouveaux marchés, plusieurs efforts ont été consacrés dans ce sens. En revanche, les produits du bois d'ingénierie sont les fruits de ces efforts.

Les produits du bois d'ingénierie sont conçus et fabriqués en usine dans le but d'élargir l'utilisation du bois et de le positionner comme un matériau d'avenir dans l'industrie de la construction. En termes de résistance mécanique, de rigidité et

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

également de portée, les produits du bois d'ingénierie représentent des performances supérieures au bois naturel, sans compter qu'ils peuvent être produits sur demande en usine et à partir d'une matière première plus abondante et moins coûteuse. Cependant, par leur nature, le bois d'ingénierie comme le bois naturel sont des matériaux inflammables. Il est susceptible à la défaillance pendant son exposition au feu. Cette faiblesse est due à la dégradation thermique de ses composants minces et à la perte rapide de la force de certains adhésifs utilisés pour la stratification ou l'aboutage. Pour faire face à cet inconvénient (inflammabilité), le traitement d'ignifugation de ces matériaux est une étape indispensable pour élargir leurs champs d'application. Plusieurs approches ont été développées pour améliorer les traitements d'ignifugations. Les principes et les mécanismes d'ignifugation se basent généralement sur la formation de charbon (Rowell et Van-Green 2009 ; Ju et al. 2009 ; Wilkie et Morgan 2010). Le recours à des revêtements ignifuges est l'un des moyens les plus efficaces pour améliorer la stabilité thermique. La facilité d'application et l'efficacité font d'eux une des voies les plus convoitées (Rhys 1980). Ils peuvent être appliqués sur place dans le site de fabrication du bois d'ingénierie, comme ils peuvent être adaptés sur un matériau avant ou après l'installation. De plus, leurs utilisations peuvent toucher plusieurs matériaux, y compris le bois, les polymères, les textiles et les matériaux métalliques (Jimenez et al. 2006a).

Objectifs :

L'objectif général de ce projet est d'évaluer l'efficacité des revêtements ignifuges pour augmenter à long terme la protection des composants du bois d'ingénierie contre le feu. Les objectifs spécifiques du projet sont les suivants:

1) Identifier des revêtements intumescents efficaces.
2) Élaborer des procédures de contrôle de qualité appropriées des revêtements intumescents.
3) Évaluer le comportement des revêtements face aux intempéries.

CHAPITRE I

ÉTAT DES CONNAISSANCES

1.1) Généralités sur le bois :

1.1.1) Anatomie du bois :

Le bois est un matériau vivant complexe produit par le biais de la photosynthèse. Au cours de cette dernière, les feuilles captent la lumière du soleil, absorbent de l'eau par leurs racines et le gaz carbonique de l'air. Elles se servent de l'énergie du soleil pour transformer l'eau (H_2O) et le dioxyde de carbone (CO_2) en glucose, tout en rejetant l'oxygène (O_2). Le glucose est ensuite transporté jusqu'aux cellules, où il sert de nourriture et de matière première pour la production de nouvelles cellules. Ce mécanisme de croissance est très sensible aux conditions climatiques, c'est pourquoi le bois est un matériau naturellement très hétérogène (Repellin 2006).

Une plante ligneuse qui comprend des racines, une tige, des branches, un feuillage et qui mesure au minimal de 4 à 6 mètres de hauteur, porte souvent le nom «arbre». Ce dernier se reproduit par propagation végétative ou à partir de minuscules graines (semences). Les arbres, tout comme les êtres humains, fragiles lorsqu'ils sont jeunes et demandent des éléments nutritifs appropriés et un environnement favorable pour une croissance vigoureuse. Ils doivent absorber un mélange riche et équilibré de minéraux pour demeurer en santé. Lorsqu'une blessure leur est infligée, ils réagissent rapidement pour la guérison. Les arbres, à l'âge plus

avancé, perdent leurs fonctions de vitalité et trouvent des difficultés à guérir leurs blessures, finalement, ils meurent (Bowyer et al. 2005).

On distingue deux grandes classes d'arbres : les feuillus et les résineux. Ces derniers se caractérisent par leurs feuilles en forme d'aiguilles ; ils sont aussi appelés «sempervirents», car ils sont dotés d'un feuillage persistant et ne perdent qu'une portion de leurs aiguilles chaque année. La majorité de ce genre porte des fruits en cône écailleux (à l'intérieur se produisent les graines), généralement désignés sous le nom de conifères. Contrairement aux résineux, les feuillus sont des angiospermes qui portent des feuilles étalées (changent de couleur et tombent à l'automne dans les zones tempérées) et produisent des graines à l'intérieur de glands, de samares ou d'autres types de fruits (Bowyer et al. 2005).

La déférence du bois des feuillus et celui des résineux ne se limite pas seulement à leurs silhouettes, mais elle va jusqu'à la structure morphologique du bois qui les constitue. La structure du bois des résineux est simple et uniforme. Au printemps (la période de croissance), les résineux forment des cellules lumineuses à paroi fine et des cellules à paroi plutôt épaisse à la fin de l'été (Figure 1.1). La structure du bois des feuillus est beaucoup plus complexe. Le nombre d'éléments constitutifs est plus grand et leurs agencements sont plus variables. Les feuillus comportent des cellules particulières dans la section transversale de l'arbre, appelées « éléments des vaisseaux ». Le bois dans lesquels les pores du bois initial sont manifestement plus gros que ceux du bois final sont dits à zone poreuses, tandis que ceux qui forment des pores de même taille tout au long de l'année sont dits à pores diffus (Figure 1.2).

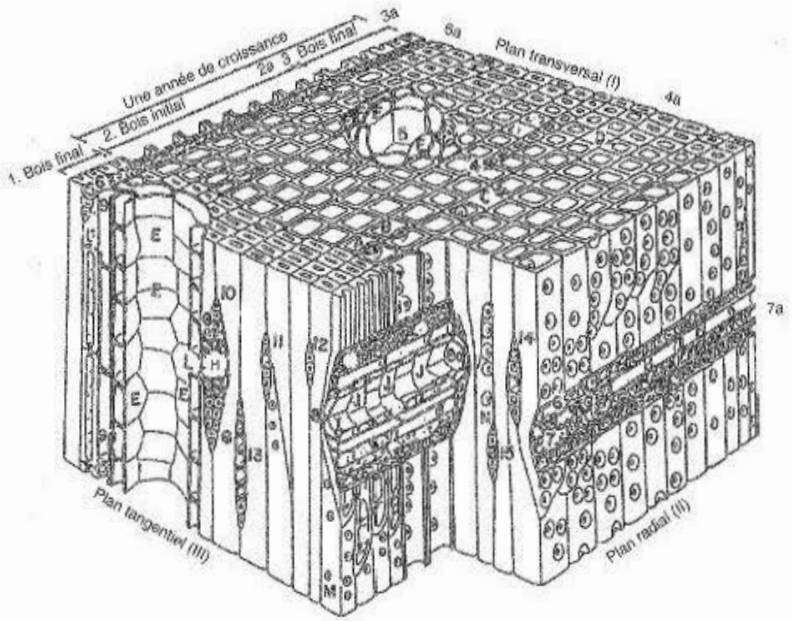

Figure 1.1 : Organisation cellulaire des résineux (Bowyer et al. 2005).

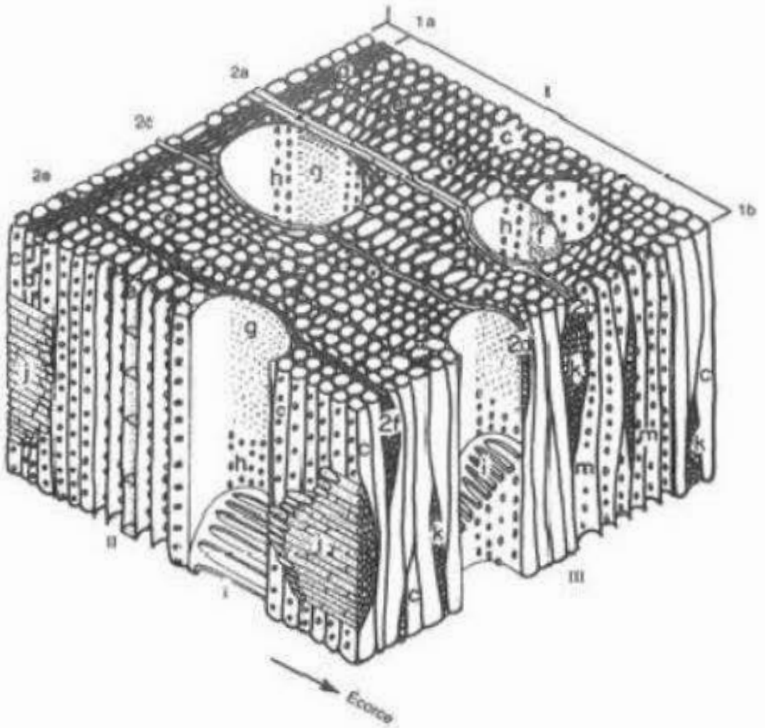

Figure 1.2 : Organisation cellulaire des feuillus (Bowyer et al. 2005).

1.1.1.1) Structure à l'échelle macroscopique : (fibre et paroi cellulaire)

Une cellule ligneuse nouvellement formée se compose d'une mince membrane riche en pectines appelée «paroi primaire». Les pectines sont des substances colloïdales complexes à poids moléculaire élevé. La disposition aléatoire des micro-fibrilles forme la paroi secondaire. À cette dernière, on distingue trois couches (S1, S2 et S3) (Figure 1.3). La couche S2 est beaucoup plus épaisse que les autres. Chez les résineux, les couches S1 et S3 se composent de 4 à 6 micro-fibrilles ou lamelles, alors que la couche S2 peut compter de 30 à 40 lamelles dans les cellules de bois initial et plus de 150 lamelles dans le bois final. Dans une cellule de bois final, les couches S1 et S3 ont une épaisseur d'environ 0,1 µm, alors que la couche S2 a une épaisseur de 0,6 µm. Il est important de signaler que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine se trouvent dans chacune des couches formant la paroi cellulaire. Si l'on se reporte à la figure 1.4, on voit que la proportion de la cellulose et de l'hémicellulose augmente en allant de la lamelle moyenne vers le centre de la couche S2, alors que la lignine se trouve en grande concentration dans la lamelle moyenne. La figure 1.5 illustre une vue du bois résineux à différentes échelles (Harrington et al. 1996).

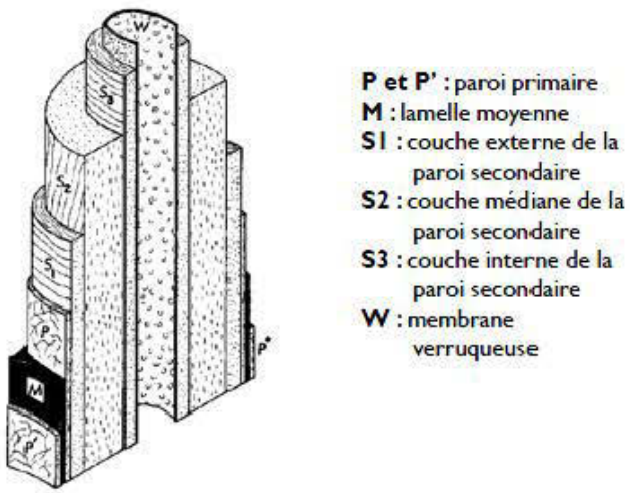

Figure 1.3: Structure d'une cellule ligneuse (Bowyer et al. 2005).

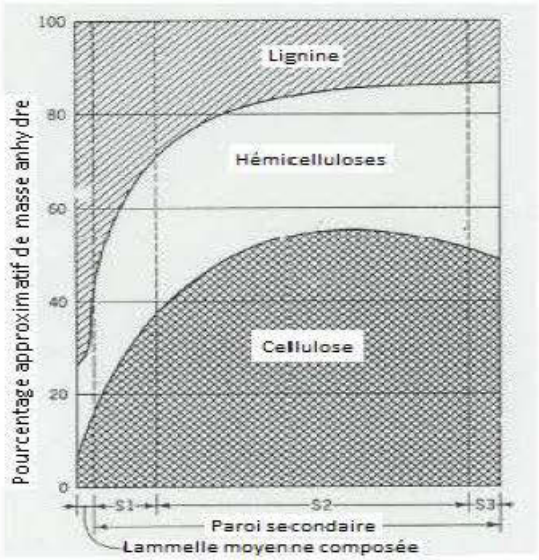

Figure 1.4: Distribution des composés organiques dans les différentes couches de la paroi cellulaire (Panshin et De Zeeuw 1980).

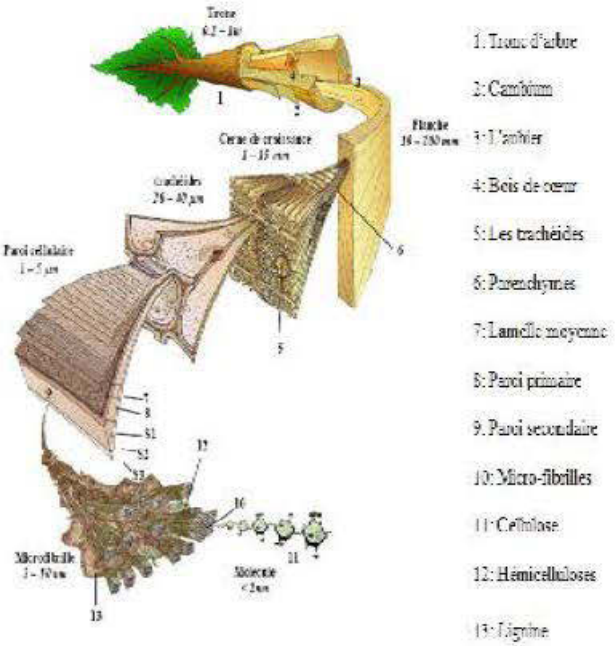

Figure 1.5 : Différentes échelles d'observation du bois résineux (Harrington 2002).

1.1.2) Composition chimique du bois :

Le bois est principalement composé de matières organiques et de quelques traces d'éléments inorganiques incombustibles appelés «cendres» (calcium, potassium, magnésium). Le tableau 1.1 illustre les principaux éléments chimiques du bois. Les principaux éléments du bois se combinent pour former trois types de polymères organiques (cellulose, hémicellulose et lignine), plus les extractibles. Ils sont répartis différemment dans les bois feuillus et résineux (Tableau 1.2).

Tableau 1.1 : La composition chimique du bois (Bowyer et al. 2005).

Éléments	Proportion (%)
Carbone	49
Hydrogène	6
Oxygène	44
Azote	>0.1
Cendres (Ca, K, Mg)	0,1-0,5

Tableau 1.2 : La distribution massique (%) des composés chimiques dans les bois feuillus et résineux (Sjöström 1993).

	Résineux	Feuillus
Cellulose (%)	42 +/ - 2	45 +/- 2
Hémicellulose (%)	27 +/ - 2	30 +/- 5
Lignine (%)	28 +/ - 3	20 +/- 4
Extractible (%)	3 +/ - 2	5 +/- 4

1.1.2.1) La cellulose :

La cellulose est le composant chimique majeur des parois cellulaires du bois. Elle constitue 40 à 45 % de sa masse anhydre (Bowyer et al. 2005). La cellulose est un homopolymère d'unités glucose avec un degré de polymérisation d'environ 10000. Elle est formée par une longue chaîne linéaire polymérique de β-D-glucose liée par des glucosidiques (1,4). Sa formule empirique est $(C_6H_{10}O_5)_n$. (Stevanovic et et (Perrin 20109)

La cellulose est considérée comme le constituant du bois le plus stable chimiquement et thermiquement (Stevanovic et Perrin 2009). Elle se trouve à environ 80% sous forme cristalline dans le bois. Cette propriété, avec les liaisons carbone-carbone très stables (Figure 1.6), lui conférant ainsi une grande résistance mécanique (rigidité).

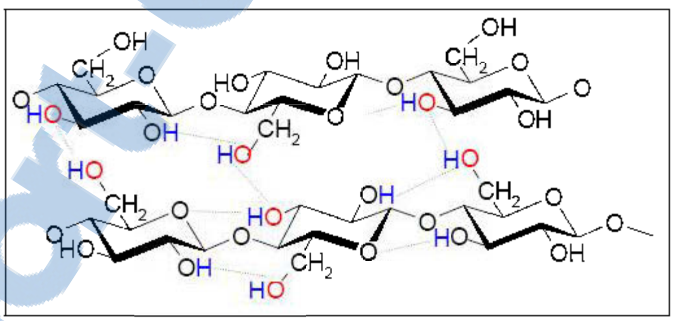

Figure 1.6 : Structure de la cellulose (Govin 2004).

1.1.2.2) Les hémicelluloses :

Les hémicelluloses sont synthétisées de plusieurs polysaccharides (dérivés de sucre). Elles ont une structure semi-cristalline étant donné qu'elles sont composées de polymères branchés, c'est-à-dire, qu'elles sont formées d'une chaîne de glucose β-(1, 4) et d'autres courtes chaînes latérales avec une structure bidimensionnelle (Bowyer et al. 2005). Ces hétéropolysaccharides contiennent deux ou plusieurs unités de

Rapport-Gratuit.com

monosaccharides différentes. La plupart des hémicelluloses ont un degré de polymérisation de 150 à 200. Elles sont principalement constituées par les cinq monomères suivants :

D-glucose, D-mannose, D-galactose, D-xylose, L-arabinose, glucuronique et acide uronique (Bowyer et al. 2005; Stevanovic. et Perrin 2009). Leur quantité totale varie de 20 à 30 % en masse anhydre suivant les essences (Joseleau 1980). Thermiquement, les hémicelluloses sont les polymères les moins stables parmi tous ceux qui constituent le bois.

1.1.2.3) Les lignines :

La lignine est un polymère complexe de poids moléculaire élevé, avec un grand degré de polymérisation (Bowyer et al. 2005 ; Stevanovic et Perrin 2009). Elle possède une structure amorphe dépourvue de polysaccarides ; il s'agit d'un polymère tridimensionnel composé de trois monomères différents : l'alcool coniférilique, l'alcool sinapylique et l'alcool coumarique (Figure 1.7). La fraction de chacun de ces monomères varie selon la lignée végétale (feuillus, résineux), l'espèce, l'organe (tronc, branches, racines) et le tissu (écorce, bois initial, bois final). Premièrement, la lignine sert d'agent de liaison qui maintient les cellules ensemble. Au second, elle associe intiment la cellulose aux hémicelluloses et c'est elle qui attribue la rigidité à la paroi cellulaire. La rigidité conférée par la lignine est un facteur déterminant des propriétés du bois. Ce dernier, sans lignine, devient souple comme du coton (Bowyer et al. 2005 ; Stevanovic et Perrin 2009).

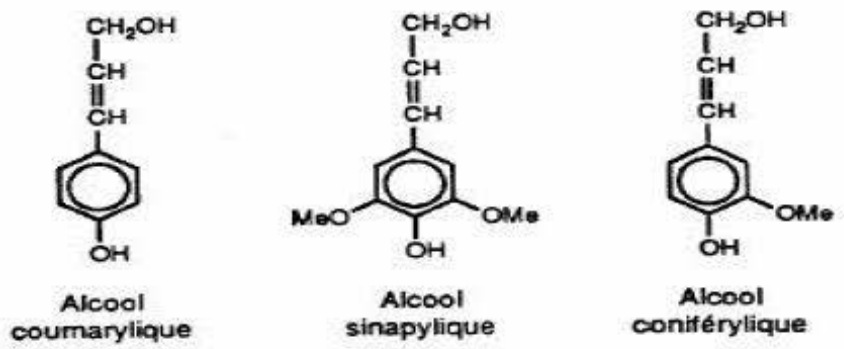

Figure 1.7 : Les trois unités composant la lignine (Sjöström 1993).

1.1.2.4) Les extractibles et autres :

Les extractibles sont présentés principalement en quatre catégories : les trapénoïdes et les stéroïdes, qui sont des composés chimiques dérivés de l'isoprène, possédant des propriétés odoriférantes très importantes. On trouve aussi les sels minéraux à base de calcium, de magnésium et de potassium. Les graisses et les cires sont également présentes dans les parenchymes. Les graisses sont sous forme de triglycérides avec une chaîne allant de C16 à C24, et les cires sont des esters d'alcools gras. En dernier, les constituants phénoliques, qui se situent principalement dans le bois de cœur et les écorces, jouent un rôle important dans la couleur du bois et sur sa résistance aux attaques fongiques. Ils ne représentent généralement qu'une petite fraction de la masse anhydre du bois. La composition et la quantité des extractibles varient d'une espèce à l'autre, et également de l'intérieur à l'extérieur de l'arbre (Repellin 2006).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

1.2) Propriétés thermiques du bois :

1.2.1) Pyrolyse et combustion :

L'exposition du bois à de hautes températures conduit souvent à la dégradation thermique de ses différents composés chimiques. L'intensité de la décomposition dépend de la durée de l'exposition et du niveau de température. La pyrolyse du bois se fait par le fractionnement des chaînes de carbones et le réarrangement au sein des polymères (cellulose, hémicellulose et lignine) qui le constituent. Ce fractionnement conduit à la naissance d'un très grand nombre de produits légers ayant une masse moléculaire relativement faible (Tableau 1.3).

Comparant les trois processus de dégradation thermique du bois (carbonisation, pyrolyse et combustion), la pyrolyse est un processus de dégradation thermique de la matière organique qui se réalise à des températures relativement basses. Par contre, la carbonisation est un processus qui se réalise dans une atmosphère pauvre en oxygène, contrairement à la combustion qui se produit en présence d'oxygène à une température supérieure à 750 °C. Bien que l'étape de la pyrolyse fasse partie de la carbonisation, elle se distingue néanmoins par la nature des produits formés. En effet, la pyrolyse, à certaines températures, brise les liaisons inter et intramoléculaires et produit des composés organiques volatils. Par contre, lorsqu'on augmente la température (750°C et plus), on observe une répolymérisation de ces composés organiques : il s'agit alors de la carbonisation (Repellin 2006).

Pour que la combustion ait lieu, il est nécessaire de mettre en présence simultanément, dans des conditions particulières, trois éléments du triangle du feu (Figure 1.8), à savoir :

- Le combustible : une matière inflammable ou un matériau qui a la propriété de brûler et de produire de la chaleur. Il peut être gazeux (les fractions du pétrole), solide ou liquide. Ces derniers, contrairement aux gazeux, ne

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

brûlent jamais directement. Il faut d'abord leur appliquer une source de chaleur qui en fera évaporer des produits gazeux et inflammables, qui eux se prêteront à l'oxydation accélérée : ce qu'on appelle la pyrolyse.

- Le comburant : l'élément qui se combine avec le combustible, généralement l'oxygène de l'air.
- Une source de chaleur : l'élément calorifique qui apporte l'énergie nécessaire à l'inflammation du mélange (flamme nue, température élevée ou une étincelle).

Tableau 1.3: Les produits de la pyrolyse du bois (Rowell et Van-Green 2005).

Produits	Pourcentage dans le mélange (%)
Acétaldéhyde	2,3
Furane	1,6
Acétone	1,5
Propénal	3,2
Méthanol	2,1
2,3-Butanedione	2,0
1-Hydroxy-2propanone	2,1
Glyoxal	2,2
Acide acétique	6,7
5-Methyl-2-furaldehyde	0,7
Acide formique	0,9
Dioxyde de carbone	12,0
Eau	18,0
Charbon	15,0
Goudron (à 600 ^{o}C)	28,0

De la même manière, la suppression de l'un de ces trois éléments empêche le déclenchement de la combustion. C'est dans ce contexte que les chercheurs ont développé plusieurs méthodes pour lutter et retarder ce phénomène. Bourbigot et al. (1998), mentionnent que la modification de l'un des éléments du triangle du feu (par la dilution des gaz combustibles provenant du bois avec des gaz non combustibles, ou la réduction de la chaleur moyenne de la combustion des gaz volatils libérés au cours de la pyrolyse) conduit au ralentissement de la combustion.

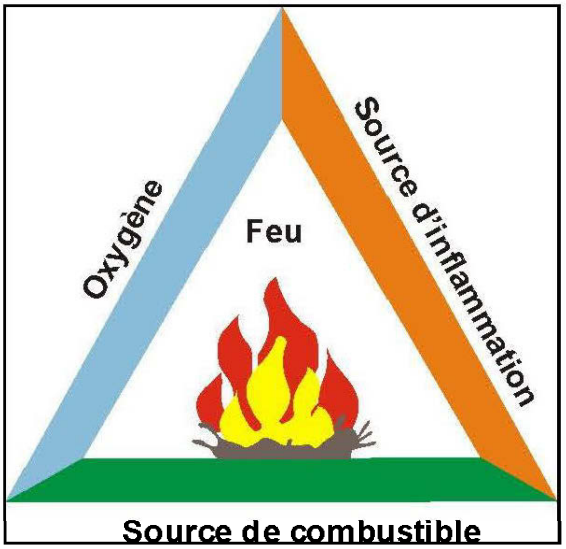

Figure 1.8 : Triangle du feu (Buda 2006).

Selon White et al. (2010), les ruptures des liaisons chimiques commencent au voisinage de 100°C, dus à la dégradation des polysaccharides. Cependant, la pyrolyse du bois peut être résumée aux quatre phases suivantes (Bryan 1998 ; Shafizadeh 1984 ; Atreya 1983) :

- Une température de 20 à 280°C correspond au séchage du bois et le commencement de la dégradation des hémicelluloses (200 à 280°C), avec dégagement d'acides acétique et formique, de furfural, de méthanol et les gaz oxygénés (CO, CO_2).

- De 280 à 320°C, une augmentation rapide de la température jusqu'à 320°C est constatée pour cette 2e phase. Cette dernière correspond à la continuité de la première phase (l'émission des composés précédemment cités), accompagnée du dégagement d'hydrocarbures à faible masse moléculaire et des goudrons légers. À noter aussi que la lignine commence à se décomposer à 200°C, mais elle est beaucoup plus stable à la dégradation thermique par rapport aux polymères polysaccharides (Rowell et Van-Green 2005; Yucheng 2008).

- La 3e phase (de 320 à 500°C). Parmi les trois principaux éléments (cellulose, hémicellulose, lignine) qui constituent le bois, la cellulose est le dernier polymère qui se dégrade thermiquement (Figure 1.9). Il commence à se décomposer à une température d'environ 375 °C, puis il se décompose presque entièrement sur une très courte plage de température. La dégradation de la cellulose engendre les produits analogues aux produits de décomposition des hémicelluloses. Il est important aussi de signaler que la décomposition de la cellulose mène principalement aux gaz volatils, alors que la décomposition de la lignine mène aux composés phénoliques, goudrons plus lourds, et au charbon (Shafizadeh 1984). Selon Rowell et Van-Green (2005), au cours de la pyrolyse, la cellulose produit également du propène, du méthanol, du butane-dione et de l'acide acétique.

- Au-delà de 500°C, cette phase correspond à la formation de résidu du bois sous forme d'un charbon activé (la pyrolyse à l'étape de craquage moléculaire). Ce dernier subit une dégradation par oxydation donnant le CO_2, le CO et le H_2O (Rowell et Van-Green 2005), jusqu'à l'obtention des cendres. À noter aussi que d'autres phénomènes thermochimiques secondaires augmentent la gamme des produits obtenus et rendent encore plus complexe la compréhension des mécanismes de la pyrolyse (réaction et recombinaison des

produits formés, polymérisation, déshydratation, craquage, repolymérisation, etc.).

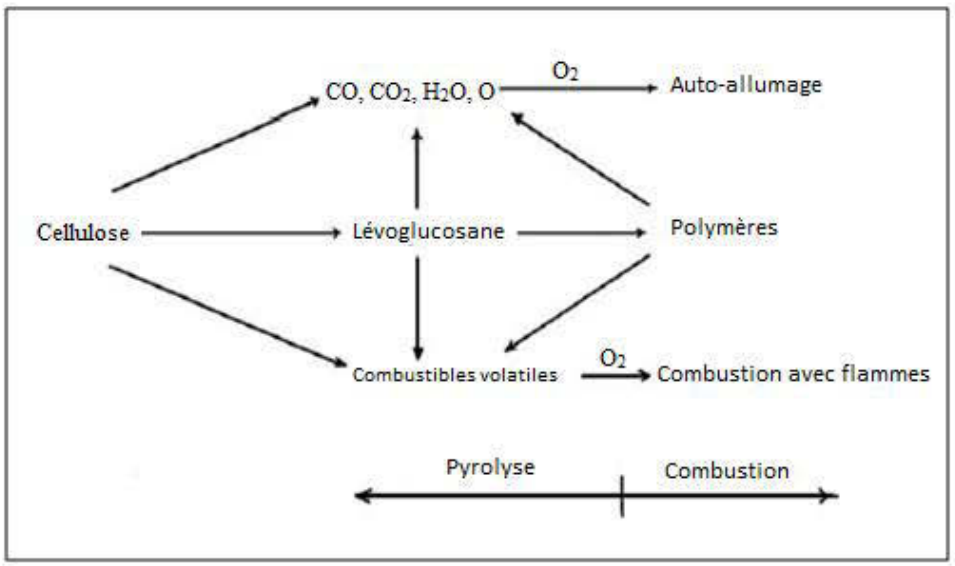

Figure 1.9: Schéma de la pyrolyse et de la combustion de la cellulose (Rowell et Van-Green 2005).

1.3) Méthodes et appareillage d'analyses thermiques et calorimétriques :

1.3.1) Analyse thermographique (TGA) :

La thermogravimétrie (TGA) est une méthode d'analyse très utilisée pour l'étude de la décomposition thermique des matériaux (bois, plastiques, composites, etc.). Elle mesure la variation de la masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une élévation de la température, sous une atmosphère bien contrôlée. La figure 1.10 montre un schéma de l'équipement utilisé pour l'analyse thermogravimétrique. Cette méthode est fréquemment employée pour étudier la pyrolyse du bois (Tang et Neill 1964; Broido et Weinstein 1970) ; elle est aussi largement utilisée pour tester l'efficacité des traitements d'ignifugation (Gu et al. 2007). La détermination de la

perte de masse en fonction de l'augmentation de la température est alors enregistrée en fonction du temps ou de la température (Slade et Jenkins 1966).

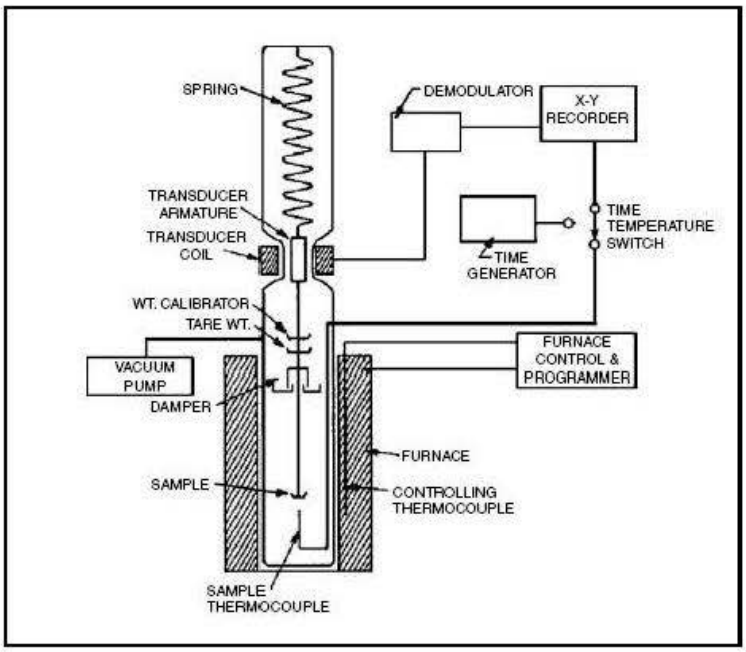

Figure 1.10 : Schéma d'un simple système d'analyse thermogravimétrique (Rowell et Van-Green 2005).

La thermogravimétrie est aussi utilisée pour étudier la cinétique de la décomposition et la stabilité à l'oxydation. Le couplage de la thermogravimétrie avec la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), ou à la chromatographie en phase gazeuse, devient un outil d'analyse très puissant et donne des résultats pertinents (Weiland et al. 1998 ; 1995).

1.3.2) Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) (Differential Scanning Calorimetry) (Figure 1.11) est l'une des méthodes utilisées pour la de caractérisation thermique des matériaux. Elle mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence au sein d'une enceinte (calorimètre) à une

pression constante. À cet effet, la DSC dispose de deux fours : le premier contient une capsule généralement vide qui sert de référence et le deuxième contient l'échantillon à analyser. Si une différence de température se développe entre l'échantillon et la référence en raison des réactions exothermiques ou endothermiques dans l'échantillon, la puissance fournie est ajustée pour enlever cette différence. Rowell et Van-Green (2005) mentionnent que la température du support témoin est toujours maintenue identique à celle de la référence.

La calorimétrie différentielle à balayage nous permet de mieux comprendre les effets endothermiques (concaves) et exothermiques (convexe) qui se produisent lors du changement d'état d'un échantillon. Généralement, cette méthode est appliquée pour déterminer le taux de cristallinité des polymères, ainsi que leur température de fusion, de transition vitreuse et de cristallisation. Elle est aussi utilisée pour l'étude de la pyrolyse du bois (Simkovic et al. 1995 ; Weiland et al. 1998) et l'évaluation des traitements d'ignifugation (Gu et al. 2007).

Figure 1.11: L'appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) (Laboratoire biomatériaux de la Sarre, UQAT).

1.3.3) Calorimétrie à cône:

Le calorimètre à cône tire son nom de l'élément chauffant de forme conique où les échantillons sont exposés (Figure 1.12). Il est le test le plus important à l'échelle de laboratoire dans le domaine des tests au feu, car il mesure d'importantes propriétés caractéristiques d'un feu réel. C'est un dispositif de mesure permettant l'évaluation du taux de dégagement de chaleur (HRR) libérée par un matériau au cours de sa combustion. L'évaluation du débit calorifique (Rate of Heat Release) est basée sur le fait que la chaleur dégagée lors de la combustion est proportionnelle à la quantité d'oxygène consommée. En effet, 13,1 MJ d'énergie (chaleur) sont libérés en moyenne par 1 kg d'oxygène consommé (Huggett 1980).

Les échantillons d'une surface de 100mm × 100mm et une épaisseur maximale de 50 mm sont exposés à un flux de chaleur variant de 0 à 100 KW/m². Ce dernier peut être réglé pour simuler les différents scénarios de feu. Les flux de chaleur les plus utilisés sont 25, 35 ou 50 KW/m². À tire d'exemple, le flux thermique de 35 kW/m² représente un incendie déclaré ; par contre, le flux radiatif de 50 kW/m² représente un incendie largement développé. L'éprouvette (porte-échantillon) du calorimètre à cône est enveloppée dans des boîtes en acier inoxydable ou en feuille d'aluminium, ce qui permet d'éviter la liquéfaction du produit et la destruction de l'appareil. Ensuite, elle est placée dans un porte-éprouvette normalisé avec deux possibilités d'orientation, horizontale ou verticale.

Les gaz libérés au cours de la combustion sont collectés par une hotte puis acheminés dans une canalisation dans laquelle d'autres paramètres sont mesurés, entre autre le débit gazeux et la concentration en oxygène. Ces derniers permettent de calculer la vitesse de consommation d'oxygène, ainsi que le débit calorifique (HRR) (Holland et al. 2001). Parmi les paramètres les plus recherchés pour ce test, on trouve le pic de débit calorifique (PHRR), qui est considéré comme un paramètre représentatif d'un feu, car il permet de définir sa capacité de propagation (Swoboda

Rapport-Gratuit.com

2007). L'émission de monoxyde et de dioxyde de carbone, le temps d'ignition, la perte de masse, la production et l'opacité des fumées sont aussi mesurés pendant l'essai (Janssens 2010).

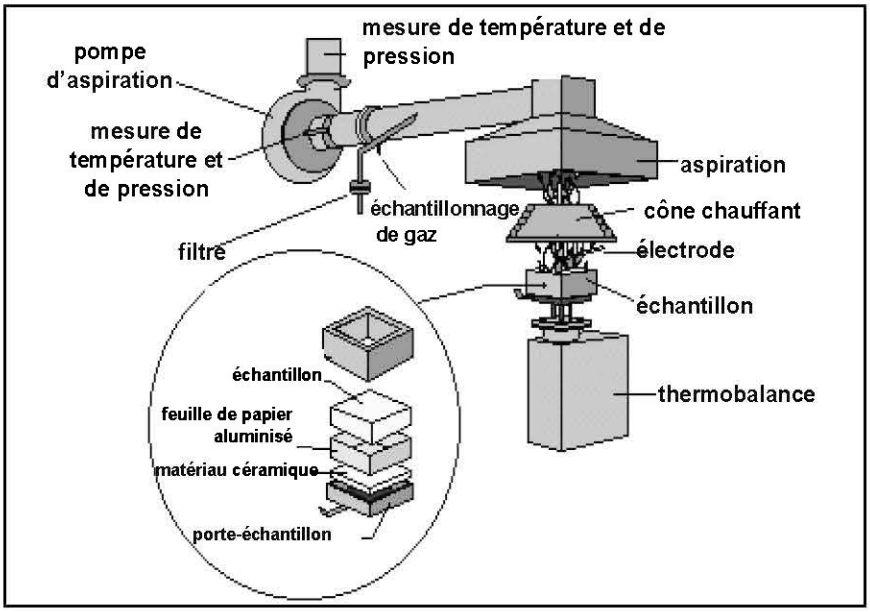

Figure 1.12 : Vue schématique d'un calorimètre à cône (Duquesne 2001).

1.3.4) Propagation de la flamme :

Les normes de bâtiment conçues pour commander la croissance du feu exigent souvent une certaine estimation de la propagation de la flamme pour les différentes parties d'un bâtiment. Pour le Code du bâtiment, les estimations de la propagation des flammes sont déterminées par un essai du tunnel à 25 pieds, qui est une méthode d'essai standard approuvée (ASTM E 84). Pour la recherche, des essais dans des tunnels à 2 et 8 pieds peuvent également être utilisés. Tous les tests du tunnel mesurent la distance de propagation de la flamme sur la surface des matériaux, bien que chacun diffère dans la méthode d'exposition. Un spécimen est exposé à une source d'allumage et le taux auquel les flammes voyagent à l'extrémité du spécimen

est mesuré. Dans le passé, un plancher en chêne rouge a été employé comme norme et s'est fait donner une estimation de 100 (Rowell et Van-Green 2005).

Le test du tunnel à 25 pieds (ASTM E 84) est le test le plus sévère avec un temps d'exposition de 10 minutes, c'est pour cela qu'il est utilisé dans le Code du bâtiment. Le test du tunnel à 2 pieds, moins sévère, permet d'évaluer l'efficacité des revêtements ignifuges en mesurant la propagation de la flamme sur l'échantillon quand il est soumis à une source de flamme standard et sous des conditions contrôlées (Rowell et Van-Green 2005).

1.3.5) Essai d'indice critique d'oxygène :

Les matériaux fortement inflammables consomment moins d'oxygène, ce qui veut dire qu'ils affichent un indice d'oxygène bas. Contrairement aux matériaux moins inflammables qui demandent plus d'oxygène lors de la combustion, ils génèrent des valeurs élevées de l'indice d'oxygène (White 1979). L'essai d'indice d'oxygène mesure la concentration minimale d'oxygène dans un mélange d'oxygène-azote qui soutiendra seulement la combustion flamboyante d'un échantillon d'essai. Des spécimens très petits peuvent être employés dans ce test. De plus, il peut être aussi utilisé pour étudier le mécanisme ignifuge dans la phase gazeuse, où les autres méthodes de caractérisations thermiques (TGA, DSC, etc.) ne peuvent pas être employées, car elles mesurent seulement des propriétés dans la phase solide. La figure 1.13, représente l'installation expérimentale de l'appareil d'indice critique d'oxygène.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

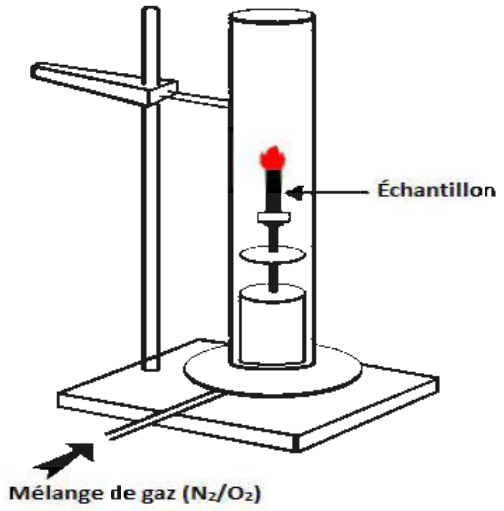

Figure 1.13: Installation expérimentale d'indice critique d'oxygène (Laoutid et al. 2009).

1.4) Comportement aux intempéries :

1.4.1) Vieillissement accéléré :

Ce test a pour but d'étudier le comportement du matériau à long terme. La résistance et la durée de vie des produits de finition décroissent au cours de leurs expositions aux conditions climatiques naturelles. L'utilisation du test de vieillissement naturel pour vérifier l'efficacité des produits de finition est une méthode beaucoup trop longue. Rédnire la durée de ce test est un facteur qui préoccupe de plus en plus les fabricants ; ces derniers souhaitent avoir des résultats concrets et plus rapides sur l'efficacité de leurs produits face aux conditions climatiques. Donc, afin de répondre à ces préoccupations, l'utilisation des appareils de vieillissement accéléré est une découverte intéressante et pertinente.

Le vieillissement ou la détérioration lente d'un matériau est un enchaînement de réactions qui comporte de nombreux processus élémentaires. Généralement, ce

phénomène est généré par l'action de plusieurs facteurs (lumière, eau, température, oxygène, etc.) (Koleske 1995). L'intensité du vieillissement dépend des propriétés des matériaux, du temps et des conditions d'exposition, etc. (Sell et Feist 1986).

L'oxygène est l'un des facteurs importants contribuant au vieillissement. Son action sur le bois génère souvent un changement de couleur (Triboulot 1993). À noter que l'action de la lumière (UV) avec l'eau, sous ses différentes formes (immersion, condensation en surface, pluie ou humidité), est l'un des paramètres à prendre aussi en considération dans le phénomène de vieillissement. Le changement de couleur est le premier signe de dégradation engendré par ce phénomène.

1.5) Méthodes et traitement d'ignifugation :

Le traitement à effet combiné (retardement de feu et préservation du bois) est parmi les priorités de plusieurs chercheurs. De nombreuses études ont été développées en ce sens. Il a été constaté que les approches les plus prometteuses se basent sur les composés inorganiques insolubles et les polymères organiques qui contiennent de l'azote et du phosphore dans la chaine polymérique. Dans les années 50, Stamm (1956) a publié des travaux sur les traitements de conservation du bois et retardement de feu, mais ils étaient considérés comme des traitements séparés et non combinés. Présentement, plusieurs études complémentaires ont été effectuées sur le traitement à effet combiné.

Le traitement à effet combiné (retardement de feu et préservation du bois) peut être résumé par ces approches suivantes (Marney et al. 2008) :

- Modification d'un agent de conservation approprié pour des applications dans le sol et l'ajout d'un produit chimique ignifuge.
- Modification chimique du bois en utilisant des agents de retardement du feu conventionnel qui affichent une bonne résistance au biocide.

- Fixation dans le bois d'agent traditionnel de conservation qui procure des propriétés ignifuges.
- Modification inorganique du bois pour former des composites bois-organique.

Le moyen efficace de retarder le feu est l'utilisation des composés halogénés. Lewin (1997) a étudié l'efficacité de la composition bromate-bromure. Il a démontré que cette méthode est capable d'atteindre un niveau élevé de non-propagation des flammes, le bois traité est stable au lessivage, résistant au feu et à la carie de champignon, et cela sans affecter la résistance structurelle du bois. Cependant, les composés halogénés perdent peu à peu leurs applications, à cause des gaz toxiques libérés (dioxines, benzofuranes) au cours de leur dégradation. De plus, ils peuvent également présenter des risques pour l'environnement et la santé humaine. Vinden et al. (2002) ont utilisé différents procédés pour traiter le bois avec un conservateur à base de bore qui réagit avec l'humidité du bois pour former un composé de bore et d'alcool. Les auteurs affirment que ce traitement confie au bois une bonne stabilité thermique, à l'attaque des termites et à la pourriture fongique. Toutefois, le lessivage du bore présente un inconvénient pour ces types de traitements. Des travaux ont essayé d'y-remédier (Kartal et al. 2004 ; Baysal et al. 2006).

L'utilisation des composés phosphorés pour l'ignifugation du bois représente l'une des voies les plus convoitées des retardateurs de flamme. Ils sont utilisés sous plusieurs formes et leur rôle dans le retardement du feu consiste à catalyser la réaction de déshydratation pour produire plus de charbon. Le mono-ammonium et le di-ammonium de phosphate sont employés avec des composés d'azote, car l'effet synergique est tenu en compte pour qu'un minimum de produit chimique soit employé. Lee et al. (2000) ont montré que le pentoxyde de phosphore et les amines sont aptes à réagir avec le pin teada (Loblolly Pine) et le liquidambar (Sweetgum) pour former des phosphores amides, donnant lieu à une modification chimique du bois en lui procurant une stabilité thermique et à la pourriture.

Une étude récente a confirmé l'efficacité des composés phosphorés pour l'ignifugation du bois (Méziane 2011). L'auteur a traité par imprégnation des lamelles de bois (utilisées pour la fabrication de panneaux à lamelles orientées OSB) par des produits chimiques à base de sels de sodium et de phosphate. L'analyse thermogravimétrique (TGA) et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) utilisées dans cette étude pour évaluer les différents produits chimiques ont permis à l'auteur de conclure que les lamelles traitées confèrent de bonnes propriétés ignifuges par rapport aux lamelles non traitées et que les composés phosphorés (l'acide phosphorique H_3PO_4 et le mono-ammonium de phosphore $NH_4H_2PO_4$) ont montré les meilleures propriétés thermiques dans cette étude.

Au fil des années, différentes approches pour protéger les structures en bois ont été développées. Les principes et les mécanismes d'ignifugation de ces méthodes se basent généralement sur la formation de charbon (Rowell et Van-Green 2009 ; Ju et al. 2009 ; Wilkie et Morgan 2010). Les traitements avec des produits chimiques agissent en tant que radicaux libres pour interférer la flamme ; les produits ignifuges incluent des produits chimiques, réduisent la quantité de vapeurs combustibles et la température d'initiation de la pyrolyse pour augmenter la quantité de charbon (Shafizadeh 1984 ; Rowell et Van-Green 2005). Cependant, ces mécanismes et traitements ignifuges présentent souvent des inconvénients. À titre d'exemple, l'application du panneau de gypse comme barrière au feu est efficace, mais il interfère dans le fonctionnement des services d'entretien et peut être exposé aux dommages pendant les réparations. L'ignifugation par imprégnation réduit la propagation de la flamme en catalysant la formation de charbon, mais elle peut entraîner une perte plus rapide de la force des composants en bois dans un incendie qu'un bois non traité (Shafizadeh et Fu 1973).

L'incorporation des nanoparticules non-combustibles (argile ou silice d'alumine hydratée) peut également renforcer la protection contre le feu (Feng et Wang 2008 ;

Wilkie 2007). Et du point de vue environnemental, ils combinent plusieurs avantages, dont la réduction des émissions de formaldéhyde (Chaala 2007). D'après Cai et al. (2007a, 2007b); Feng et Wang (2008); Wang et Zhang (2009), les nanoparticules améliorent les propriétés de surface et le comportement au feu du bois.

L'ignifugation est une technique qui a pour but de stopper ou de retarder la propagation des flammes. Pour le bois, il existe six classes de traitement (Rowell et Van-Green 2005) :

1.5.1) Traitements spéciaux pour diluer les gaz combustibles provenant du bois avec des gaz non-combustibles :

Le dicyandiamide, comme l'urée, sont des produits chimiques qui libèrent de grandes quantités de gaz non-combustibles à des températures inférieures à la température de commencement de la pyrolyse du bois. Parmi ces produits, on trouve aussi le borax, qui libère de grandes quantités de vapeur d'eau. Donc, toute réduction du pourcentage des gaz inflammables est avantageuse, car la présence de produits non-combustibles fait augmenter la demande en produits volatils nécessaires pour l'allumage. Aussi, le mouvement des gaz loin du bois peut diluer la quantité d'oxygène à proximité de la couche limite entre le bois et la réaction de la phase vapeur (Rowell et Van-Green 2005).

1.5.2) Traitements spéciaux pour réduire la chaleur contenue dans les gaz combustibles :

Plusieurs produits chimiques peuvent être utilisés pour réduire la teneur des gaz volatils, comme le tétra borate de sodium et le chlorure de sodium. Cependant, le traitement avec du phosphate d'ammonium est le plus efficace. Les traitements d'ignifugation de ce type réduisent la chaleur moyenne de la combustion des gaz volatils libérés au premier stade de la pyrolyse (Rowell et Van-Green 2005).

1.5.3) Traitement par l'augmentation de la conductivité thermique du bois :

Cette méthode consiste à augmenter la conductivité du bois en lui associant un matériau de conductivité plus grande. Un alliage en métal avec un point de fusion de 105°C peut être employé pour ce traitement. En cours de chauffage, l'élévation de la température du bois traité est plus lente que celle du bois non traité, jusqu'à ce que la température de fusion d'alliage soit atteinte. Au-dessus de la température de fusion d'alliage, l'élévation de la température est la même avec le bois non traité (Rowell et Van-Green 2005).

1.5.4) Produits chimiques employés pour former un revêtement à la surface du bois :

Parmi les six classes de traitement anti-feu, on trouve les composants chimiques utilisés pour former un revêtement sur la surface du bois. Le recours à des revêtements ignifuges est l'un des moyens les plus efficaces pour améliorer la stabilité thermique. Un tel traitement se traduira par la formation d'une couche d'épaisseur uniforme de mousse de charbon, qui exclue l'oxygène et isole le bois des températures élevées d'une part, et l'aide à maintenir sa capacité de charge pour une période prolongée lors d'un incendie, d'autre part (Rowell et Van-Green 2005). C'est dans cette optique que notre travail a été orienté.

1.5.5) Produits chimiques agissant comme des radicaux libres pour piéger les flammes :

Dans ce cas, on trouve les halogènes (brome, chlore et fluor) qui sont de bons inhibiteurs des radicaux libres. Ils ont été étudiés intensivement dans l'industrie des plastiques. En général, une grande concentration en halogène (entre 15 à 30 % en masse) est requise pour avoir un bon effet de retardement de feu. L'efficacité de l'halogène diminue dans l'ordre suivant Br > Cl > F (Rowell et Van-Green 2005).

1.5.6) Traitement avec des produits chimiques qui favorisent la formation du charbon à des températures moins élevées que le bois non traité :

Les produits chimiques utilisés dans cette classe diminuent la température de commencement de la pyrolyse, augmentent la quantité de charbon et réduisent la quantité de gaz volatils et combustibles (Rowell et Van-Green 2005). L'orthophosphate de dihydrogène d'ammonium augmente considérablement la quantité de charbon résiduel et abaisse la température initiale de la décomposition thermique. (Shafizadeh 1984).

1.6) Revêtements ignifuges intumescents :

Les revêtements ignifuges représentent une des méthodes les plus anciennes de retardement de feu. La facilité d'application et l'efficacité font d'elle une des voies les plus convoitées (Rhys 1980). Ils ne modifient pas les propriétés intrinsèques du matériau (exemple : les propriétés mécaniques), ils sont faciles à appliquer et leurs utilisations peuvent toucher plusieurs matériaux, y compris le bois, les textiles, les polymères et les matériaux métalliques (Jimenez et al. 2006a). De plus, puisque les phénomènes de combustion se manifestent en premier lieu sur la surface du matériau, il est élémentaire de concentrer l'action de protection à cet endroit (Duquesne et al. 2004).

Dans chaque pays en général, et particulièrement en Amérique de Nord, le bois et les composés à base de bois occupent une place très importante dans le secteur résidentiel, la construction des bâtiments commerciaux et industriels, ainsi que pour les aménagements intérieurs. Les avantages environnementaux, mécaniques, structuraux, écologiques et l'isolation thermique font d'eux les matériaux de construction les plus utilisés. De plus, le développement des techniques de collage, d'assemblage et de classement a conduit à la création de nouveaux produits

d'ingénierie pour propulser les limites d'utilisations du bois. Cependant, les produits du bois d'ingénierie sont vulnérables à la défaillance pendant leur exposition au feu. Cette faiblesse est due à la dégradation thermique de ses composants minces et la perte rapide de la force de certains adhésifs utilisés pour la stratification ou l'aboutage. Cet inconvénient (inflammabilité) a réduit considérablement leurs applications ; pour le surmonter et afin de répondre aux exigences croissantes dictées par le Code du bâtiment au sujet de la sécurité publique dans les constructions résidentielles et non-résidentielles, les traitements d'ignifugations de ces matériaux sont l'une des solutions indispensables (Wang et Zhang 2009).

Parmi les traitements d'ignifugation du bois, l'application des peintures intumescentes, qu'on choisit de suivre dans cette étude, est une méthode qui mérite d'être encouragée, vu ses différents avantages. Les revêtements intumescents agissent comme des barrières physiques qui empêchent l'oxygène d'atteindre le substrat et les produits inflammables de s'échapper ; ainsi ils isolent les matériaux de l'effet de la chaleur (Rowell et Van-Green 2005).

1.6.1) Composition et mécanisme d'une formulation intumescente :

Le revêtement intumescent retardateur de flamme est un système complexe, constitué essentiellement de trois principaux actifs: une source d'acide, une source de carbone et un agent gonflant (Tableau 1.4). Généralement, ces trois ingrédients sont liés ensemble par un liant (Duquesne et al. 2004). La formulation la plus performante et la plus largement utilisée se compose essentiellement de (Li et al. 2008):

- Polyphosphate d'ammonium (PPA) : utilisé comme source d'acide.
- Pentaérythritol (PER) : source de carbone (un agent de carbonisation).
- Mélamine (MEL) : agent de gonflement (soufflage du système).

Rapport-Gratuit.com

À noter aussi que certains composés, comme le polyphosphate d'ammonium, peuvent être à la fois une source d'acide et un agent gonflant. (Duquesne 2001).

Le choix de la formulation intumescente est un paramètre essentiel pour une composition ignifuge, car son effet est directement lié à la vitesse de formation de la couche protectrice (Kozlowski et al. 2007). Cependant, l'association aléatoire de ces trois ingrédients n'assure pas nécessairement le phénomène d'intumescence. Il est nécessaire que les processus chimiques conduisant à la formation de la couche protectrice se déroulent dans une séquence appropriée, tandis que la température augmente (Camino et al. 1989). D'autre part, les températures de décomposition des différents agents constituants la formulation intumescente sont une étape-clé pour la formation de la couche protectrice (Kozlowski et al. 2007). Les résultats obtenus de l'analyse thermogravimétrique dans l'étude de Gu et al. (2007) indiquent que la température de dégradation de la mélamine (agent de gonflement) et celle du polyphosphate d'ammonium (source d'acide) doivent se situer dans une plage très proche pour empêcher l'échappement des gaz avant la carbonisation.

En général, dépendamment de la composition chimique des revêtements intumescents, l'acide est le premier à réagir avec la source de carbone pour produire une structure carbonée connue sous le nom «CHAR». En deuxième lieu, l'agent gonflant se décompose et provoque le gonflement de la structure carbonée et la création d'une couche protectrice isolante. Une des spécifications des revêtements intumescents, lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées, est d'augmenter leur volume de 50 fois et parfois même de 200 fois, formant ainsi une barrière physique qui protège le matériau auquel ils sont appliqués (Wladyka-Przybylak et Kozlowski 1999).

Tableau 1.4: Les propriétés et fonctions fondamentales des principaux éléments utilisés dans une formulation intumescente (Kozlowski et al. 2007).

Fonction et propriétés	Les composés
Agent déshydratant (source d'acide) : Substances libérant au cours de leur décomposition thermique un acide qui estérifie les groupements hydroxyles.	L'acide phosphorique, l'ammonium, un sel aminé et les esters (phosphate d'ammonium et le polyphosphate de mélamine, l'urée et le phosphate de tributyle phosphate), l'acide borique et ses dérivés (borax, le borate d'ammonium).
▪ **Agent de carbonisation:** Avec un nombre considérable d'atomes de carbone, la décomposition thermique de ces agents conduit à la formation de la matière carbonée ayant un grand nombre de groupes hydroxyle, capables d'être estérifiés avec des acides.	Polyalcools (érythritol et ses oligomères (pentaérythritol, le pentaérythritol dimère et de trimère, l'arabitol, le sorbitol, l'inositol), les saccharides (glucose, maltose, arabinose) et polysaccharides (dextrine d'amidon, cellulose), des phénols polyhydriques (rezorcinol).
▪ **Agent gonflant (formation de mousse) :** Dégagement d'une quantité importante de gaz non inflammable lors de la décomposition thermique, formant ainsi la structure alvéolaire de la couche carbonée (Char).	Composés d'azote, la mélamine, sels phosphoriques et d'urée, le dicyandiamide, la guanidine et ses dérivés, la glycine, les paraffines chlorées.
▪ **Liant résineux :**	Les résines amino, époxy, acrylique, polyvinyle acétique et de polyuréthane
▪ **Solvants, stabilisants, etc. :**	Spécifiques de composés chimiques, en fonction de la nature de la résine.

Le processus de fonctionnement d'un système intumescent peut être résumé comme suit (Kozlowski et al. 2007 ; Camino et al. 1985): en premier lieu, les agents

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES
Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

de déshydratation (source d'acide) se décomposent pour former les acides. Ces derniers réagissent avec les groupements d'hydroxyles, des agents de carbonisation par, estérification, pour former des esters instables thermiquement. L'augmentation de la température au cours du processus d'intumescence conduit à la décomposition des esters produits dans les étapes précédentes pour former d'autres produits (carbone, dioxyde de carbone, l'eau, etc.). La décomposition de l'ester est souvent accompagnée par la décomposition de l'agent moussant (agent du gonflement), car les deux agents se décomposent presque dans la même plage de température ; à titre d'exemple: le Polyphosphate d'ammonium (PPA) se dégrade à une température supérieure à 250°C et le Pentaérythritol (PER) se décompose entre 186 à 334 °C (Li et al. 2008). La décomposition des deux éléments (agent de carbonisation et de gonflement) amène à la formation d'une quantité importante de gaz non combustible. Ces derniers à leur tour, soufflent et provoque le gonflement de la matière carbonée (engendrée à la suite de la décomposition de l'ester) ; ainsi se forme une couche épaisse et isolante. La dernière étape de ce processus consiste en la gélification et la solidification de la couche formée précédemment, pour isoler le matériau combustible de l'effet de la chaleur et empêcher l'oxygène d'atteindre le substrat.

Dans le cadre de la lutte continuelle contre l'incendie et dans le but d'améliorer la composition des formulations intumescentes, différentes méthodes et additifs ont été incorporés et développés dans ce sens par plusieurs chercheurs. Les additifs aux formulations intumescentes ont montré leur efficacité sur les polymères thermoplastiques et thermodurcissables. Ainsi, l'ajout de petites quantités de minéraux tels que les zéolithes (Bourbigot et al. 1996a, b), les argiles naturelles (Le Bras et Bourbigot 1996) et les borates de zinc (Samyn et al. 2007) ont permis l'amélioration des propriétés anti-feu des formulations intumescentes. Parallèlement, Levchik et al. (1995, 1996) ont proposé l'utilisation de petites quantités de talc et de manganèse combinés avec le dioxyde de polyphosphate d'ammonium en polyamide-6, pour promouvoir la carbonisation et améliorer les propriétés isolantes des

revêtements intumescents. L'ajout d'additifs nanométriques a confié des comportements synergiques aux compositions intumescentes. La présence des nano-additifs peut modifier le comportement chimique, physique et rhéologique de la couche carbonée, Lewis (2005) a décrit ces phénomènes comme un effet catalytique des nanoparticules sur le développement des réactions, conduisant ainsi à une structure plus stable de la couche carbonée.

La quantité et les proportions des ingrédients dans une formulation intumescente jouent aussi un rôle très important sur la performance et l'efficacité des revêtements, ce qui a été confirmé par l'étude de Chuang et al. (2008). Ces auteurs ont étudié l'amélioration de l'ignifugation du bois contreplaqué à base de Luana rouge (*Parashorea* spp.) par l'interaction entre quatre grandes formulations intumescentes les plus utilisées, à savoir : une résine acrylique utilisée comme liant (BR), le Pentaérythritol comme substance de carbonisation (CS), la mélamine comme substance de production de mousse (FPS) et le Polyphosphate d'ammonium comme agent déshydratant (DA). Deux séries ont été formées et nommées FRM et FRA qui correspondent respectivement aux rapports pondéraux BR/CS (15%/35%) et FPS/DA (22,5%/27,5%). Les auteurs fixent le rapport de chaque série et varient les deux autres composants. Ils ont constaté que les panneaux traités par les formulations intumescentes proposées démontrent une amélioration considérable des propriétés ignifuges, par rapport aux panneaux contreplaqués non-revêtus, et ceux revêtus avec une résine acrylique seulement. D'après les résultats obtenus sur le calorimètre à cône, l'analyse thermogravimétrique et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, les auteurs ont conclu que la formulation FRM (rapport 15/35 (BR/CS) et 15/35 (FPS/DA)) a confié au panneau contreplaqué des meilleures propriétés ignifuges.

Le principal rôle de toute formulation intumescente est de former une couche protectrice communément appelée «couche multicellulaire», pour protéger

efficacement le matériau contre l'accès de l'oxygène et la propagation de la flamme. Li et al. (2008) ont suscité un intérêt spécial pour cette étape fondamentale dans un système intumescent. Leur étude consiste à l'incorporation de trioxyde de molybdène (MoO_3) et d'oxyde ferrique (Fe_2O_3) comme modificateurs pour améliorer la stabilité thermique d'un revêtement composé essentiellement de polyphosphate d'ammonium (PPA), de pentaérythritol (PER) et de mélamine (MEL). Les auteurs ont utilisé quatre grammages pour chaque modificateur (MoO_3, Fe_2O_3) à savoir 3, 6, 9 et 12 %. Les résultats obtenus dans l'analyse thermogravimétrique ont montré que l'ajout de MoO_3 et de Fe_2O_3 augmente considérablement la masse résiduelle du revêtement PPA-PER-MEL à partir de 400 °C, et elle augmente davantage avec l'augmentation du grammage. Les images obtenues par le MEB (microscopie électronique à balayage) ont aussi montré clairement que le MoO_3 et le Fe_2O_3 améliorent la surface intérieure et extérieure de la couche multicellulaire. Dans le même contexte, Li et al. (2007) ont étudié l'effet de la combinaison du graphite expansible avec le di-siliciure de molybdène ($MoSi_2$) sur une formulation intumescente constituée de Polyphosphate d'ammonium (PPA), Pentaérythritol (PER) et de mélamine (MEL). Les résultats obtenus par la microscopie électronique à balayage (MEB) et la thermogravimétrie (TGA) ont permis aux auteurs de conclure que l'effet synergique généré par le graphite et le di-siliciure de molybdène ($MoSi_2$) a donné une solidité à la couche multicellulaire, très proche de la céramique.

CHAPITRE II

MATÉRIELS ET MÉTHODES

Dans ce projet, le travail est focalisé sur les enduits ignifuges des produits du bois déjà existants sur le marché. En effet, plusieurs revêtements intumescents sont actuellement disponibles. Cependant, peu d'études ont examiné leur efficacité pour la protection du bois d'ingénierie. Cette étude est concentrée sur l'évaluation de la performance de quatre revêtements intumescents commerciaux. Leur sélection est basée sur les critères suivants :

- Application facile et séchage rapide, pour assurer une application sur place.
- Bon comportement face aux intempéries.
- Disponibilité à un coût raisonnable.
- Revêtement transparent pour garder l'esthétique naturelle du bois (selon la disponibilité).

Le bois d'ingénierie utilisé dans cette étude est le panneau de placages stratifiés (LVL) fourni par la compagnie LVLGlobal. Il est constitué de 17 placages (Figure 2.1), avec les dimensions suivantes : 2,5 m de longueur, 0,25 m de largeur et 0,048 m d'épaisseur. La densité spécifique était de 0,43.Les panneaux LVL sont fabriqués de placages laminés de peuplier faux-tremble dont le fil est parallèle à l'axe de la poutre. Ils sont généralement utilisés dans l'industrie de la construction comme poutre à section rectangulaire, soit encore comme un panneau autoporteur à plat, en support de couverture ou en plancher.

Figure 2.1 : Panneau LVL de la compagnie LVLGlobal et les différentes peintures utilisées dans ce projet.

Comme revêtements ignifuges, on a utilisé quatre revêtements intumescents, dont trois sont à base de latex (liant) et un revêtement transparent à base d'acrylique. Un cinquième revêtement est aussi utilisé pour améliorer leurs comportements face aux intempéries. Les noms et la composition chimique des revêtements sont gardés confidentiels. Dans cette étude, les revêtements sont désignés par A, B, C, D et E.

2.1) Tests thermiques et calorimétriques :

2.1.1) Échantillonnage et déroulement des tests :

2.1.1.1) Tunnel à deux pieds (Test de propagation de la flamme):

Afin de répondre aux dimensions de la norme (ASTM D3806-98) pour le test de propagation de la flamme, les échantillons de panneaux LVL ont été coupés selon les dimensions suivantes : 610 mm x 120 mm x 35 mm (longueurs x largeurs x épaisseurs). Les échantillons ont été aussi sablés pour avoir une surface uniforme. Les surfaces à peindre sont sèches, propres et exemptes de toutes sortes de contaminants comme l'huile, la graisse ou les sels. Un pulvérisateur à air travaillant sous une

pression de l'ordre de 65 à 70 psig (5bars) a été utilisé pour l'application des quatre revêtements intumescents (Figure 2.2).

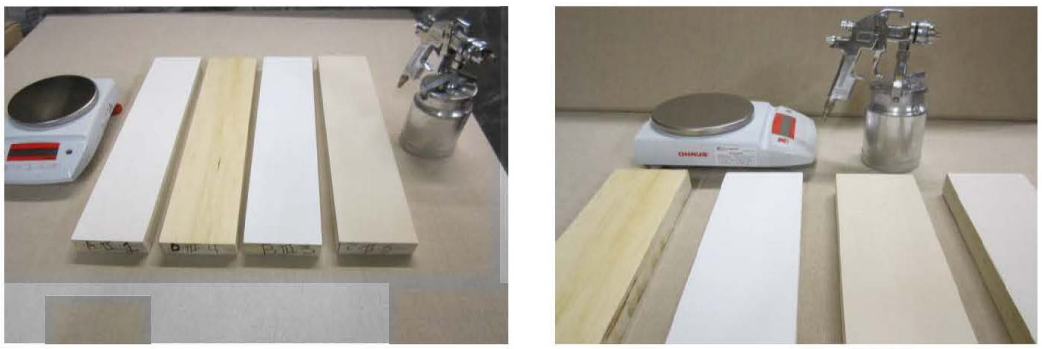

Figure 2.2 : Échantillons préparés pour le test du tunnel à deux pieds.

Dans ce travail, on a ciblé trois grammages (trois couches) : 120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2. La 2e couche et la 3e couche sont appliquées après 8 à 10 heures afin de laisser suffisamment le temps à la couche précédente de sécher (à 20 °C environs). Grâce à une balance de précision 10^{-2}g, on a mesuré le taux de recouvrement comme étant la différence de masse entre les panneaux avant l'application et après séchage. Cinq (5) répétitions pour chaque peinture ont été effectuées. Les différents grammages obtenus sont présentés dans le Tableau 2.1.

Les échantillons préparés sont conditionnés pendant 2 semaines sous une humidité relative de 50 ± 5 % et à une température de 21 ± 2°C. Quotidiennement, avant de commencer le test, l'appareil de tunnel à deux pieds est calibré à l'aide d'un panneau d'étalonnage standard en ciment-amiante (zéro propagation de la flamme) comme suit :

Après avoir ajusté le brûleur pour une hauteur de la flamme de 5 cm, on fixe l'ensemble du panneau de calibrage, face lisse vers le bas et la plaque à

thermocouples sur le support du tunnel (Figure 2.3). Le débit de gaz est réglé à 0,8 L/min. L'appareil est doté d'une fenêtre graduée de 0 à 16 pouces, qui nous permet de lire clairement le déplacement de la flamme sur la surface. On note ensuite la propagation de la flamme à chaque 15 secondes sur une période de 4 minutes. On calcule $\mathbf{L_a}$, comme la moyenne des trois plus hautes lectures consécutives de la progression de la flamme enregistrée pour le panneau-ciment-amiante (Asbestos).

Tableau 2.1 : Grammages obtenus des différents revêtements appliqués pour le test de propagation de la flamme.

		peinture A	**peinture B**	**peinture C**	**peinture D**
Couches	**Échantillons**	**(g/m²)**	**(g/m²)**	**(g/m²)**	**(g/m²)**
1re couche	**1**	119,54	115,44	117,3	114,75
	2	120,36	120,77	118,7	109,84
	3	121,99	115,44	118,9	110,79
	4	120,22	114,62	124,3	116,67
	5	120,36	114,89	114,9	112,98
Moyenne (Écart type)		**120,49(0.9)**	**116,23(2.6)**	**118,83(3.5)**	**113,01(2.8)**
2e couche	**1**	239,07	250,27	253,4	240,44
	2	238,25	228,42	255,2	237,3
	3	237,57	255,19	232,2	238,52
	4	240,85	245,77	231,8	240,98
	5	239,89	241,39	254,2	252,05
Moyenne (Écart type)		**239,13(1.3)**	**244,21(10.2)**	**245,38(12.2)**	**241,86(5.9)**
3e couche	**1**	374,32	379,78	369,8	366,94
	2	373,77	366,53	343,6	361,61
	3	377,05	381,15	387,6	362,98
	4	369,13	375,27	370,9	370,9
	5	379,51	353,55	361,6	381,15
Moyenne (Écart type)		**374,75(3.9)**	**371,26(11.4)**	**366,69(16.0)**	**368,72(7.8)**

À la fin du calibrage, on sort l'échantillon de la chambre de conditionnement, on le pèse avant de le placer immédiatement sur les supports de fixation avec la surface revêtue en bas (face à la flamme).

La flamme est appliquée pour une durée de 5 minutes ; grâce à un chronomètre, on note l'avancement de la flamme toutes les 15 secondes via la fenêtre graduée (Figure 2.3). On note $\mathbf{L_s}$ comme étant la moyenne des trois plus hautes lectures consécutives de la progression de la flamme tout au long de la combustion. Afin de répondre à la norme du test du tunnel à deux pieds, on a répété la même démarche cinq fois (5 échantillons) pour chaque grammage de la peinture appliquée.

La propagation de la flamme nette ($\mathbf{L_s - L_a}$), représente la différence entre la moyenne des trois plus hautes lectures consécutives de la progression de la flamme du panneau testé (échantillon) et la moyenne des trois plus hautes lectures consécutives de la progression de la flamme de l'étalon (ciment-amiante). On a noté également le temps de cessation de la flamme, après avoir éteint le brûleur pour chaque échantillon testé.

Il est important de mentionner que le test se déroule sous une hotte qu'on met en marche directement après la fin pour permettre l'évacuation des produits volatils générés au cours de la combustion. On doit aussi signaler que le test se réalise dans l'obscurité afin de bien lire le déplacement de la flamme et bien observer le temps du brûlage.

À la fin du test, pour s'assurer que la combustion est totalement complétée, les échantillons sont entreposés dans une boite métallique pendant 24 heures. Ils sont ensuite conditionnés pour une période de deux semaines avec les mêmes conditions (50 ± 5 % d'humidité relative et une température de 21 ± 2°C), avant qu'ils soient pesés une deuxième fois. On note la consumation de panneau comme étant la différence entre la masse de l'échantillon avant et après le test.

Rapport-Gratuit.com

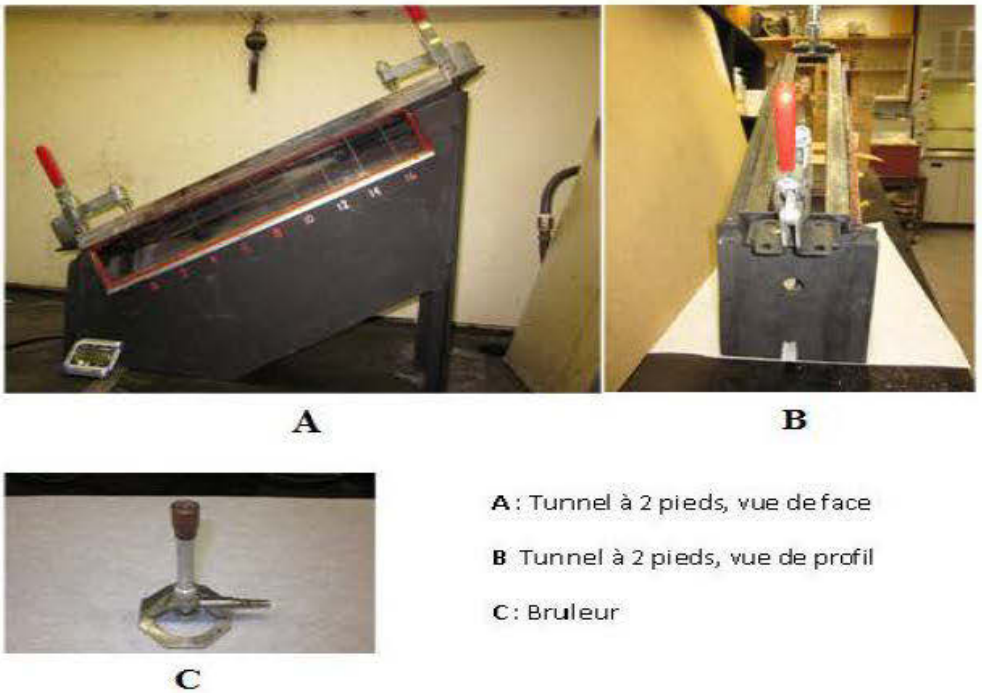

Figure 2.3 : Tunnel à deux pieds (Laboratoire FPInnovations).

2.1.1.2) Calorimètre à cône :

Le test est effectué selon la norme ASTM E 1354-11b. Les panneaux LVL sont coupés selon les dimensions suivantes : 610 mm x 100 mm x 45mm (longueurs x largeurs x épaisseurs). On a ciblé le même grammage que le test de propagation de la flamme, c'est-à-dire, trois couche : 120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2. La 2e et la 3e couche sont appliquées après 8 à 10 heures afin de donner suffisamment de temps de séchage à la couche précédente. La méthode d'application des revêtements est similaire au test de propagation de la flamme (avec un pulvérisateur à l'air, sous une pression de l'ordre de 65 à 70 psig).

Finalement, sur chaque panneau traité, cinq échantillons de 100 mm x 100 mm x 45 mm (Figure 2.4) sont obtenus. Les grammages des différents revêtements appliqués pour ce test sont présentés dans le Tableau 2.2.

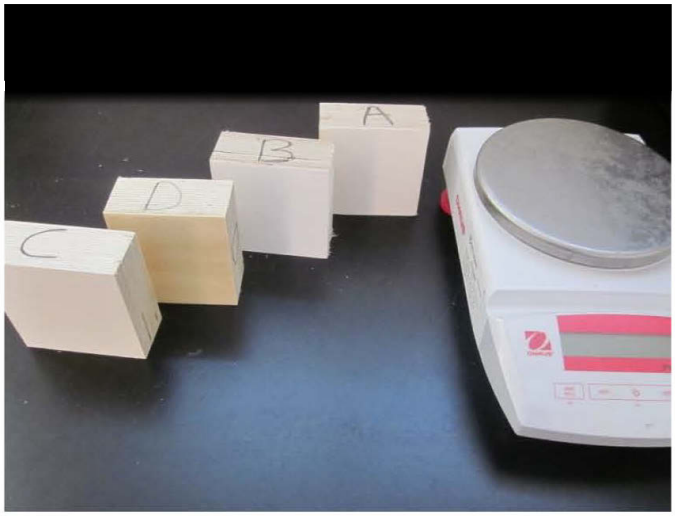

Figure 2.4 : Échantillons préparés pour le test de calorimètre à cône.

Les essais ont été effectués au laboratoire du SEREX à Amqui (Québec), Canada. Le calorimètre à cône est utilisé pour évaluer le comportement au feu des peintures intumescentes appliquées sur les échantillons de panneaux LVL, lorsque ceux-ci sont exposés à un niveau contrôlé de chaleur rayonnante qui simule la chaleur à laquelle le matériau pourrait être exposé dans des situations réelles d'incendies. Le calorimètre à cône (Figure 2.5) est le principal équipement utilisé à l'échelle laboratoire pour évaluer le comportement d'un matériau au feu. Cet appareil permet de mesurer divers paramètres, à savoir : **PM** (perte de masse); **TTI** (temps d'ignition); **FOT** (temps d'extinction); **THR** (quantité de chaleur totale dégagée); **PHRR** (taux de chaleur maximal dégagé); **TSR** (quantité de fumée totale dégagée); **TOC** (consommation totale d'oxygène); **COY** (rendement en monoxyde de carbone par unité de masse); **PCOY** (valeur maximale de COY); **tPCOY** (temps auquel le PCOY est atteint); **CO_2Y** (rendement en dioxyde de carbone par unité de masse); **PCO_2Y** (valeur maximale de CO_2Y); **tPCO_2** (temps auquel le PCO_2Y est atteint) (Chapitre III. Tableau 3.5, 3.6).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Tableau 2.2 : Grammages obtenus des différents revêtements appliqués pour le test de calorimètre à cône.

		peinture A	peinture B	peinture C	peinture D
Couches	**Échantillons**	**(g/m²)**	**(g/m²)**	**(g/m²)**	**(g/m²)**
1re couche	**1**	119,67	127,05	128,85	127,05
	2	119,67	127,05	128,85	127,05
	3	119,67	127,05	128,85	127,05
	4	119,67	127,05	128,85	127,05
	5	119,67	127,05	128,85	127,05
Moyenne (Écart type)		**119,67(0)**	**127,05(0)**	**128,85(0)**	**127,05(0)**
2e couche	**1**	253,28	246,89	247,87	246,89
	2	253,28	246,89	247,87	246,89
	3	253,28	246,89	247,87	246,89
	4	253,28	246,89	247,87	246,89
	5	253,28	246,89	247,87	246,89
Moyenne (Écart type)		**253,28(0)**	**246,89(0)**	**247,87(0)**	**246,89(0)**
3e couche	**1**	358,2	375,74	355,74	375,74
	2	358,2	375,74	355,74	375,74
	3	358,2	375,74	355,74	375,74
	4	358,2	375,74	355,74	375,74
	5	358,2	375,74	355,74	375,74
Moyenne (Écart type)		**358,2(0)**	**375,74(0)**	**355,74(0)**	**375,74(0)**

Avant de commencer le test, les échantillons de dimension 100mm x 100mm x 45mm, ont été conditionnés à une température de 20 °C et une humidité relative de 60%. Les essais de comportement au feu ont été réalisés selon la norme ASTM E 1354 – 11b, à l'aide du calorimètre à cône (Figure 2.5). Dans cette étude, le test a été réalisé avec une irradiation externe de 50kW/m² qui simule un incendie largement développé.

Figure 2.5: Calorimètre à cône (Laboratoire du SEREX).

2.1.1.3) Analyse thermogravimétrique (TGA) et l'analyse calorimétrie différentielle à balayage (DSC) :

Cinq grammages sous forme d'un mélange bois-revêtement ont été préparés pour les analyses thermiques; le taux de revêtement dans le mélange varie comme suit : 0 %, 25%, 50%, 75%, 100%. De plus, nous supposons que les taux de recouvrement utilisés pour les échantillons testés au tunnel à deux pieds et au calorimètre à cône (120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2) correspondent respectivement à 25%, 50% et 75% en proportion de revêtement dans les mélanges bois-revêtement utilisés dans les tests de thermogravimétrique (TGA) et de calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

L'application des revêtements pour ces deux tests est réalisée par un pinceau, après avoir bien nettoyé et débarrassé la surface du bois de toute saleté ou corps étrangers. Pour le taux de revêtement de 100%, les revêtements ignifuges ont été séchés à l'air libre dans des petits récipients, pendant 4 à 5 jours afin d'avoir une solidification de la formulation.

L'analyse thermogravimétrique (TGA) (Thermogravimetric Analysis) est une technique d'analyse thermique dans laquelle la quantité ou le taux de variation de masse d'un échantillon est mesuré en fonction du temps ou de la température. Elle est utilisée pour caractériser un matériau qui présente une perte de masse à la suite d'une décomposition, déshydratation ou oxydation.

La méthode d'analyse thermogravimétrique est très utilisée pour la caractérisation thermique des matériaux. Cette technique d'analyse offre une bonne précision de la variation de masse d'un matériau lorsque ce dernier est exposé à une programmation de température sous une atmosphère contrôlée.

Deux modes d'analyse possibles peuvent être utilisés pour étudier le comportement et la stabilité thermique d'un matériau sous atmosphère contrôlée: le premier en isotherme, dans lequel la température est maintenue constante, et le deuxième le plus couramment utilisé est dynamique, dans lequel la température est élevée à une vitesse linéaire (Neag 1995 ; Babrauskas 2000).

L'appareil d'analyse thermogravimétrique (TGA) utilisé dans cette étude est de marque TA instrument modèle Q 50, États-Unis (Figure 2.6), il comporte principalement cinq composantes :

- Un four qui commande l'atmosphère et la température de l'échantillon.
- Une microbalance intégrée d'une précision de l'ordre 10^{-4} mg, qui fournit une mesure précise de la masse de l'échantillon.
- Un porte-échantillons (vérin), qui charge et décharge l'échantillon de la balance.
- Le cabinet où l'électronique et la mécanique du système sont logées.
- Un échangeur de chaleur qui dissipe la chaleur provenant du four.

Figure 2.6: Appareil d'analyse thermogravimétrique (TGA) (Laboratoire de biomatériaux de l'UQAT à La Sarre).

Un tel appareil est doté aussi de deux branchements de gaz inerte ; le premier alimente le four pour éviter toute réaction du matériau à étudier avec l'atmosphère du four, et le deuxième alimente la balance, car au cours du fonctionnement normal de la TGA, l'échantillon peut dégager des gaz. Pour éviter la rétrodiffusion de ces gaz libérés à la chambre de la balance, cette dernière est purgée avec un flux d'azote de 60 mL/min, afin qu'elle soit protégée de la contamination ou de la corrosion.

Afin de réaliser l'analyse thermogravimétrique des mélanges revêtements-bois, l'échantillon est coupé en petits morceaux d'environ 20mg chacun. Après avoir taré la balance de l'appareil, l'échantillon est placé dans une coupelle (pan), cette dernière est transportée par le vérin du porte-échantillon jusqu'à la balance. À l'intérieur du four, l'échantillon s'expose à une augmentation progressive de température de l'ordre de 10°C/min sur un intervalle de 30 à 800 °C et sous un flux d'azote de 60 mL/min, les résultats et les données du test sont enregistrés sous forme d'une courbe à l'aide d'un logiciel (TA Instruments) et d'un ordinateur lié à l'appareil thermogravimétrique (TGA). À partir de ces courbes (Figure 2.7), plusieurs caractéristiques peuvent être déduites dont : la température de début et de la fin de la dégradation, la quantité

d'eau, la distinction des différents stades de dégradation dans le développement des phénomènes d'intumescences, et la masse résiduelle, etc.

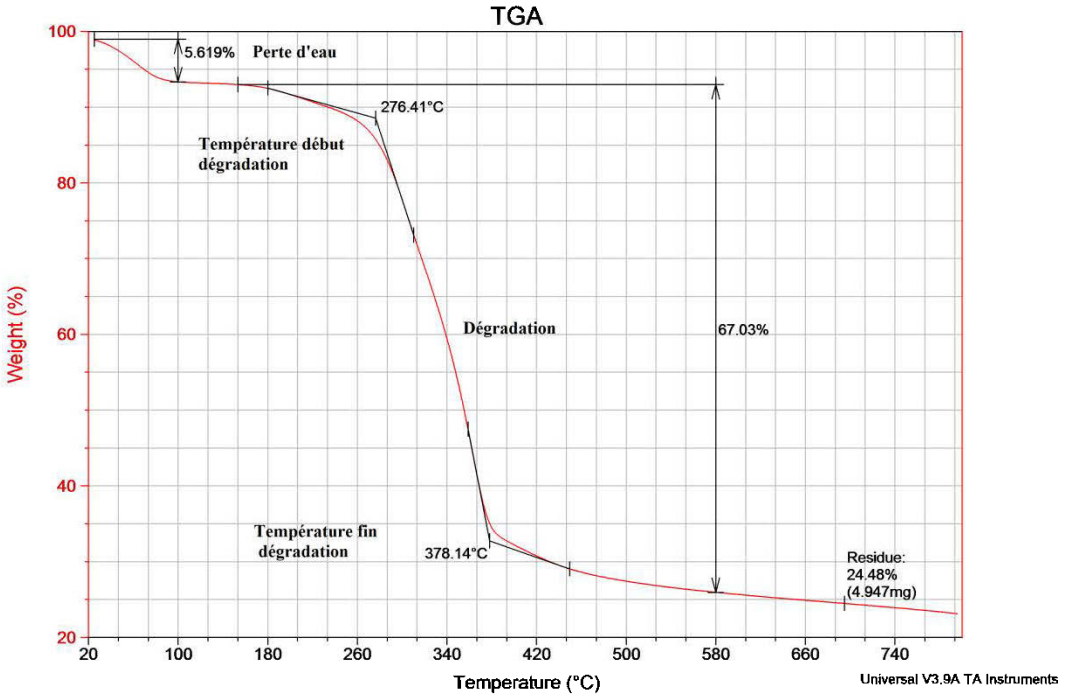

Figure 2.7: Courbe TGA du mélange revêtement-bois à 75% de revêtement A.

Le modèle TA instrument, Q20 États-Unis, est le type de la calorimétrie différentielle à balayage utilisé dans cette étude pour évaluer la stabilité thermique des quatre peintures intumescentes (Figure 1.11). Les analyses sont réalisées sous balayage d'azote (avec un flux de 60 mL/min), pour éviter toute réaction de l'échantillon à analyser avec l'atmosphère du four.

Des échantillons d'environ 7 mg ont été préparés pour la totalité des expériences, à l'aide d'une balance de laboratoire d'une précision de ± 0,0001 mg. Les analyses calorimétriques pour les mélanges peinture/bois (0/100, 25/75, 50/50, 75/25 et 100/0) des quatre peintures intumescentes ont été réalisées à une vitesse de chauffage de 10 °C/min, sur une plage de température allant de 25 à 250°C. Les

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

transformations thermodynamiques (la fusion ou la cristallisation), changements de phase, se traduisent par des pics endothermiques ou exothermiques (Figure 2.8).

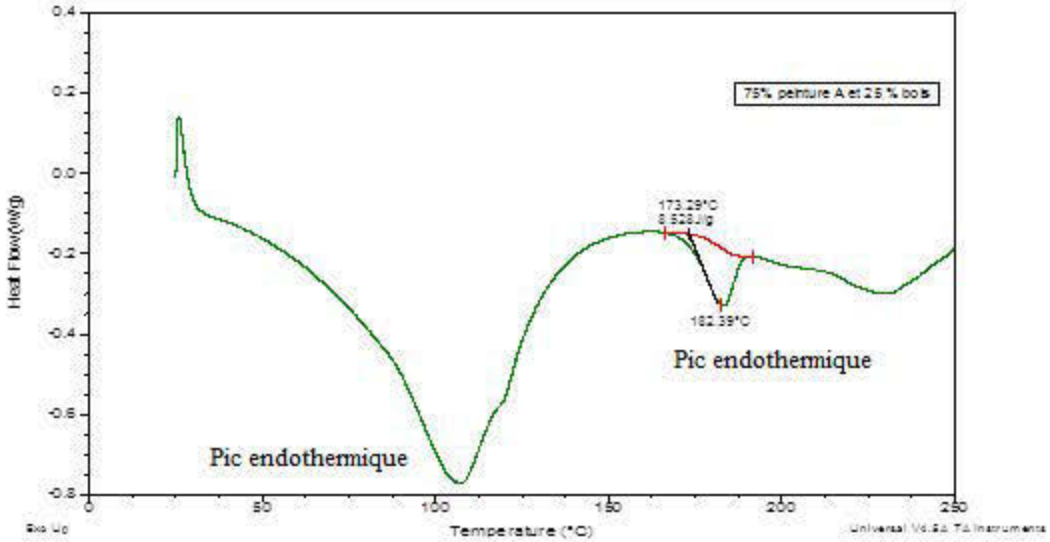

Figure 2. 8: Courbe DSC du mélange revêtement-bois à 75% de revêtement A.

2.2) Le comportement face aux intempéries:

2.2.1) Vieillissement accéléré:

Étant donné que les panneaux LVL utilisés dans cette étude sont fabriqués de 17 placages de peupliers faux-trembles. L'épaisseur du panneau s'est avérée trop grande pour l'appareil de vieillissement accéléré. Ainsi, nous avons appliqué les produits ignifuges sur des planches de peuplier faux-tremble, soit la même essence utilisée pour la fabrication des panneaux LVL, pour réaliser le test de vieillissement accéléré (Figure 2.9).

Les échantillons sont coupés selon les dimensions suivantes : 140mm x 60mm x 15mm (longueurs x largeurs x épaisseurs). Dans ce test, l'application des quatre

revêtements ignifuges est réalisée sur les six (06) faces de l'échantillon. Le grammage ciblé pour ce test est le même que les tests précédents (tunnel à deux pieds, calorimètre à cône), trois grammages, à savoir : 120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2. Une autre série est préparée pour ce test, avec l'ajout d'un revêtement de finition (E) pour chaque échantillon.

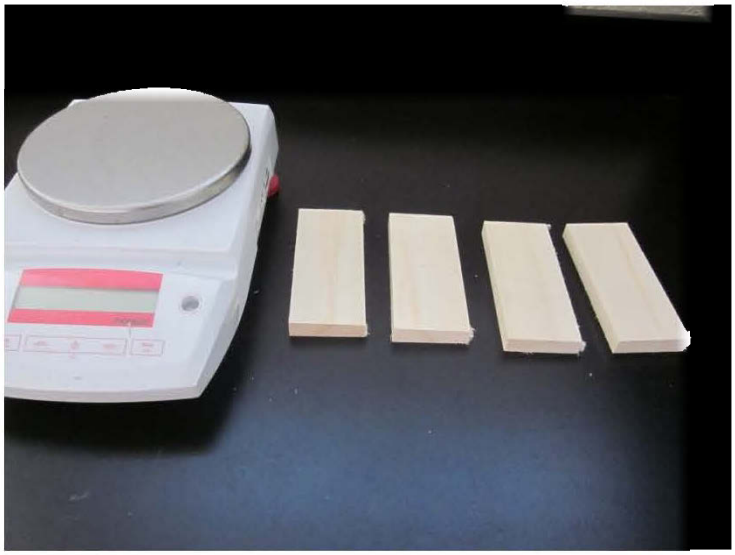

Figure 2.9 : Échantillons préparés pour le test de vieillissement accéléré.

Les essais de vieillissement accéléré ont été effectués avec l'appareil Weather-Ometer, selon le Cycle 6 de la norme ASTM G 155 – 00 (à une intensité de lumière 1.10 W/m^2/nm et pour une longueur d'onde de λ= 420 nm, envoyée à travers une fenêtre en verre). Les échantillons sont exposés pendant 3,8 heures à une lumière à 35% ± 0,5 d'humidité relative et à une température de 63°C, puis ils sont placés pendant une heure dans le noir à 90% (± 0,5) d'humidité relative et 43°C. À noter aussi que la durée totale du test est fixée pour 1000h.

Tableau 2.3: Grammages obtenus des différents revêtements appliqués pour le test de vieillissement accéléré.

Couches	Échantillons	Peinture A (g/m^2)	Peinture B (g/m^2)	Peinture C (g/m^2)	Peinture D (g/m^2)
1re couche	1	117,89	122,3	118,03	125,03
	2	115,14	124,13	121,43	120,12
	3	120,32	122,69	118,98	119,28
Moyenne (Écart type)		**117,78(2.6)**	**123,04(1.0)**	**119,48(1.8)**	**121,48(3.1)**
1re C + (E)	4	248,14	249,9	254,22	239,49
	5	240,59	247,12	245,11	238,04
Moyenne (Écart type)		**244,37(5.3)**	**248,51(2.0)**	**249,67(6.4)**	**239,49(1.0)**
2e couche	1	251,26	236,18	243,13	241,54
	2	247,12	240,11	253,44	238,78
	3	249,87	239,7	239,51	245,27
Moyenne (Écart type)		**249,42(2.1)**	**238,66(2.2)**	**245,36(7.2)**	**241,86(3.3)**
2e C + (E)	4	363,04	364,34	359,36	356,59
	5	361,58	361,56	356,89	360,14
Moyenne (Écart type)		**362,31(1.0)**	**362,95(2.0)**	**358,13(1.7)**	**356,59(2.5)**
3e couche	1	363,12	362,74	371,13	358,49
	2	360,6	360,44	362,2	355,45
	3	359,8	358,55	359,52	363,71
Moyenne (Écart type)		**361,17(1.7)**	**360,58(2.1)**	**364,28(6.1)**	**359,22(4.2)**
3e C + (E)	4	483,94	483,78	477,78	483,69
	5	480,39	487,36	481,67	479,24
Moyenne (Écart type)		**482,17(2.5)**	**485,57(2.5)**	**479,73(2.8)**	**481,47(3.1)**

1re C + (E) : Première couche de chaque peinture plus une couche de finition (peinture E);

2e C + (E) : Deuxième couche de chaque peinture plus une couche de finition;

3e C + (E) : Troisième couche de chaque peinture plus une couche de finition.

Rapport-Gratuit.com

Les changements de couleur des peintures testées, engendrés par le vieillissement accéléré, ont été mesurés par le spectrophotomètre de marque BYK-Gardner Color Guide 45/0. Le système CIE L*a*b* est le modèle de représentation des couleurs utilisé dans cette étude. Il a été développé par la Commission Internationale de l'Éclairage (CIE) dans l'année 1976. Dans ce modèle, la couleur est caractérisée par les trois paramètres (composantes) suivants. L* correspond à la luminance et décrit la clarté qui va de 0 (noir) à 100 (blanc). Les deux autres paramètres décrivent la chrominance de la couleur (a* et b*). La composante a* représente la gamme de l'axe du rouge (positif) vers le vert (négatif) et la composante b* représente la gamme de l'axe du jaune (positif) vers le bleu (négatif) (Figure 2.10).

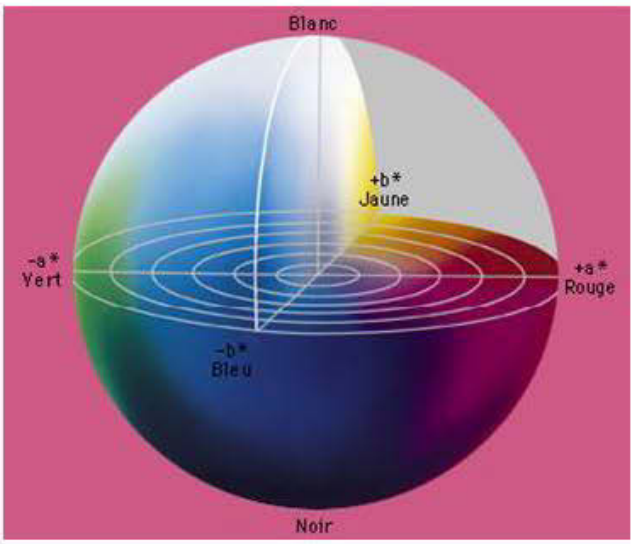

Figure 2.10 : Schéma représentatif de l'espace chromatique du modèle CIE L*a*b* (Koleske 1995).

CHAPITRE III

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

3.1) Tunnel à deux pieds (Propagation de la flamme):

Les propriétés ignifuges des peintures intumescentes appliquées sur les échantillons de LVL ont été évaluées selon les exigences de la norme ASTM D3806-98. Trois paramètres sont mesurés dans ce test : la propagation de la flamme (IPF), la consommation du panneau et le délai d'allumage (intervalle de temps qui s'écoule entre la fermeture du brûleur et la cassation de la flamme sur l'échantillon). La propagation de la flamme a été reconnue comme étant le principal facteur à tester pour les revêtements ignifuges, car il met en évidence la capacité d'un revêtement ignifuge à limiter la propagation de la flamme. Selon le Code national des bâtiments du Canada (CNBC), l'IPF est le principal paramètre qui contrôle la sélection des différents revêtements. Ces derniers peuvent réduire le phénomène de propagation des flammes d'où leurs importances pour prévenir les événements tragiques qui entrainent les pertes de vies et de biens (Wladyka-Przybylak et Kozlowski 1999).

On présente aux tableaux 3.1, 3.2, 3.3 et 3.4 les résultats obtenus dans ce test pour chaque peinture aux différents grammages étudiés. À la première vue, on remarque que les trois paramètres mesurés (propagation de la flamme, délai d'allumage, consommation de panneau) pour les 4 peintures intumescentes appliquées sur les échantillons de panneaux LVL sont nettement améliorés par rapport aux panneaux LVL non traités et aux panneaux revêtus par une peinture ordinaire (non-intumescente). Ces paramètres progressent avec l'augmentation du taux de recouvrement pour toutes les peintures intumescentes testées.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Tableau 3.1 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture A lors de l'essai du tunnel à deux pieds.

Couches	Échantillons	Perte de masse (%)	Délai d'allumage (s)	Indice de propagation de la flamme, IPF (pouce)
LVL non-revêtu	1	0,99	24	6,5
	2	0,93	18	7,5
	3	1,35	16	12,5
	4	1,18	3	11,5
	5	1,36	20	12,5
Moyenne (Écart type)		**1,16 (0,20)**	**16,2 (7,75)**	**10,1 (2,88)**
A-I (1re couche, 120,49 g/m²)	1	0,51	0	4,5
	2	0,57	7	4,5
	3	0,37	7	2,5
	4	0,52	15	2,5
	5	0,53	0	4,5
Moyenne (Écart type)		**0,50 (0,08)**	**5,8 (6,22)**	**3,7 (1,1)**
A-II (2e couche, 239,13 g/m²)	1	0,32	0	2,5
	2	0,34	0	2,5
	3	0,36	0	1,5
	4	0,38	0	1,5
	5	0,35	0	1,5
Moyenne (Écart type)		**0,35 (0,02)**	**0 (0)**	**1,9 (0,55)**
A-III (3e couche, 374,75g/m²)	1	0,34	0	1,5
	2	0,31	0	1,5
	3	0,32	0	1,5
	4	0,30	0	1,5
	5	0,29	0	1,5
Moyenne (Écart type)		**0,31 (0,02)**	**0 (0)**	**1,5 (0)**

Tableau 3.2 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture B lors de l'essai du tunnel à deux pieds.

Couches	Échantillons	Perte de masse (%)	Délai d'allumage (s)	Indice de propagation de la flamme, IPF (pouce)
LVL non-revêtu	1	0,99	24	6,5
	2	0,93	18	7,5
	3	1,35	16	12,5
	4	1,18	3	11,5
	5	1,36	20	12,5
Moyenne (Écart type)		**1,16 (0,20)**	**16,2 (7,75)**	**10,1 (2,88)**
B-I (1re couche, 116,23 g/m2)	1	0,58	14	3,5
	2	0,61	13	3,5
	3	0,60	10	3,5
	4	0,56	0	3,5
	5	0,59	19	3,5
Moyenne (Écart type)		**0,59 (0,02)**	**11,2 (7,05)**	**3,5 (0)**
B-II (2e couche, 244,21 g/m2)	1	0,32	7	2,5
	2	0,29	7	1,5
	3	0,33	0	2,5
	4	0,26	4	2,5
	5	0,31	0	2,5
Moyenne (Écart type)		**0,30 (0,03)**	**3,6 (3,51)**	**2,3 (0,45)**
B-III (3e couche, 371,26 g/m2)	1	0,29	0	1,5
	2	0,37	0	1,5
	3	0,35	0	2,5
	4	0,30	0	2,5
	5	0,29	0	1,5
Moyenne (Écart type)		**0,32 (0,04)**	**0 (0)**	**1,9 (0,55)**

Tableau 3.3 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture C lors de l'essai du tunnel à deux pieds.

Couches	Échantillons	Perte de masse (%)	Délai d'allumage (s)	Indice de propagation de la flamme, IPF (pouce)
LVL non-revêtu	1	0,99	24	6,5
	2	0,93	18	7,5
	3	1,35	16	12,5
	4	1,18	3	11,5
	5	1,36	20	12,5
Moyenne (Écart type)		**1,16 (0,20)**	**16,2 (7,75)**	**10,1 (2,88)**
C-I (1re couche, 118,83 g/m²)	1	0,40	2	2,5
	2	0,31	0	2,5
	3	0,39	2	2,5
	4	0,29	0	2,5
	5	0,47	3	2,5
Moyenne (Écart type)		**0,37 (0,07)**	**1,4 (1,34)**	**2,5 (0)**
C-II (2e couche, 245,38 g/m²)	1	0,23	0	1,5
	2	0,23	0	1,5
	3	0,22	0	2,5
	4	0,26	0	0,5
	5	0,19	0	1,5
Moyenne (Écart type)		**0,23 (0,03)**	**0 (0)**	**1,5 (0,71)**
C-III (3e couche, 366,69 g/m²)	1	0,18	0	2,5
	2	0,20	0	1,5
	3	0,23	0	0,5
	4	0,21	0	0,5
	5	0,25	0	1,5
Moyenne (Écart type)		**0,21 (0,03)**	**0 (0)**	**1,3 (0,84)**

Tableau 3.4 : Les différents paramètres mesurés pour les échantillons traités par la peinture D lors de l'essai du tunnel à deux pieds.

Couches	Échantillons	Perte de masse (g)	Délai d'allumage (s)	Indice de propagation de la flamme, IPF (pouce)
LVL non-revêtu	1	0,99	24	6,5
	2	0,93	18	7,5
	3	1,35	16	12,5
	4	1,18	3	11,5
	5	1,36	20	12,5
Moyenne (Écart type)		**1,16 (0,20)**	**16,2 (7,75)**	**10,1 (2,88)**
D-I (1er couche, 113,01 g/m²)	1	0,61	12	4,5
	2	0,77	15	6,5
	3	0,73	12	5,5
	4	0,58	10	4,5
	5	0,68	16	4,5
Moyenne (Écart type)		**0,67 (0,08)**	**13 (2,45)**	**5,1 (0,89)**
D-II (2e couche, 241,86 g/m²)	1	0,53	8	4,5
	2	0,65	10	5,5
	3	0,67	21	5,5
	4	0,71	4	4,5
	5	0,67	15	4,5
Moyenne (Écart type)		**0,64 (0,07)**	**11,6 (6,58)**	**4,9 (0,55)**
D-III (3e couche, 368,72 g/m²)	1	0,63	5	4,5
	2	0,66	3	4,5
	3	0,63	11	4,5
	4	0,60	2	5,5
	5	0,37	2	3,5
Moyenne (Écart type)		**0,58 (0,12)**	**4,6 (3,78)**	**4,5 (0,71)**

La Figure 3.1 montre une diminution de l'indice de propagation de la flamme dans la plage de taux de recouvrement de 0 à 120 g/m² pour les quatre peintures utilisées. Cette diminution est estimée à 64%, 66%, 76%, 50% pour les revêtements A, B, C et D respectivement. Par la suite, on observe une légère diminution pour la 2e couche (de 120 à 240 g/m²). Par contre, l'ajout d'une 3e couche (240 à 360 g/m²) n'a pas entraîné d'importantes variations. Ces premières constatations nous permettent de conclure que l'application de la 3e couche n'a pas d'incidence significative sur l'indice de propagation de la flamme pour la majorité des peintures intumescentes utilisées. À titre d'exemple, pour la peinture C, on a enregistré une propagation de la flamme de 1,5 po à la 2e couche et de 1,3 po pour la 3e (Tableau 3.1). Ces résultats suggèrent que l'application d'un grammage de l'ordre de 240 g/m² (2e couche) serait suffisante pour atteindre une propagation de la flamme optimale.

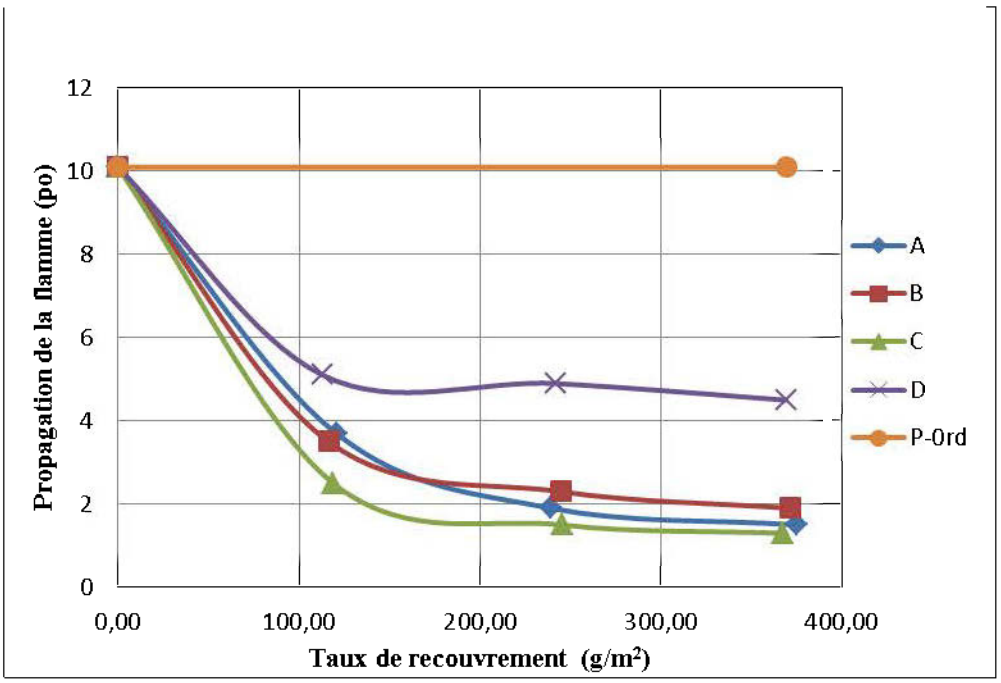

Figure 3.1 : Propagation de la flamme en fonction du taux de recouvrement des 5 peintures appliquées (A, B, C et D : peintures intumescentes ; P-ord : peinture ordinaire).

La consumation de panneau associée à la perte de masse représente un comportement similaire à celui de l'indice de propagation de la flamme (Figure 3.2) et d'ordre moins pour le délai d'allumage. Dans ce dernier, les deux peintures B et C ont présenté un comportement différent des autres paramètres mesurés dans ce test, notamment au niveau de l'application de la 3e couche où on a enregistré une grande variation avec l'application de la 2e couche (Figure 3.3).

Une perte de masse de 1.16 % a été notée pour les panneaux non revêtus et ceux revêtus avec une peinture ordinaire (non-intumescente), elle diminue de 74% pour les peintures A et B (Tableaux 3.1 et 3.2), et de 80 % pour la peinture C à l'application de la 3e couche (360g/m^2). La peinture D est moins efficace contre les effets destructifs des flammes par rapport aux autres peintures appliquées (A, B et C), mais elle est supérieure à celle des panneaux non revêtus et celles des panneaux revêtus avec la peinture ordinaire de 50% (Tableau 3.4).

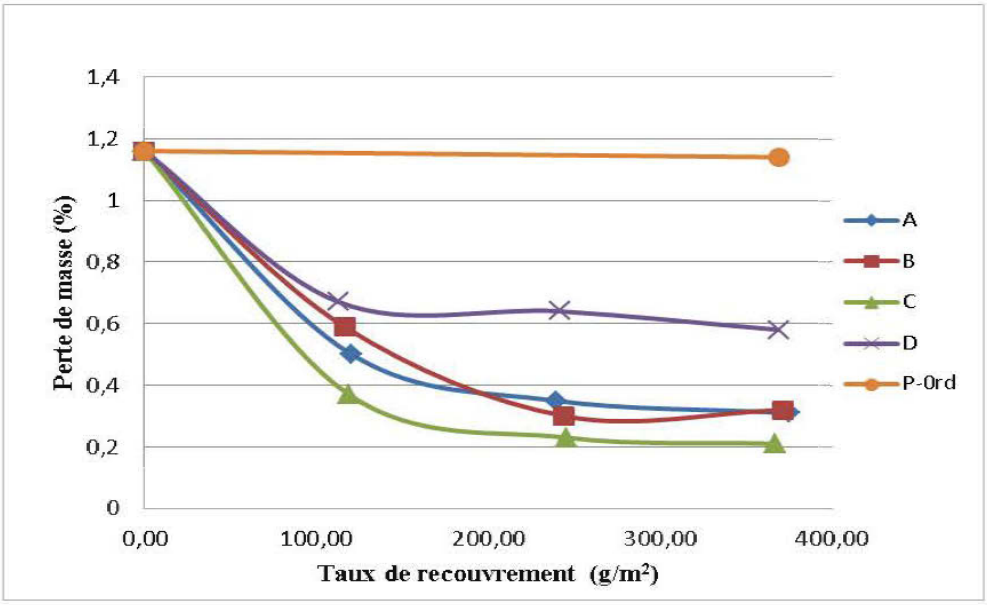

Figure 3.2 : Perte de masse en fonction du taux de recouvrement des 5 peintures appliquées (A, B, C et D : peintures intumescentes ; P-0rd : peinture ordinaire).

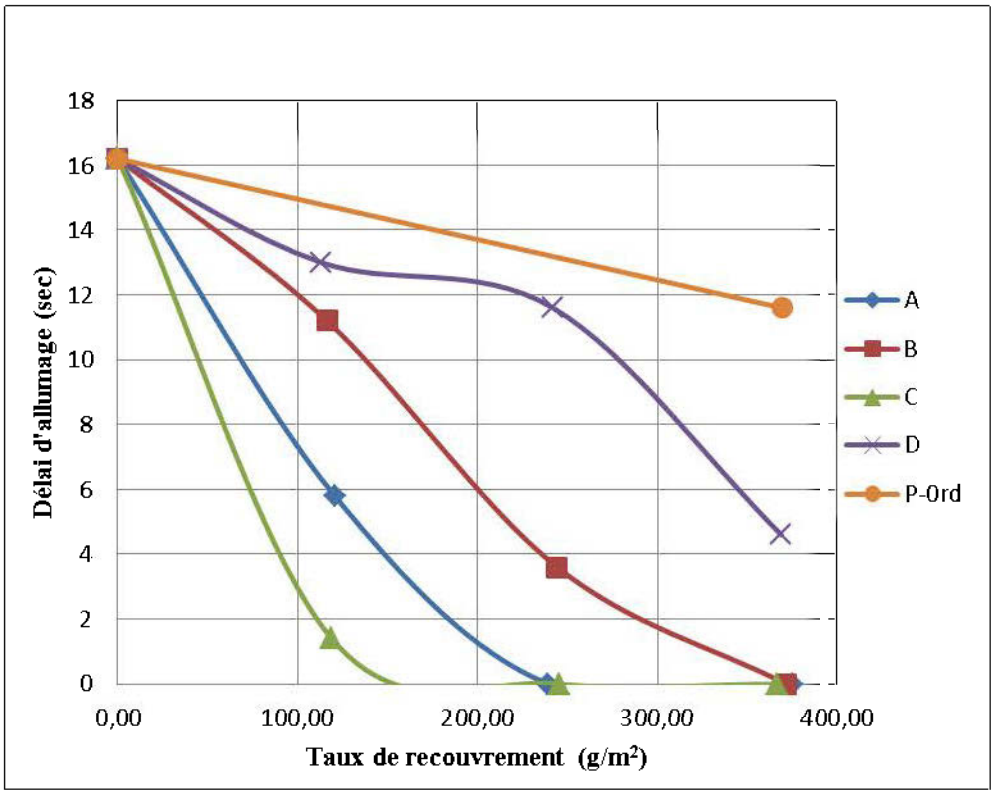

Figure 3.3: Délai d'allumage en fonction du taux de recouvrement des 5 peintures appliquées (A, B, C et D : peintures intumescentes ; P-Ord : peinture ordinaire).

La Figure 3.4 illustre les photos des panneaux traités avec la peinture C après le test de propagation de la flamme à différents grammages, où on voit clairement que la propagation de la flamme diminue avec l'augmentation du taux de recouvrement. Cette diminution est due essentiellement à la couche de carbone formée par le revêtement intumescent sur la surface du panneau, qui joue le rôle d'isolant thermique. Selon Rowell et Van-Green (2005), un tel traitement se traduira par la formation d'une couche d'épaisseur uniforme de mousse de charbon, qui exclut l'oxygène et isole le bois à des températures élevées d'une part, et d'autre part, il contribue à ralentir considérablement la perte de la capacité de charge du bois pour une période prolongée lors d'un incendie. À noter aussi qu'à chaque fois que le grammage augmente, la couche de carbonisation se forme davantage. Le taux de

gonflement est nettement plus grand sur les panneaux revêtus de 2 et 3 couches (240 et 360 g/m²). Cela est en accord avec l'étude de Wladyka-Przybylak et Kozlowski (1999), qui mentionne que les revêtements intumescents peuvent augmenter leur volume de 50 fois et parfois même de 200 fois, formant ainsi une barrière physique qui protège les matériaux.

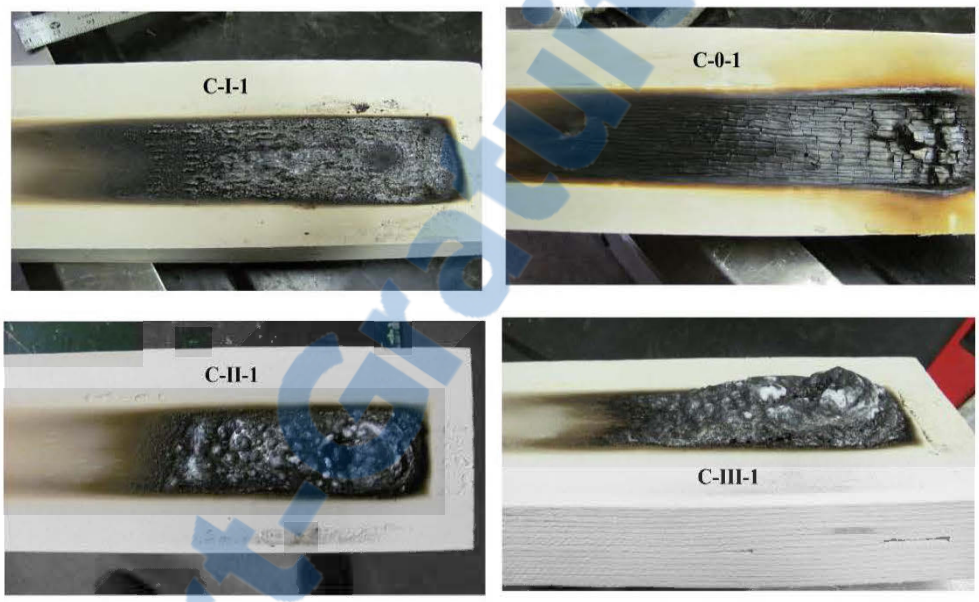

Figure 3.4 : Illustration des panneaux LVL revêtus avec la peinture C après le test de propagation de la flamme à différents grammages (C-I-1, C-II-2 et C-III-3 : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C et C-0-1 : référence (panneau non-traité)).

Les quatre peintures intumescentes évaluées dans ce test ont présenté un comportement anti-feu largement supérieur à celui des panneaux non-traités et ceux revêtus avec une peinture ordinaire (Figures 3.1, 3.2 et 3.3). Parmi elles, on trouve les peintures A et C qui confient aux panneaux LVL de meilleures propriétés ignifuges. Dans ce cas, l'indice de propagation nette de la flamme est approximativement de 1 pouce pour un taux de recouvrement de 360 g/m² (Tableau 3.1 et 3.3). Cela signifie que les deux peintures procurent un comportement sensiblement similaire à celui des panneaux zéro-propagation en ciment-amiante.

Rapport-Gratuit.com

Des essais de propagation de la flamme ont été effectués pour les trois peintures appliquées sur des panneaux OSB (panneaux à lamelles orientées) par FPInnovations afin de répondre aux normes de CNBC qui exigent un indice de propagation de la flamme maximum de 150 pour les matériaux de construction résidentielle (Bulletin technique de l'association du panneau structural, SBA). Ces essais avaient pour objectif de déterminer l'indice de la propagation de la flamme des panneaux OSB fabriqués par les compagnies membres de l'Association du panneau structural. Les trois peintures utilisées dans cette étude sont à base de latex, dont deux peintures ignifuges et une peinture au latex pour des applications intérieures. Ces peintures ont été évaluées selon les exigences de la norme ASTM E84 (tunnel à 25 pieds).

Les résultats du test ont présenté un indice de propagation de la flamme d'ordre de 148 pour les panneaux OSB non revêtus et de 140 pour la peinture non-ignifuge. Les deux autres peintures ignifuges ont montré un indice de 60 et de 65. Cela représente une diminution de la propagation de la flamme de 59 % par rapport aux panneaux non-revêtus (référence). Le tunnel à 25 pieds utilisé dans cette étude est une méthode d'essai normalisée à grande échelle, c'est à cause de sa sévérité qu'il est utilisé dans les codes de bâtiment. Il est clair qu'il ne s'agit pas du même test que celui utilisé dans notre étude pour mesurer l'indice de propagation de la flamme (tunnel à 2 pieds moins sévère). Afin de comparer ces deux études, on utilise le pourcentage de diminution de l'indice de propagation de la flamme. On trouve que l'auteur a enregistré une diminution de 59%, alors que dans notre étude, les meilleures performances sont obtenues après l'application d'un grammage de 360g/m^2 pour les deux peintures A et C avec une diminution de 85 % et de 87 %, respectivement (Tableau 3.1 et 3.3).

Récemment, un même appareil (tunnel à deux pieds) a été utilisé par Canosa et al. (2012) pour déterminer l'indice de propagation de la flamme des revêtements intumescents hybrides appliqués sur des panneaux de bois (*Araucaria angustifolia*),

mais avec un temps d'exposition inférieur à une minute par rapport à notre étude (4 minutes). Les auteurs ont utilisé une formulation intumescente à base de polyphosphate d'ammonium, pentaérythritol et mélamine, avec plusieurs additifs (dioxyde de titanium, alumine trihydratée, hydroxyde de magnésium), renforcée par différentes fibres (carbone, verre, aramide et alumine). Les produits intumescents ont été appliqués à l'aide d'un pinceau pour atteindre un film sec d'épaisseur de 280-300 µm (trois couches, 48 h d'intervalle entre l'application des couches). Les résultats des tests montrent que les trois meilleures performances sont obtenues après l'utilisation de la fibre d'alumine avec la résine de caoutchouc chloré et la résine phénolique comme des agents liants, donnant une propagation de la flamme de 55 mm (2,16 po) et de 59 mm (2,32 po), respectivement. L'utilisation de la fibre de verre avec la résine de caoutchouc chloré comme agent liant présente une propagation de la flamme de 60 mm (2,36 po). Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés dans notre étude lors de l'application des revêtements C et B respectivement à un grammage de 118,83 g/m^2 (1re couche Tableau 3.3) et 244,21 g/m^2 (2e couche Tableau 3.2). Malgré que nos échantillons soient exposés plus longtemps à la flamme (5 au lieu de 4 minutes), on a enregistré des résultats meilleurs notamment lors de l'application des grammages de 239,13 g/m^2 et de 374,75 g/m^2 pour la peinture A (Tableau 3.1) et de 245,38 g/m^2 et 366,69 g/m^2 pour la peinture C (Tableau 3.3), avec un indice de propagation de la flamme de 1,90; 1,50; 1,50 et 1,30 pouce, respectivement.

L'évaluation des propriétés ignifuges des revêtements intumescents a fait l'objet d'une autre étude plus récente (Matouk 2012). L'auteur a évalué la performance de trois revêtements ignifuges (nommés A, B et C) pour améliorer la stabilité thermique des panneaux OSB. Il a utilisé le même appareil (tunnel à deux pieds) employé dans notre étude pour la détermination de la propagation de la flamme nette des revêtements. Selon l'auteur, les résultats du test ont montré que tous les revêtements utilisés procurent aux panneaux une amélioration des propriétés ignifuges qui sont proportionnelles au taux de recouvrement appliqué. Les meilleures

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

performances obtenues dans l'étude de Matouk (2012) ont été enregistrées par le revêtement B et C à l'application de la troisième couche avec un indice de propagation de la flamme nette de 0.83 et 1.42 pouce, respectivement. Dans notre étude, les meilleures performances ont été obtenues après l'application de la troisième couche (360 g/m^2) des peintures A, B et C qui donnent un indice de propagation de la flamme nette de 1.5, 1.9 et 1.3 pouce, respectivement (Tableau 3.1, 3.2 et 3.3).

3.2) Calorimètre à cône :

Parmi les appareils d'évaluation du comportement face au feu, le calorimètre à cône est le principal équipement utilisé à cet effet. Un flux de chaleur radiatif de 50 kW/m^2 qui simule un incendie largement développé a été utilisé dans cette étude, avec un temps d'exposition de 3500 s et plus.

Les paramètres présentés dans les tableaux 3.5 et 3.6 sont obtenus directement par le cône calorimètre. D'autres paramètres ont été calculés, à savoir, le **FPI** (indice de performance au feu) qui est défini comme le rapport entre PHRR et TTI (Petrella 1994) et le temps de combustion **(TC)** (Tableau 3.6), qui correspond à la différence entre le temps d'extinction (FOT) et le temps d'ignition (TTI) (Friederich 2011).

À la lumière des résultats obtenus, à l'exception de quelques traitements, les quatre peintures appliquées à différents grammages ont tendance à améliorer la plupart des caractéristiques anti-feux des panneaux étudiés comparativement à l'échantillon de référence (panneau non-revêtu).

Les principaux paramètres obtenus par le cône calorimètre, ainsi ceux calculés sont présentés dans les tableaux 3.5 et 3.6.

Tableau 3.5: Les principales données obtenues avec le calorimètre à cône.

	Échantillons	MI (g)	ML (g)	TSR (m^2/m^2)	TOC (g)	COY (kg/kg)	PCOY (kg/kg)	PCO_2Y (kg/kg)
Peinture A	2e couche (A-II)	239,53	182,35	67,6	180,3	0,042	47,55	2236,72
	3e couche (A-III)	248,33	173,6	89,8	144	0,023	0,14	7,78
Peinture B	1er couche (B-I)	240,11	186,45	128,6	162,65	0,017	94,45	1956,31
	2e couche (B-II)	228,95	176,1	34,7	151,6	0,018	7,16	81,32
	3e couche (B-III)	214,16	163,2	171,5	138,1	0,022	64,25	528,41
peinture C	1er couche (C-I)	213,51	166,65	80,7	158,35	0,017	20,14	658,74
	2e couche (C-II)	228,54	172,15	123,8	147	0,02	40,08	3031,53
	3e couche (C-III)	239,38	174,65	80,5	125,75	0,037	6,55	265,3
peinture D	1er couche (D-I)	237,79	180,45	2797,75	1534,5	0,184	58,37	2615,71
	2e couche (D-II)	247,19	188,5	82,6	155,5	0,014	0,56	43,53
	3e couche (D-III)	244,36	190,4	177,6	159,4	0,015	1,94	91,91
Non-traité	**référence (Réf).**	**237,79**	**189,4**	**196,5**	**171,2**	**0,023**	**14,75**	**151,52**

MI : masse initiale des échantillons (g).

ML : masse finale des échantillons (g).

TSR : quantité de fumée totale dégagée par unité de surface (m^2/m^2).

TOC : consommation totale d'oxygène (g).

COY : rendement en monoxyde de carbone par unité de masse (kg/kg).

PCOY : valeur maximale de COY (kg/kg) .

PCO_2Y: valeur maximale de rendement en dioxyde de carbone par unité de masse (kg/kg).

Tableau 3.6 : Les principaux paramètres obtenus et calculés avec le calorimètre à cône.

	Échantillons	TTI (s)	FOT (s)	THR (MJ/m^2)	PHRR (kW/m^2)	TC (s)	FPI
Peinture A	2e couche (A-II)	175	4498,5	281,9	105,82	4323,5	0,60
	3e couche (A-III)	291	4913	212,2	110,22	4622	0,38
Peinture B	1er couche (B-I)	62,5	3785	238,65	101,30	3722,5	1,68
	2e couche (B-II)	13	3631	222	102,16	3618	7,86
	3e couche (B-III)	37	3263	202,9	112,16	3226	3,03
peinture C	1er couche (C-I)	64,5	3175,5	237,9	127,99	3111	2,3
	2e couche (C-II)	110	3685,5	215,95	109,61	3575,5	1,14
	3e couche (C-III)	27,5	3640,5	180,3	82,67	3613	3,19
peinture D	1er couche (D-I)	71	3171,5	2238,6	1580,92	3100,5	22,37
	2e couche (D-II)	29	3155	230	105,58	3126	4,3
	3e couche (D-III)	36	3170,5	235,95	106,30	3134,5	3,02
non-traité	**référence (Réf).**	**27**	**3416**	**253,2**	**191,77**	**3389**	**7,1**

TTI : temps d'ignition (s).

FOT : temps d'extinction (s).

THR : quantité de chaleur totale dégagée (MJ/m^2).

PHRR : taux de chaleur maximal dégagée (kW/m^2).

TC : temps de combustion (s).

FPI : indice de performance au feu.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Le temps d'ignition (TTI) est la période nécessaire pour un matériau soumis à un flux de chaleur donné pour s'enflammer. Ce temps influe sur le potentiel et le taux de propagation du feu. Plus le matériau s'enflamme vite, plus la propagation de la flamme sera rapide. Les valeurs de temps d'ignition (TTI) présentées dans le Tableau 3.6 démontrent une importante amélioration pour la plupart des traitements appliqués, à l'exception de la peinture B-II (2e couche). La peinture A avec ses deux grammages appliqués A-II et A-III (253,28 g/m^2 et 358,2 g/m^2 respectivement) a donné la meilleure performance pour un TTI de 175 et de 291s, respectivement.

La quantité de chaleur totale dégagée (Total Heat Release THR) ainsi que le débit calorifique maximal ou le taux de chaleur maximal dégagé (PHRR) sont considérés comme les paramètres les plus importants du point de vue de l'inflammabilité d'un matériau. Le PHRR est considéré comme un paramètre représentatif d'un feu, car il permet de définir sa capacité de propagation (Swoboda 2007). Ainsi, la connaissance du PHRR est d'une aide précieuse pour évaluer la dangerosité d'un feu. En général, un matériau avec un faible PHRR occasionnera moins de dégâts au milieu environnant que celui avec un PHRR élevé.

La Figure 3.5 présente les résultats obtenus en termes de PHRR pour les quatre peintures ignifuges appliquées à différents grammages. La colonne rouge correspond à la valeur obtenue pour l'échantillon de référence (sans traitement). À l'exception des échantillons D-I qui correspond à la première couche (127,05g/m^2) de la peinture D, tous les autres traitements ont tendance à baisser la valeur du PHRR. L'échantillon traité par la peinture C à un grammage de 355,74 kg/m^2 (C-III) affiche le plus bas taux de chaleur maximal dégagée avec une valeur de 82,67 kW/m^2 (Tableau 3.6).

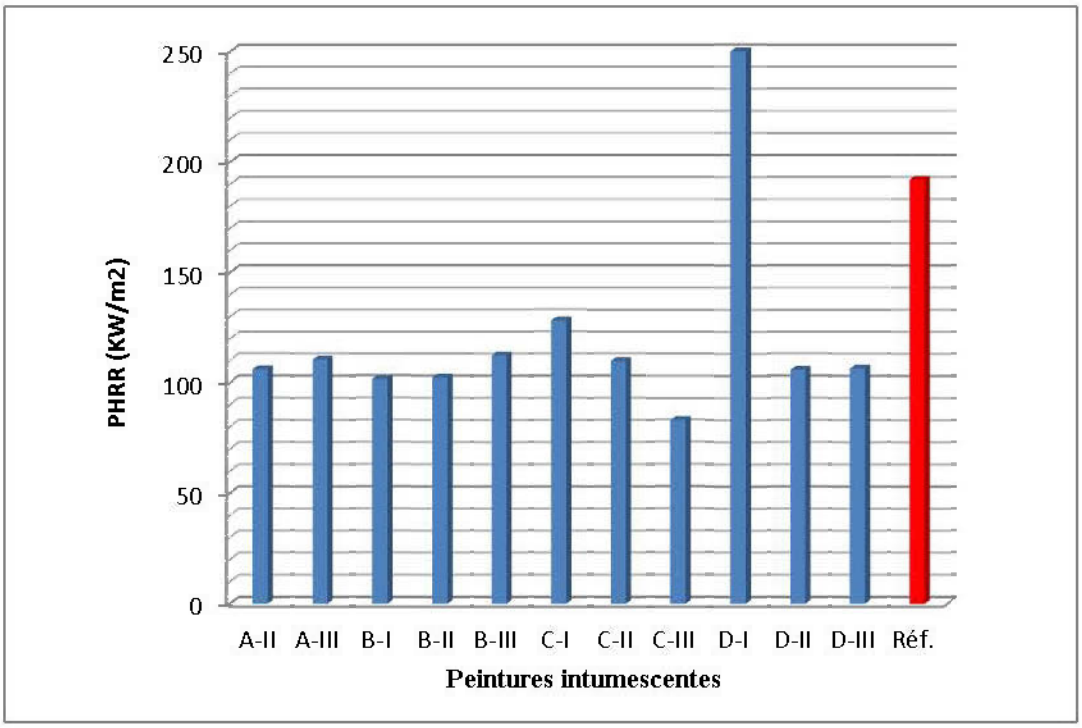

Figure 3.5 : Taux maximal de chaleur dégagée par unité de surface (PHRR) (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).

Le taux de dégagement de chaleur HRR (Heat Release Rate) est une caractéristique importante des incendies qui précèdent l'embrasement général (flash over). Il correspond à la quantité de chaleur libérée par unité de surface lorsqu'un matériau est exposé à un flux de chaleur constant. Dans cette étude, le flux de chaleur est fixé à 50 kW/m^2. Le HRR est également important par son influence sur la propagation de la flamme et sur le déclenchement de feux secondaires.

Les courbes expérimentales de HRR en fonction du temps pour les quatre peintures intumescentes appliquées sur les échantillons LVL à différents grammages sont représentées par les figures 3.6, 3.7, 3.8 et 3.9. Ces dernières démontrent que le taux de dégagement de chaleur (HRR) mesuré présente une amélioration significative

pour la totalité des peintures par rapport au panneau LVL non traité, à l'exception de la peinture D (D-I) avec le grammage de 127,05 g/m^2, qui présente nne valeur de HRR trop élevée de l'ordre de 1580,92 kW/m^2 (Tableau 3.6). À noter aussi que le HRR diminue avec l'augmentation du taux de recouvrement pour la plupart des peintures testées (Figures 3.6, 3.7, 3.8 et 3.9).

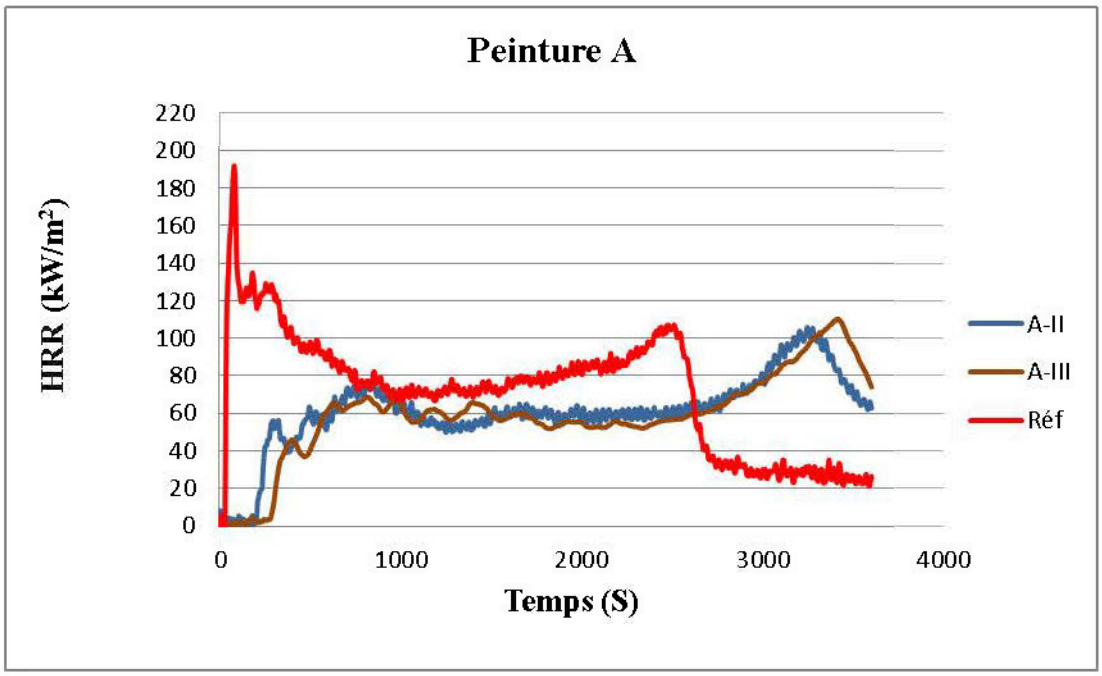

Figure 3.6 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture A (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; Réf : référence).

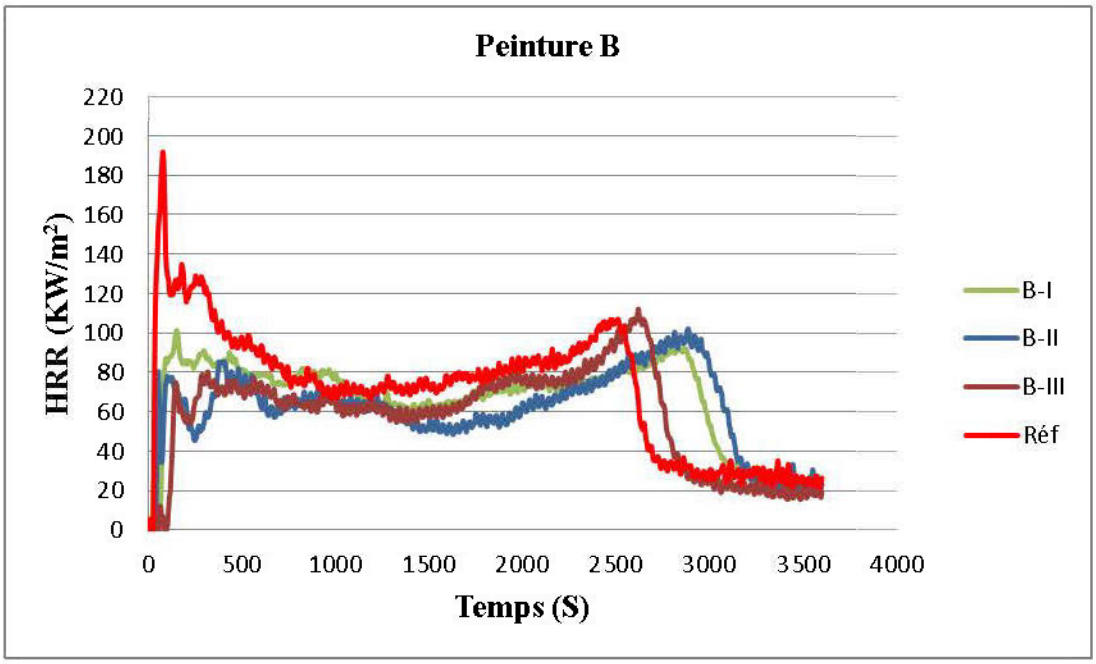

Figure 3.7 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture B (B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; Réf : référence).

Les quatre peintures intumescentes appliquées confient au panneau LVL un meilleur comportement vis-à-vis le taux de dégagement de chaleur (HRR). Il est aussi important de signaler que la peinture C appliquée à nn grammage de 355,74 g/m^2 (C-III, 3e couche) présente la meilleure performance avec une baisse de 56 % (Figure 3.8).

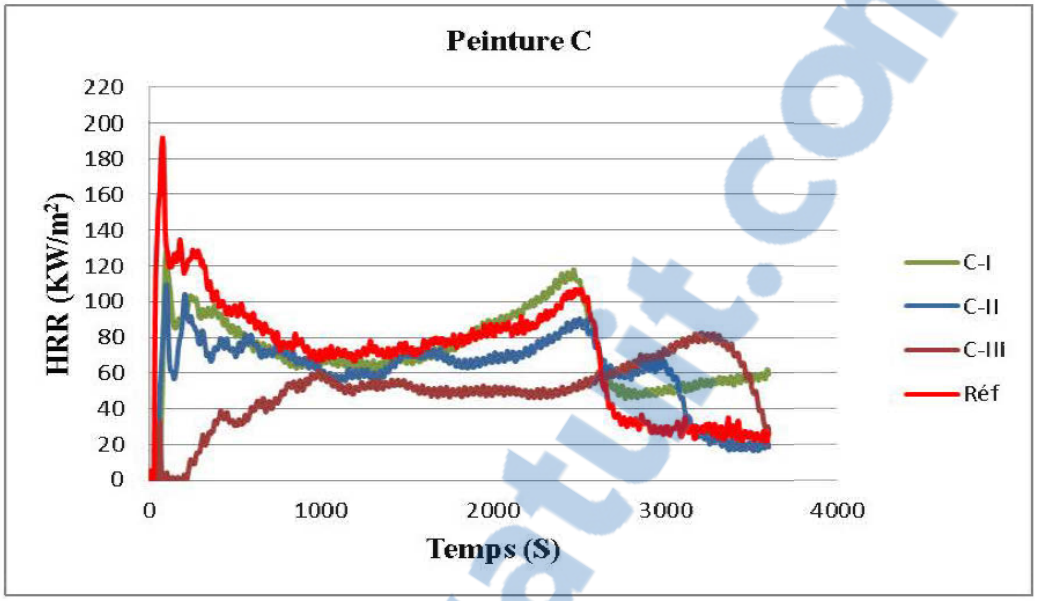

Figure 3.8 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture C (C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; Réf : référence).

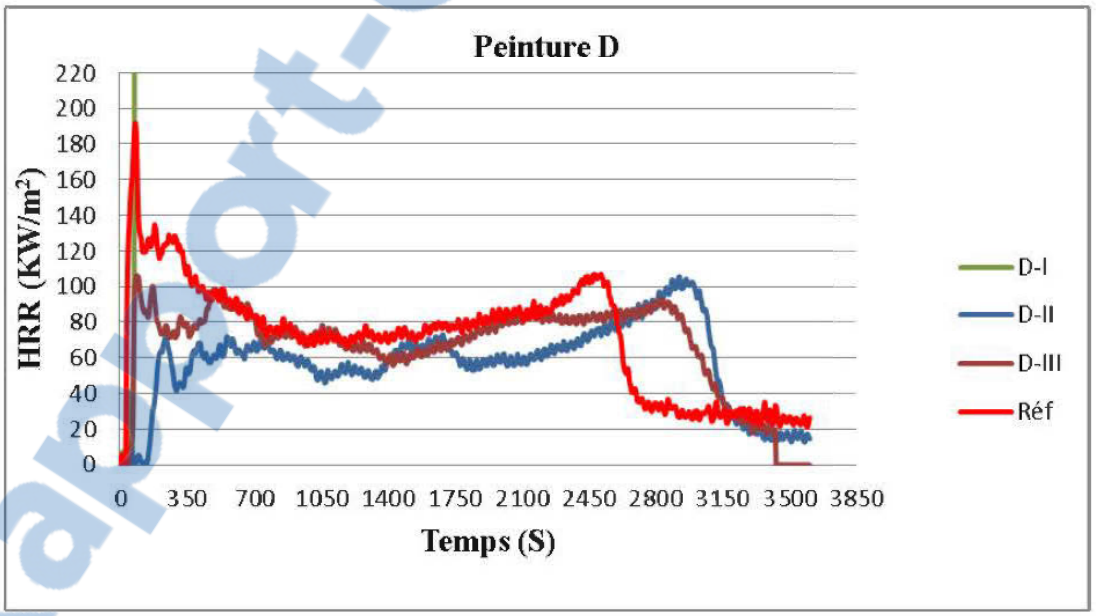

Figure 3.9 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) en fonction du temps pour la peinture D (D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).

Rapport-Gratuit.com

Afin de comparer la performance des différentes peintures utilisées dans cette étude en termes de HRR, on a tracé un graphique à la Figure 3.10 qui représente les résultats obtenus de taux de dégagement de chaleur (HRR) à 2440 secondes, pour les quatre peintures intumescentes appliquées à différents grammages. La coloune rouge correspond à la valeur obtenue pour l'échantillon de référence (panneau LVL non-traité). Le graphique démontre encore une fois, la bonne performance de la peinture C avec un grammage de 355,74 kg/m^2 (C-III). La valeur la plus haute est affiché par l'échantillon traité avec la peinture D au grammage 127,05g/m^2 (D-I). À l'exception de ce dernier, la majorité des autres traitements proposés ont présenté une amélioration de HRR comparativement au pauneau LVL non-traité (colonne rouge), notamment la peinture A avec ses deux grammages appliqués (A-II et A-III).

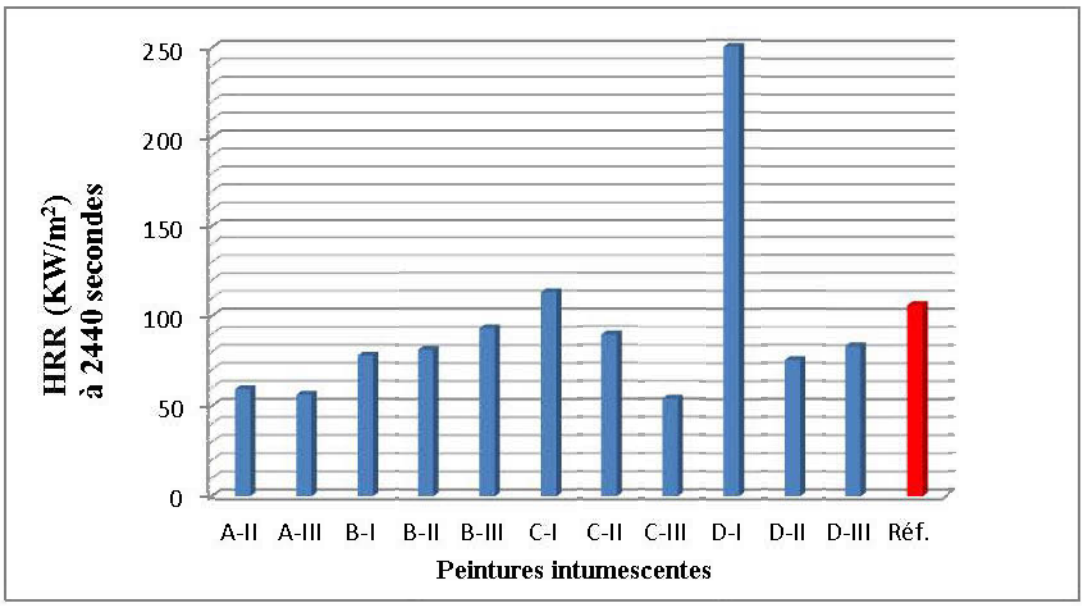

Figure 3.10 : Taux de dégagement de chaleur (HRR) à 2440 secondes (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).

Grâce à la disposition d'une thermo-balance, le cône calorimètre nous a permis d'évaluer la perte de masse des quatre traitements proposés. La Figure 3.11 représente la perte de masse en fonction du temps pour les quatre peintures intumescentes à différents grammages appliqués. On remarque que tous les traitements étudiés dans cette étude démontrent une amélioration significative en termes de perte de masse comparativement au panneau non-traité (courbe rouge). Il est important de noter que les peintures A (A-II et A-III) avec un grammage de 253,28 g/m^2 et de 358,20 g/m^2 et C (C-III) avec 375,74 g/m^2 ont enregistrées de meilleures performances traduites par une masse résiduelle de 60% pour un temps de 2000 s, comparativement au panneau non-revêtu et de 40% pour la peinture C (C-I) avec le taux de 119,67 g/m^2. D'une façon générale, à l'exception de la peinture C (C-I : 119,67 g/m^2), on peut conclure que la perte de masse des quatre peintures intumescentes à différents grammages appliqués a montré une amélioration significative par rapport au panneau non-revêtu.

Dans la Figure 3.12, on présente la perte de masse obtenue dans le test du calorimètre à cône à 2000 secondes, pour voir clairement et comparer le comportement des échantillons traités par les quatre peintures intumescentes, aux effets destructifs des flammes. On remarque que pour tous les traitements proposés la perte de masse est nettement améliorée par rapport aux panneaux LVL non traités (colonne rouge). À noter aussi que les peintures A (A-II, A-III) et la peinture C (C-III) ont présenté les meilleures performances.

À partir du PHRR et du TTI, Petrella (1994) a établi une classification arbitraire des facteurs de risque à l'embrasement généralisé éclair (Flashover Propensity Index, FPI) selon la relation suivante : FPI = PHRR/TTI (Tableau 3.7). L'embrasement généralisé éclair est généralement défini comme la transition d'un feu en phase croissante vers un feu pleinement développé dans lequel tous les combustibles présents participent à la combustion. D'un seul coup, toute une pièce se met à brûler

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

dans son intégralité. Ce n'est pas uniquement le feu qui progresse, mais tous les objets et même l'atmosphère qui s'embrasent brusquement. Ainsi, plus le FPI est élevé, plus les risques d'embrasement éclair sont importants.

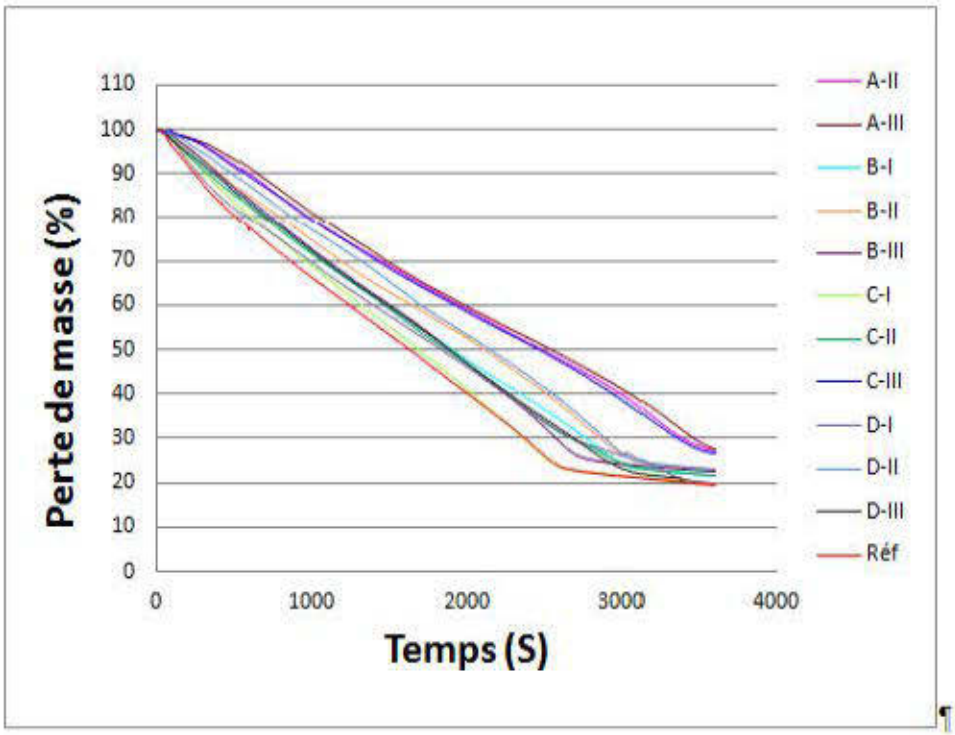

Figure 3.11 : Perte de masse en fonction du temps pour les quatre peintures intumescentes à différents grammages (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).

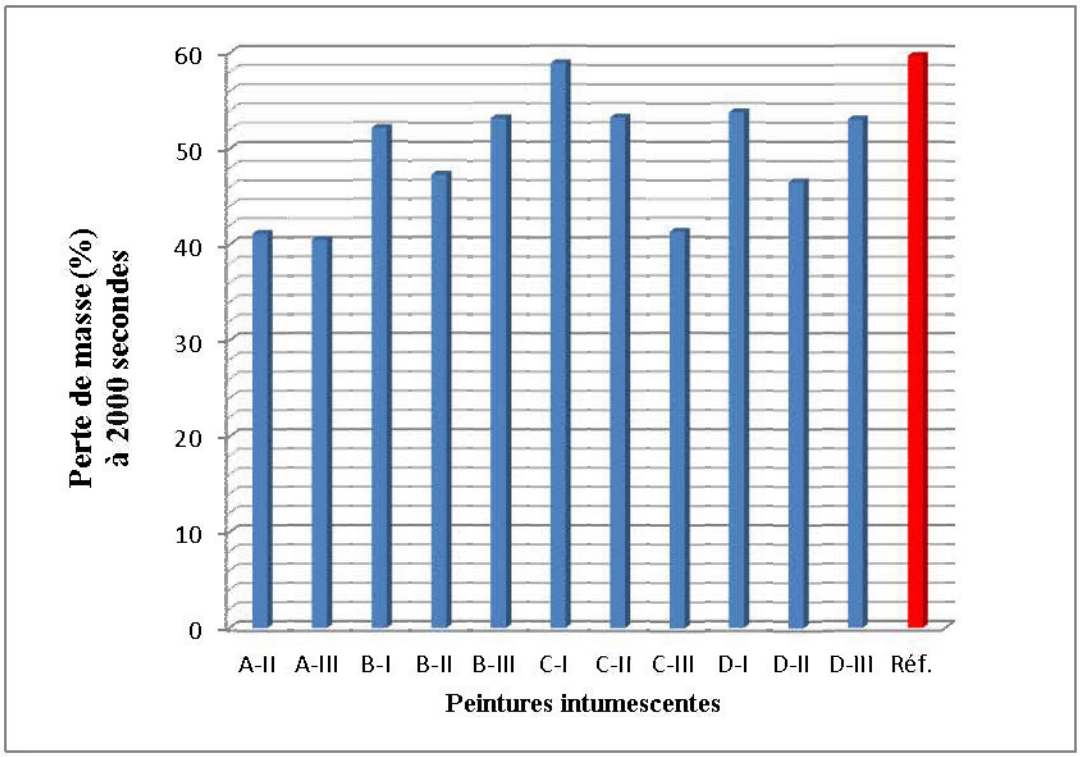

Figure 3.12 : Perte de masse à 2000 secondes des quatre peintures intumescentes à différents grammages (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).

On considérant ce classement, à l'exception de la peinture D avec un grammage de 127,05 g/m^2, la plupart des échantillons testés présentent un risque moyen, incluant l'échantillon de référence qui affiche un facteur FPI de 7,1 (Tableau 3.8). Si on exclut les deux peintures D (D-I) et B (B-II) avec les grammages respectifs de 127,05 g/m^2 et de 246,89 g/m^2 auxquels sont associées les valeurs FPI de 22,27 et de 7,86 respectivement, le facteur FPI des autres échantillons varie de 0,38 à 3,64, soit des valeurs nettement inférieures à celles de l'échantillon de référence (sans traitement). Notons aussi que la valeur minimale correspond à l'échantillon traité par la peinture A avec un grammage de 358,20 g/m^2 (A-III).

Tableau 3.7 : Classification des risques à l'embrasement généralisé éclair (FPI) et la chaleur totale dégagée selon Petrella (1994).

Valeurs	FPI	THR
0,1-1,0	Risque faible	Risque très faible
1,0-10	Risque moyen	Risque faible
10-100	Risque élevé	Risque moyen
100-1000	/	Risque élevé

Tableau 3.8 : Facteurs de risque à l'embrasement généralisé éclair (FPI) et la chaleur totale dégagée des quatre peintures appliquées.

	Échantillons	FPI		THR (MJ/m^2)	
		valeurs	risque	valeurs	risque
Peinture A	**A-II**	0,60	faible	281,90	élevé
	A-III	0,38	faible	212,20	élevé
Peinture B	**B-I**	1,62	moyen	238,65	élevé
	B-II	7,86	moyen	222,00	élevé
	B-III	3,03	moyen	202,90	élevé
peinture C	**C-I**	1,98	moyen	237,90	élevé
	C-II	1,00	moyen	215,95	élevé
	C-III	3,01	moyen	180,30	élevé
peinture D	**D-I**	22,27	élevé	2238,60	élevé
	D-II	3,64	moyen	230,00	élevé
	D-III	2,95	moyen	235,95	élevé
non-traité	**Réf.**	7,10	moyen	253,20	élevé

L'intégration de la courbe exprimant de l'évolution du HRR en fonction du temps donne la quantité de chaleur totale dégagée (Total Heat Release, THR)

exprimée en MJ/m^2. Dans une situation d'incendie, elle indique la quantité totale de chaleur qui peut être libérée. Cette quantité de chaleur totale dégagée est indépendante du flux de chaleur ou de la ventilation contrairement au PHRR. Elle est, en quelque sorte une mesure de l'énergie contenue dans un matériau. Un panneau avec une THR élevée va libérer plus de chaleur durant sa combustion. Le THR seul ne donne pas l'information sur le taux de chaleur libérée et ne suffit pas pour indiquer la bonne performance d'un matériau face à un incendie. Cependant, associés au facteur d'embrasement généralisé éclair (FPI), ces deux paramètres peuvent fournir l'information relative au comportement d'un matériau en cas d'incendie. Au regard des résultats rapportés dans le Tableau 3.8, le meilleur compromis de performance à la stabilité thermique est enregistré par la peinture C (C-III) avec un grammage de 375,74 g/m^2 (FPI = 3,01 $kW/m^2.s$ et THR = 180,30 MJ/m^2).

L'analyse de la toxicité des fumées au cours de la combustion des peintures intumescentes s'avère une étape très importante puisque les causes premières de décès par incendie sont dues à l'exposition aux gaz toxiques. Pour cet effet, les gaz libérés ont été collectés par une hotte, puis aspirés dans une conduite dans laquelle ont été mesurés, entre autres, le débit gazeux et la concentration en oxygène. Un des gaz les plus dangereux libérés lors d'un incendie est le monoxyde de carbone. Il provient de la combustion incomplète des matériaux, en raison de ses caractéristiques (incolore, sans odeur et sans goût), il est indétectable et intoxique facilement les occupants d'une habitation en feu avant que ceux-ci ne remarquent l'incendie. L'opacité des fumées présente aussi un danger extrême puisqu'elle gêne l'évacuation des personnes et le travail des équipes de secours. Le Tableau 3.5 rapporte les résultats obtenus en termes d'émission de fumées, de monoxyde de carbone et de dioxyde de carbone des échantillons testés. Les émissions sont exprimées en quantité de fumée totale dégagée par unité de surface (Total Smoke Release, TSR), elles sont présentées à la Figure 3.13, où la colonne rouge correspond à la valeur de TSR de l'échantillon de référence (non traité). En général, plus les valeurs de TSR sont

élevées, plus les risques de dommages causés sur l'humain par les fumées d'un incendie sont importants (toxicité).

Les résultats présentés à la Figure 3.13 indiquent que tous les traitements proposés ont tendance à faire baisser la quantité totale de fumée dégagée (TSR) durant la combustion, comparativement à l'échantillon de référence, à l'exception encore une fois de la peinture D (D-I) avec un grammage de 127,05 g/m^2. Cette dernière émet une quantité de fumée très importante durant sa combustion (2797,75 m^2/m^2), soit une augmentation de l'ordre de 1000 % par rapport au panneau non traité (Tableau 3.5). La meilleure performance a été obtenue avec la peinture B (panneau B-II) avec un grammage de 246,89 g/m^2 qui donne une diminution de 82 %. Les panneaux A-II, C-I, C-III et D-II donnent également de bonnes performances, soit une amélioration de 65, 58, 59 et 57 %, respectivement par rapport à la référence.

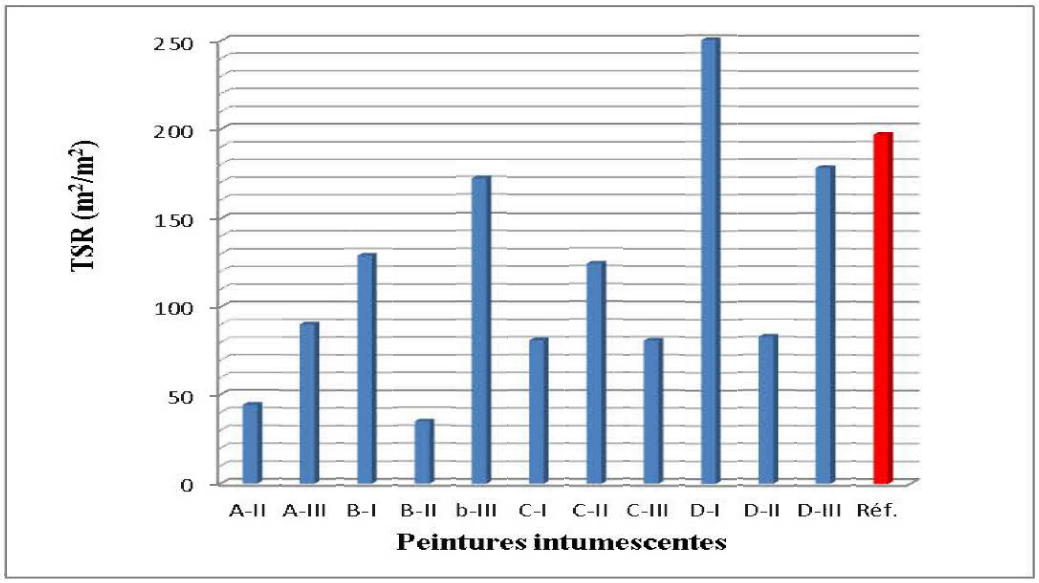

Figure 3.13 : Quantité de fumée totale dégagée par unité de surface (TSR) des quatre peintures appliquées (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).

Le monoxyde de carbone est le produit toxique majeur contenu dans la fumée. La Figure 3.14 représente le rendement en monoxyde de carbone par unité de masse des quatre peintures intumescentes aux différents grammages appliqués. On remarque que les panneaux associés aux traitements (D-II, D-III, C-II, C-I, B-II, B-I) émettent moins de CO que le panneau de référence (COY=0,023 kg/kg), tandis que les panneaux associés aux traitements (A-II, C-III et D-I) en émettent plus, particulièrement le panneau D-I qui affiche une valeur très élevée de COY égale à 0,18 kg/kg (Tableau 3.5).

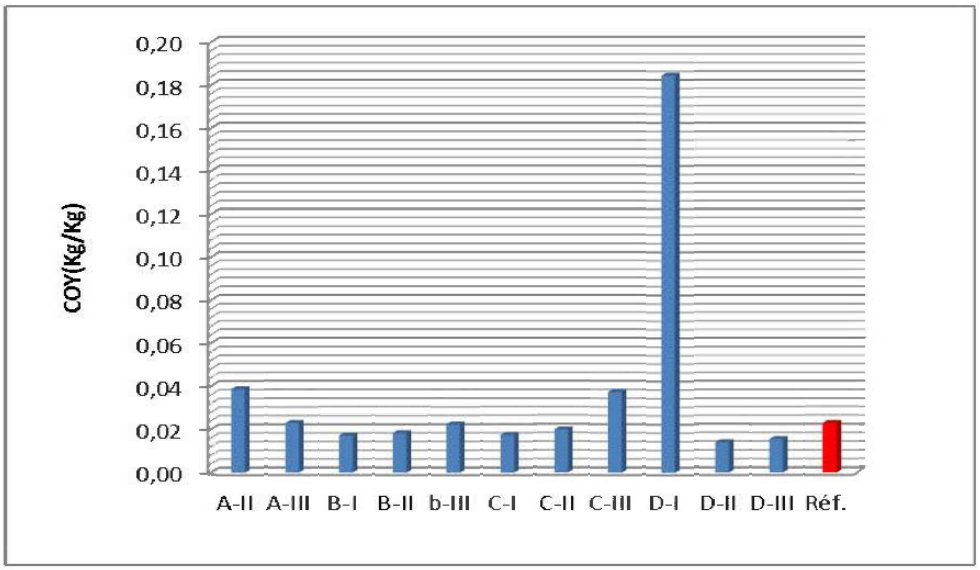

Figure 3.14 : Variation du rendement en monoxyde de carbone par unité de masse (COY) pour les différentes peintures intumescentes appliquées (A-II et A-III : 2e et 3e couche de la peinture A ; B-I, B-II et B-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture B ; C-I, C-II et C-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture C ; D-I, D-II et D-III : 1re, 2e et 3e couche de la peinture D ; Réf : référence).

Sous un flux de chaleur de 50 kW/m^2 (le même flux utilisé dans notre étude), Chuang et al. (2008) ont étudié l'amélioration de l'ignifugation du bois contreplaqué par l'interaction entre quatre grandes formulations intumescentes les plus utilisées, à savoir, une résine acrylique utilisée comme liant (BR), le pentaérythritol comme

substance de carbonisation (CS), la mélamine comme substance de production de mousse (FPS) et le polyphosphate d'ammonium comme agent déshydratant (DA). Deux séries ont été formées, soit FRM et FRA qui correspondent respectivement aux rapports pondéraux BR/CS (15%/35%) et FPS/DA (22,5%/27,5%), autrement dit, les auteurs fixent le rapport de chaque série et varient les deux autres composantes. Les auteurs ont constaté que les formulations intumescentes proposées démontrent une amélioration considérable des propriétés anti-feux par rapport aux panneaux contreplaqués non-revêtus et celui revêtu avec une résine acrylique seulement. Deux pics de PHRR ont été constatés pour chaque formulation intumescente proposée, selon les auteurs, le premier correspond à la couche protectrice (char) formée à partir de l'action d'intumescence, et le deuxième pic appartient à la décomposition et à la combustion du contreplaqué. Les auteurs concluent que la formulation FRM (rapport 15/35 et 15/35 correspondent respectivement aux BR/CS et FPS/DA) confie au panneau contreplaqué de meilleures propriétés ignifuges, avec les deux pics de PHRR (1er= 68 kW/m^2, 2e =141 kW/m^2). À titre de comparaison, la meilleure performance obtenue dans notre étude appartient à la peinture C au grammage de 355,74 g/m^2 avec un seul pic PHRR de 87,68 kW/m^2, l'absence du 2e pic dans notre cas qui correspond à la formation de la couche protectrice (char), veut dire que la composition de le peinture C forme la couche protectrice dès les premières augmentations de la température, ce qui la rend plus performante (Figure 3.4 et Figure 3.8). Selon plusieurs auteurs (Baljinder et Horrocks 1996; Lindsay et al. 2000; Drevelle et al. 2004; Bourbigot et al. 2004) une estérification plus rapide donne de meilleurs résultats en terme d'ignifugation par la formation d'un bouclier carbonisé (Char).

3.3) Analyse thermogravimétrique :

La caractérisation de la stabilité thermique des peintures ignifuges a été évaluée par l'appareil TA instrument modèle Q 50, États-Unis. L'analyse thermogravimétrique (TGA) mesure la variation de la masse d'un échantillon

lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous une atmosphère contrôlée. Les échantillons d'environ 20 mg ont été placés dans le porte-échantillon en platine qui est suspendu à son tour sur une balance sensible. Les analyses thermogravimétriques ont été réalisées avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min, sur une plage de température de 30 à 800 °C et sous un flux d'azote de 60 ml/min.

Les principaux paramètres mesurés lors de l'analyse thermogravimétrique (TGA) des quatre peintures intumescentes appliquées à différents rapports massiques (peinture-bois) sont présentés dans le Tableau 3.9.

La Figure 3.15 représente les courbes TGA (Perte de masse en fonction de la température) de la peinture A, à différents rapports massiques appliqués. Les courbes montrent l'effet du taux de recouvrement sur la dégradation thermique du bois traité par la peinture intumescente A à différents rapports peinture/bois (0/100, 25/75, 50/50, 75/25, 100/0). On remarque que la perte de masse des mélanges bois-revêtement augmente avec l'augmentation du taux de la peinture dans le mélange pour les quatre peintures proposées.

Le mécanisme de la dégradation des échantillons s'effectue en trois étapes principales. La première étape représente une perte de masse d'environ 10 % à une température de 100°C qui correspond au dégagement de l'eau et au départ des composants volatils. Une deuxième dégradation plus rapide, entre 200 et 400°C, représente le stade majeur de la dégradation pour la plupart des traitements proposés. Enfin, une dernière étape de dégradation plus lente, au-dessus de 400 °C, correspond à la formation du résidu. Ces résultats sont en accord avec ceux de Rowell et Van-Green (2005) et Yucheng (2008). Les deux auteurs ont mentionné que la dégradation thermique du bois commence à environ 250 °C. À l'exception de la lignine, la plupart des polysaccharides se dégradent à une température se situant entre 300 et 375 °C.

Rapport-Gratuit.com

Tableau 3.9 : Principaux paramètres relevés sur les courbes obtenues par l'analyse thermogravimétrique (TGA).

	Mélange (%) Peinture/bois	T_d (°C)	T_f (°C)	PM (%)	$R_{T600°C}$ (%)
Bois non-revêtu	**0/100**	328	380	81,49	13,44
Peinture A	**25/75**	324	379	71,91	21,15
	50/50	319	379	69,97	21,72
	75/25	305	382	69,56	26,95
	100/00	277	396	56,12	38,48
Peinture B	**25/75**	323	383	73,84	19,27
	50/50	321	386	69,96	25,69
	75/25	307	390	61,79	33,72
	100/0	277	420	56,92	40,33
Peinture C	**25/75**	319	386	74,48	20,21
	50/50	318	386	71,89	21,59
	75/25	311	388	66,64	26,88
	100/0	291	393	59,54	36,83
Peinture D	**25/75**	325	387	76,80	17,68
	50/50	325	384	72,06	22,16
	75/25	319	388	71,75	24,07
	100/0	300	444	64,07	29,35

T_d : Température de début de la dégradation.

T_f : Température de fin de la dégradation.

PM : Perte de masse entre T_d et T_f.

$R_{T600\,°C}$: Masse résiduelle à 600 °C.

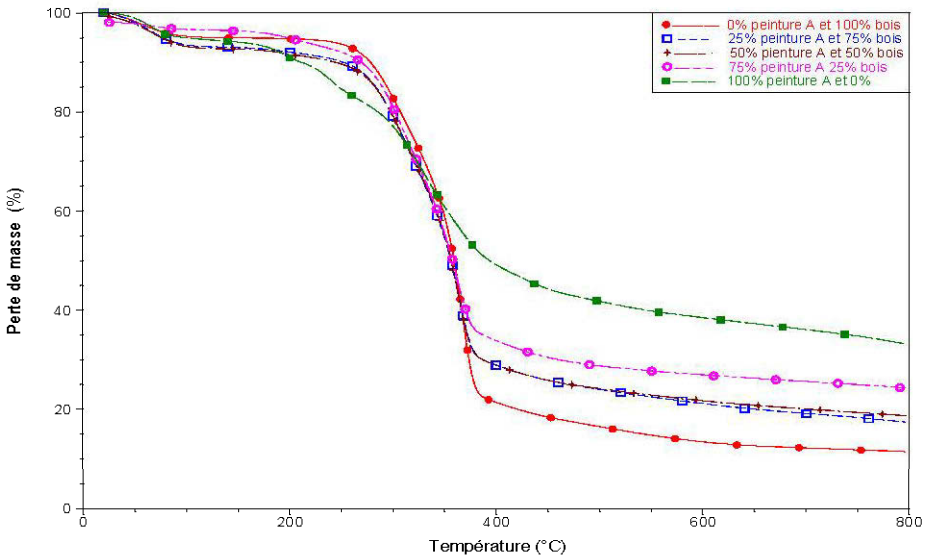

Figure 3.15 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois de la peinture A à différents rapports massiques.

Dans les figures 3.16, 3.17 et 3.18, on a présenté les courbes TGA des mélanges peinture/bois des quatre peintures intumescentes, respectivement aux rapports (peinture/bois) 25/75, 50/50 et 75/25. Ces courbes nous donnent une comparaison entre les différents revêtements utilisés dans cette étude aux différents rapports massiques appliqués. On remarque que la peinture A est la plus stable thermiquement au niveau de rapport 25/75. Par contre, dans le cas des autres rapports massiques (50/50 et 75/25), la meilleure performance est présentée par la peinture B.

Les quatre peintures intumescentes évaluées par l'analyse thermogravimétrique ont présenté un comportement largement supérieur comparativement aux panneaux non traités en termes de stabilité thermique (Figures 3.15 à 3.18). Parmi elles, les peintures A, B et C confient aux panneaux LVL de meilleures propriétés ignifuges (Figure 3.19). Cela est dû à la rapidité de réaction de leurs composants intumescents (source d'acide, agent de carbonisation, agent de gonflement) au bon moment pour

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

former une couche protectrice, car un simple mélange aléatoire des composants n'assure pas le comportement d'intumescence. Les composants doivent montrer un comportement thermique approprié (Camino et al. 1989). Les températures de dégradation des différents agents intumescents sont les facteurs clés pour former une couche protectrice idéale (Gu et al. 2007).

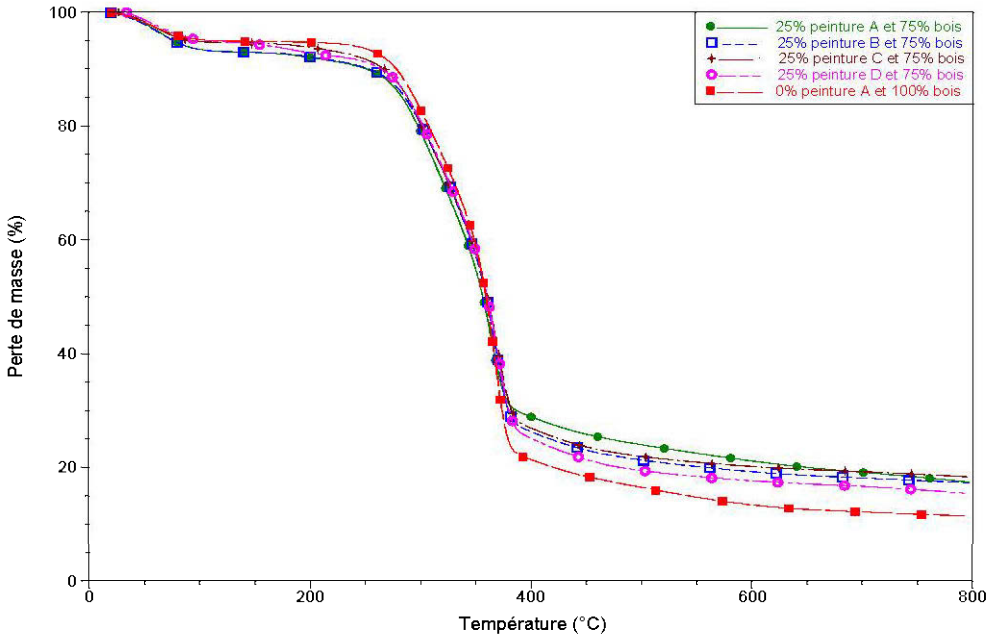

Figure 3.16 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois des quatre peintures intumescentes au rapport massique 25/75.

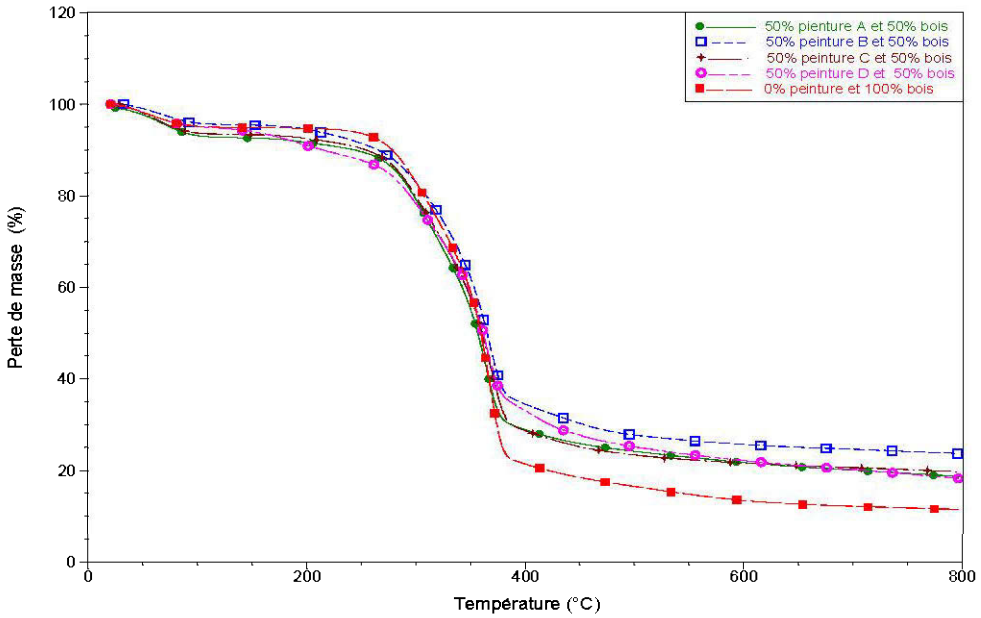

Figure 3.17 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois des quatre peintures intumescentes au rapport massique 50/50.

La décomposition thermique des peintures intumescentes (A, B, C, D) se déroule en trois étapes successives. La première étape de dégradation correspond à la perte de l'eau et des composants très volatils à une température inférieure à 100°C. À ce stade, la peinture A présente un comportement similaire au bois non traité avec une perte de masse de l'ordre de 5%. La deuxième étape est considérée comme l'étape clé du développement du système intumescent, qui se déroule entre 200 et 450°C. Ce stade correspond à la décomposition de la source d'acide, généralement le polyphosphate d'ammonium (PPA), qui se dégrade à une température supérieure à 250 °C (Li et al. 2008) dégageant l'ammoniac, l'eau et l'acide phosphorique. La source de carbonisation (pentaérythritol PER) se décompose presque dans la même plage de température que l'PPA (186 à 334 °C). Selon Li et al (2008), le PPA et le PER peuvent interagir pour former une couche carbonisée (formation d'une structure

cyclique d'ester de phosphate par l'élimination de l'ammoniac et de l'eau). La mélamine (MEL), agent de gonflement, se décompose à son tour entre 200 et 375 °C pour libérer le gaz d'ammoniac (NH_3). Ce dernier souffle le char (la couche carbonisée) formé par le PPA et le PER pour obtenir une couche protectrice intumescente. Il est à noter que le polyphosphate d'ammonium (PPA), le pentaérythritol (PER) et la mélamine (MEL) sont bien mentionnés dans la fiche signalétique de la peinture B.

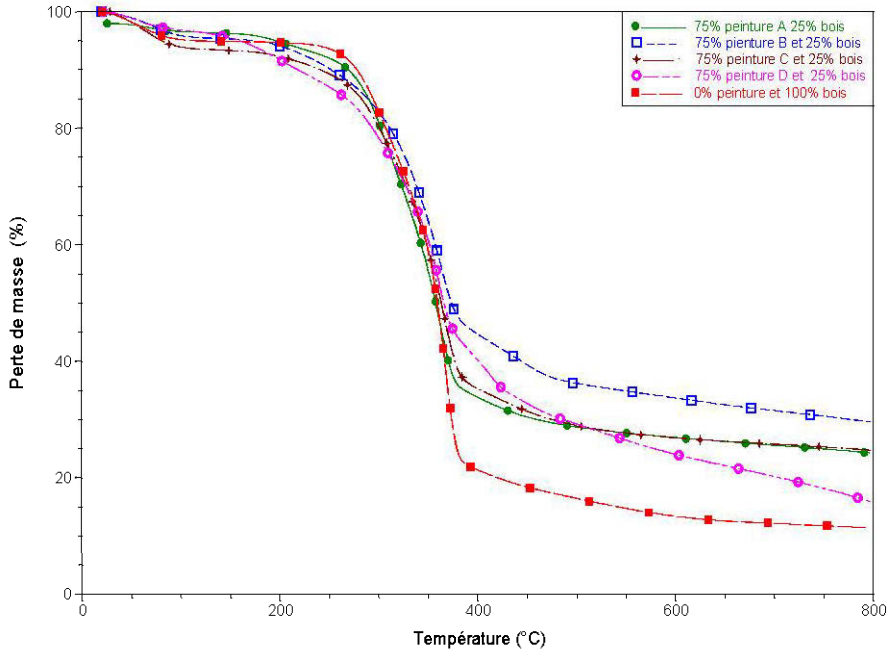

Figure 3.18 : Courbes TGA des mélanges peinture/bois des quatre peintures intumescentes au rapport massique 50/50.

En se basant sur les fiches signalétiques des peintures étudiées, l'oxyde de titane (TiO_2) est l'un des composants utilisés dans la formulation des systèmes intumescents des trois peintures (A, B, C). Le TiO_2 réagit avec le polyphosphate d'ammonium pour former un composé de type céramique fondu à haute température

qui augmente la résistance de la couche multicellulaire et protège mieux le substrat contre le feu (Wang et al. 2007).

Une dernière étape de dégradation est observée sur les courbes TGA des peintures intumescentes testées entre 450 et 800 °C (Figure 3.19). Cette étape correspond au résidu formé par les quatre peintures, qui est plus ou moins stable thermiquement.

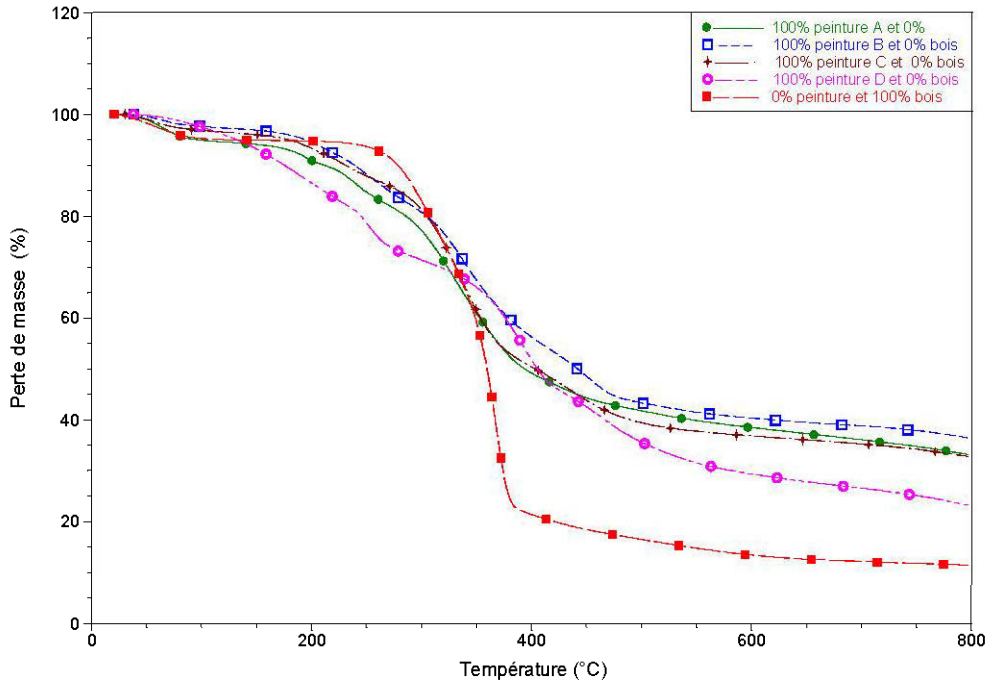

Figure 3.19 : Courbes TGA des quatre peintures intumescentes.

La température de dégradation des ingrédients de la formulation intumescente est un facteur important dans l'évolution des phénomènes d'intumescence. Plus les températures de dégradation des différents agents sont adjacentes, plus avantageux est le développement de la couche protectrice.

Comme le montre la Figure 3.20, qui représente la température de début de la dégradation des quatre peintures intumescentes en fonction du taux de recouvrement, les traitements proposés possèdent une température de début de dégradation inférieure à celle du bois non-traité. De plus, elle diminue avec l'augmentation du taux de recouvrement pour la totalité des peintures intumescentes testées. Ces résultats sont en accord avec Rowell et Van-Green (2005) qui suggèrent que la majorité des traitements de retardement de feu diminue la température d'initiation de la pyrolyse et favorise la formation de charbon pour piéger les flammes à des températures plus faibles que le bois non traité.

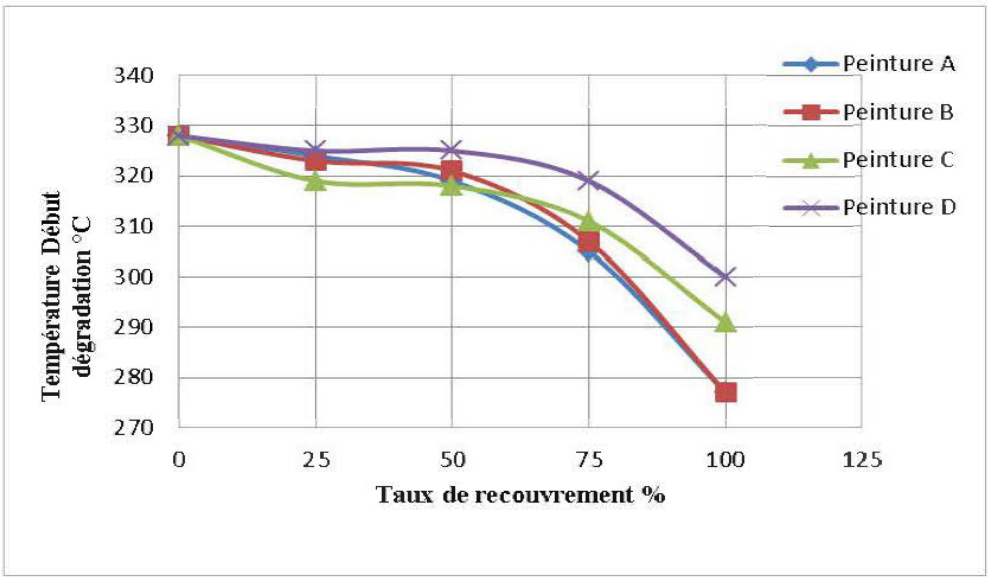

Figure 3.20 : Température de début de la dégradation relevée sur les courbes TGA en fonction du taux de recouvrement (%) des peintures intumescentes (peinture/bois : 0/100, 25/75, 50/50, 75/25, 100/0).

La Figure 3.20 montre encore une fois l'efficacité des peintures A, B, C par rapport à la peinture D. La peinture C présente de meilleures performances au niveau des deux rapports massiques peinture/bois 25/75 et 50/50 avec une température de

début de la dégradation de 319 et 318 °C, respectivement. Par contre, aux rapports massiques de 75/25 et 100/0, les peintures A et B démontrent de meilleurs résultats.

Les résidus enregistrés à une température de 600 °C des peintures testées ont été rapportés dans le Tableau 3.9 et illustrés dans la Figure 3.21. Il est à noter qu'un résidu plus élevé indique de meilleures propriétés ignifuges. Toutes les peintures proposées ont présenté un résidu largement élevé par rapport au bois non-traité. De plus, le résidu augmente avec l'augmentation du taux de recouvrement pour la totalité des peintures intumescentes testées (Figure 3.21).

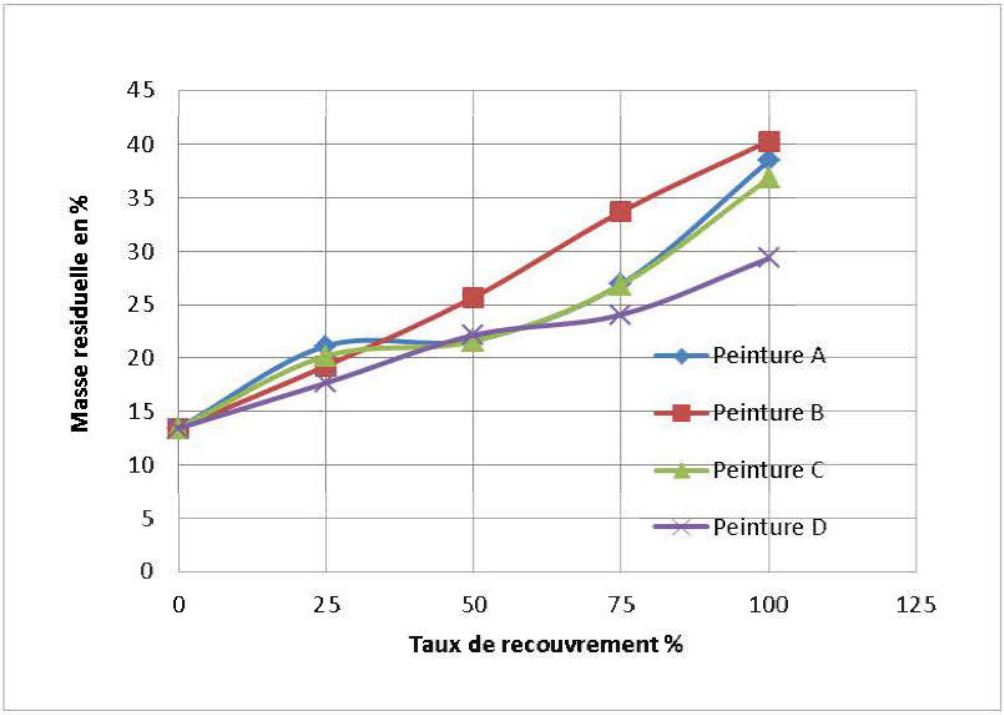

Figure 3.21 : Résidu à 600°C relevé sur les courbes TGA en fonction du taux de recouvrement (%) des peintures intumescentes (peinture/bois : 0/100, 25/75, 50/50, 75/25, 100/0).

Au niveau du rapport 25/75 (peinture/bois), la peinture A présente une meilleure performance avec une amélioration de 78 % par rapport au bois non traité.

Les meilleurs résultats, au niveau des autres rapports 50/50, 75/25 et 100/0 (peinture/bois), ont été enregistrés pour la peinture B avec une amélioration de 75 %, 125 % et 150 % respectivement, comparativement au bois non-traité.

3.4) L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC):

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) est la deuxième technique de caractérisation thermique utilisée dans cette étude. Elle a pour but de mesurer les valeurs d'enthalpie, de fusion et de cristallisation des peintures intumescentes testées. La DSC est une technique où le flux de chaleur de l'échantillon et de la référence est mesuré en fonction de la température ou du temps lorsque la température de cet ensemble est programmée dans une atmosphère contrôlée. Les modifications enthalpiques des matériaux sont liées généralement à des changements de leurs propriétés physiques et chimiques. En général, on mesure la différence de flux de chaleur entre un creuset contenant l'échantillon et un creuset de référence (vide).

Les principaux paramètres mesurés lors de l'analyse DSC des quatre peintures intumescentes appliquées à différents rapports massiques (peinture/bois) sont présentés dans le Tableau 3.10. Les courbes DSC (flux de chaleur (W/g) en fonction de la température °C) des peintures A, B, C et D aux différents rapports massiques appliqués sont présentées aux figures 2.22 à 3.25, respectivement. Les courbes mettent en évidence l'effet du taux de recouvrement sur la dégradation thermique du bois traité par les quatre peintures intumescentes aux différents rapports peinture/bois (0/100, 25/75, 50/50, 75/25, 100/0).

Tableau 3.10 : Principaux paramètres relevés sur les courbes obtenues par l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC).

	Mélange (%) Peinture/bois	HC (J/g)	TPC (°C)
Bois non-revêtu	**0/100**	--	--
Peinture A	**25/75**	4,052	183
	50/50	6,211	182
	75/25	8,528	182
	100/00	50,77	184
Peinture B	**25/75**	2,902	188
	50/50	10,52	187
	75/25	13,60	187
	100/0	50,74	187
Peinture C	**25/75**	1,586	183
	50/50	7,846	183
	75/25	11,55	181
	100/0	29,28	181
Peinture D	**25/75**	--	--
	50/50	--	--
	75/25	--	--
	100/0	--	--

HC (J/g) : Enthalpie de cristallisation.

TPC (°C) : Température du pic de cristallisation.

Rapport-Gratuit.com

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Si on exclut les traitements associés à la peinture D (aux différents rapports massiques appliqués) pour lesquels on n'a enregistré aucun changement dans leurs courbes DSC, tous les autres traitements ont subi un changement significatif de leurs courbes DSC. Les courbes DSC des peintures A, B et C, représentées respectivement aux figures 3.22, 3.23 et 3.24, montrent que les pics endothermiques des mélanges peinture/bois augmentent avec l'augmentation du taux de la peinture dans le mélange pour les trois peintures proposées. Selon Gu et al. (2007), cela se traduit par l'augmentation de la stabilité thermique proportionnellement aux taux de recouvrement des peintures appliquées.

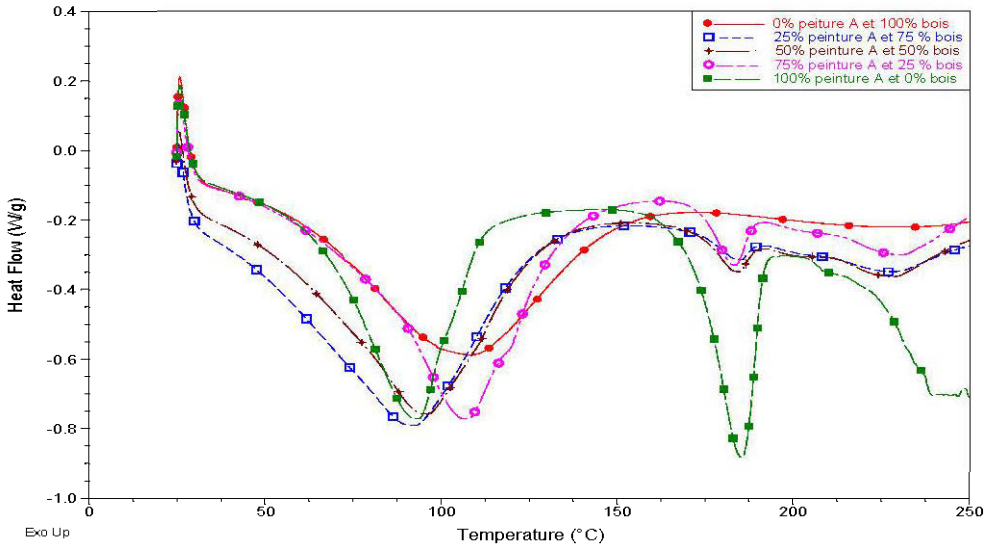

Figure 3.22 : Courbes DSC des mélanges peinture/bois de la peinture A à différents rapports massiques.

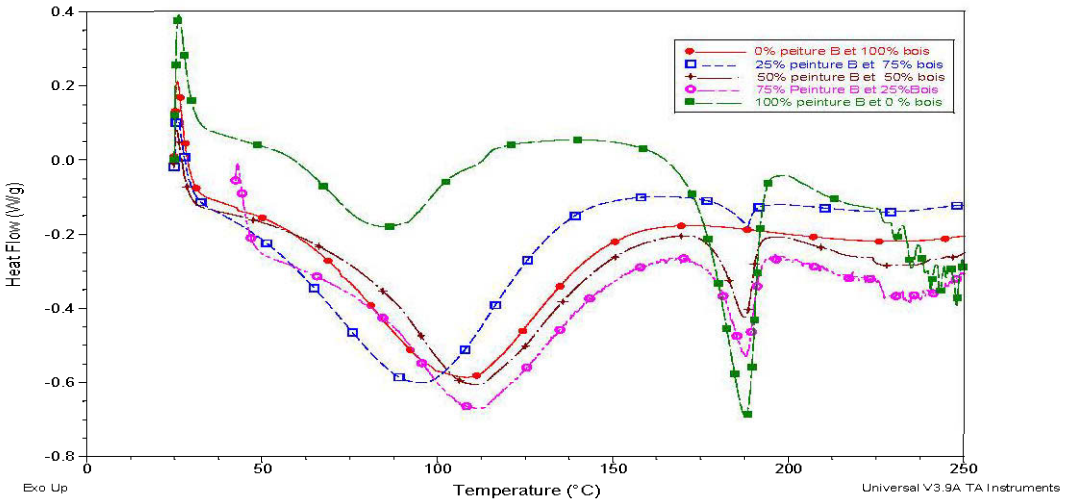

Figure 3.23 : Courbes DSC des mélanges peinture/bois de la peinture B à différents rapports massiques.

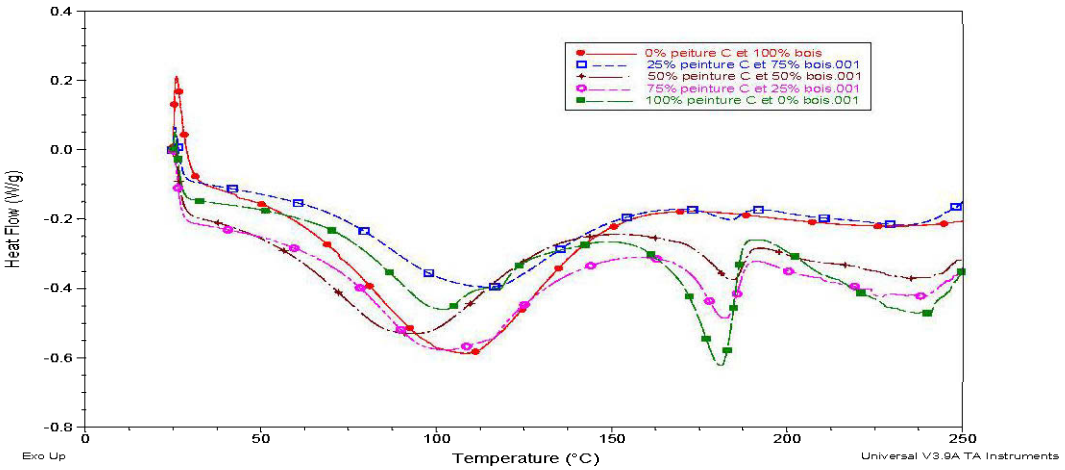

Figure 3.24 : Courbes DSC des mélanges peinture /bois de la peinture C à différents rapports massiques.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

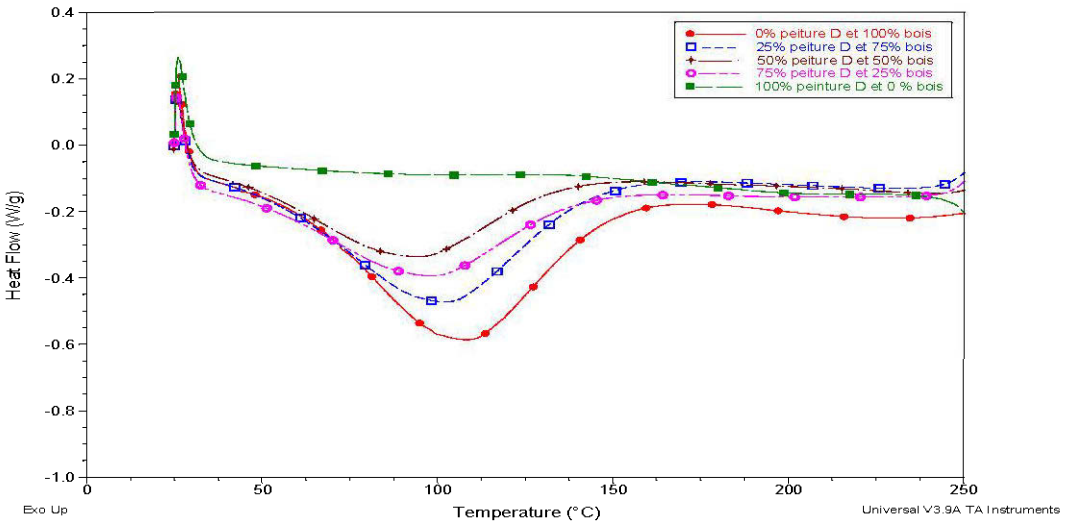

Figure 3.25 : Courbes DSC des mélanges peinture /bois de la peinture D à différents rapports massiques.

Les résultats de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) sont en accord avec les tests précédents (tunnel à deux pieds, calorimètre à cône), notamment avec l'analyse thermogravimétrique (TGA). L'interprétation de ces résultats indique une forte tendance en ce qui concerne l'effet du taux de recouvrement sur la stabilité thermique du bois traité avec les trois peintures intumescentes (A, B, C).

Les courbes DSC des peintures intumescentes seules et du bois non traité sont illustrées à la figure 3.26. On distingue deux grands pics endothermiques associés aux peintures A, B et C, aux deux intervalles de température suivants : [80 à 110 °C] et [180 à 190 °C]. Un pic endothermique est aussi observé pour le bois non traité à 110°C. Par contre, la peinture D ne présente aucun pic lors de cette analyse. Le premier pic observé sur les courbes DSC, que ce soit pour les trois peintures (A, B, C) ou pour le bois non traité, correspond à la perte en eau et au départ des composants très volatils. Le deuxième pic endothermique des trois peintures intumescentes (A, B,

C) peut être expliqué par la recristallisation du pentaérythritol (PER). En effet, Gu et al. (2007) ont utilisé la DSC pour caractériser thermiquement une peinture intumescente qui est composée essentiellement de polyphosphate d'ammonium (PPA) comme source d'acide, de mélamine (MEL) qui joue le rôle d'un agent de gonflement et de pentaérythritol (PER) en tant qu'agent de carbonisation. Les auteurs ont remarqué la présence d'un pic à une température de 189 °C qu'ils ont attribué à la recristallisation du pentaérythritol. Il est également à noter que tous les ingrédients cités dans la composition de la peinture étudiée par Gu et al. (2007) sont bien mentionnés dans la fiche signalétique de la peinture B.

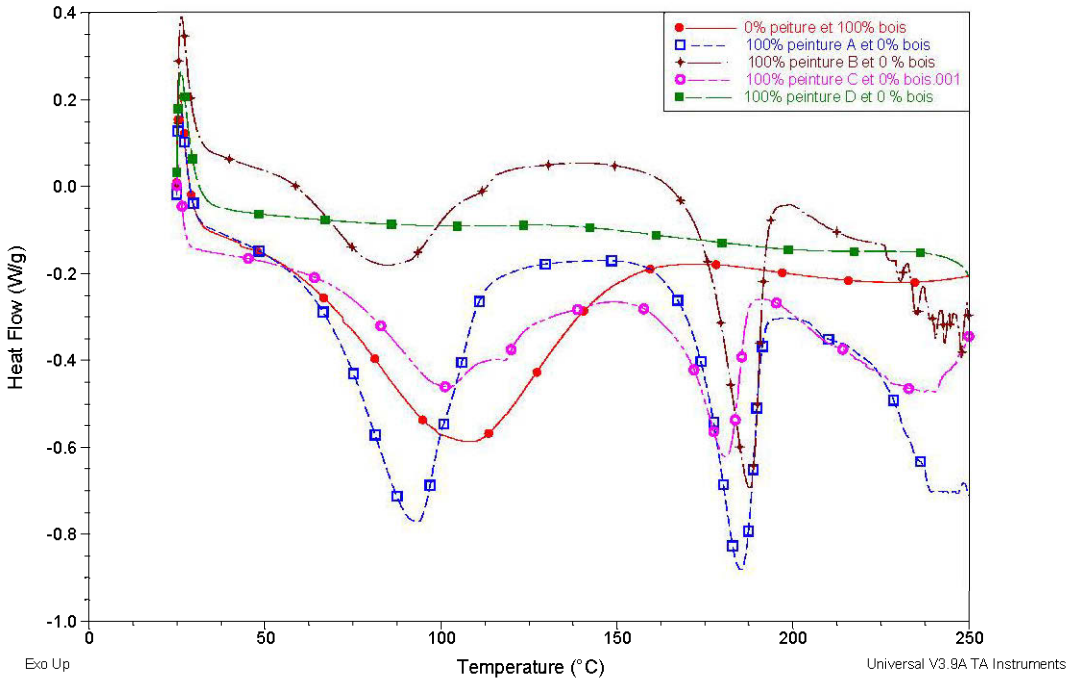

Figure 3.26 : Courbes DSC des quatre peintures intumescentes.

En termes de comparaison entre les quatre peintures intumescentes étudiées, la peinture A présente un meilleur comportement au niveau du rapport massique 25/75 (peinture/bois), avec une enthalpie de 4,052 J/g. Pour les autres rapports massiques appliqués (50/50, 75/25 et 100/0), la peinture B présente de meilleures performances (Tableau 3.10).

3.5) Vieillissement accéléré:

Le vieillissement mène souvent à un changement de couleur comme premier signe de dégradation. D'après Matuana et al. (2001), le phénomène de dégradation des polymères sous rayons ultraviolets (UV) résulte souvent d'une décoloration. C'est dans ce contexte qu'on a procédé afin de prévoir la détérioration lente des peintures intumescentes appliquées sur des échantillons de peuplier faux-tremble. À cet effet, un test de vieillissement accéléré a été utilisé pour simuler le vieillissement des peintures et la détérioration à long terme.

Les grandeurs ΔL^*, Δa^* et Δb^* représentent les écarts entre deux mesures de couleur (entre l'échantillon et la référence) des trois principaux axes du système CIE $L^*a^*b^*$ (Chrisment 1997). La différence totale de couleur (ΔE^*) correspond à la distance entre deux couleurs placées dans l'espace chromatique, c'est la résultante des trois variables des couleurs (ΔL^*, Δa^* et Δb^*) du système colorimétrique (équation 1).

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad \text{.....} \quad (1)$$

Le Tableau 3.11 ci-dessous, représente les résultats obtenus en termes de différence totale de couleur (ΔE^*) des peintures aux différents grammages appliquées.

Tableau 3.11 : La différence totale de couleur (ΔE*) des peintures appliquées.

Peintures	couches	Les heures d'exposition.								
		0	**125**	**250**	**375**	**500**	**625**	**750**	**875**	**1000**
A	**ΔE* (A-I)**	0	0,93	0,13	0,88	1,09	2,14	3,9	2,87	3,76
	ΔE* (A-I-f)	0	0,85	1,26	4,45	1,81	2,05	1,24	8,68	2,26
	ΔE* (A-II)	0	4,06	3,45	2,23	1,23	2,74	2,8	1,73	2
	ΔE* (A-II-f)	0	1,64	5,21	2,35	2,6	2,87	1,81	2,99	2,99
B	**ΔE* (B-I)**	0	0,94	0,24	0,37	0,94	2,38	4,32	3,71	3,89
	ΔE* (B-I-f)	0	0,48	0,49	0,62	0,54	0,83	2,15	0,9	1,01
	ΔE* (B-II)	0	0,94	0,9	0,43	0,44	2,05	5,05	2,29	3,17
	ΔE* (B-II-f)	0	0,36	0,35	0,38	0,36	0,37	0,88	0,22	0,27
C	**ΔE* (C-I)**	0	6,33	5,24	3,87	1,99	1,04	1,1	1,23	1,48
	ΔE* (C-I-f)	0	7,5	7,89	8,04	7,76	7,46	6,34	7,9	7,95
	ΔE* (C-II)	0	11,9	11,9	10,9	9,23	8,13	5,47	7,16	9,25
	ΔE* (C-II-f)	0	8,5	10,7	8,92	9,41	8,86	8,01	9,2	9,19
D	**ΔE* (D-I)**	0	0,81	1,81	3,41	3,91	4,56	6,69	4,64	4,28
	ΔE* (D-I-f)	0	1,16	3,85	6,54	8,17	8,76	10,1	8,09	7,67
	ΔE* (D-II)	0	1,96	2,13	3,29	4,41	5	6,91	5,41	5,64
	ΔE* (D-II-f)	0	3,32	1,79	1,13	1,97	3,12	7,77	3,62	3,27

f : Une couche de la peinture de finition (E) a été ajoutée aux différents échantillons testés.

Les figures 3.27 à 3.30 représentent la différence totale de la couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition (h) des peintures A, B, C et D aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition E. On y présente également que si la différence totale de la couleur est inférieure ou égale à 4 (ΔE*≤ 4) le changement de couleur est considéré invisible par l'œil humain.

Les figures montrent que la totalité des peintures proposées a subi un changement de couleur suite à l'essai de vieillissement accéléré. En ce qui concerne les échantillons traités avec le revêtement A, le panneau (A-I) (1re couche de la peinture A, sans finition) a présenté le meilleur comportement (Figure 3.27) avec une valeur maximale de $\Delta E^* = 4$. Notant également que l'ajout de la peinture de finition E n'a pas eu d'influence sur l'amélioration du comportement face aux intempéries, ce qui veut dire qu'elle ne présente pas d'affinité chimique avec la peinture A.

Contrairement à la peinture A, la peinture de finition E a eu un impact sur l'amélioration du comportement de la peinture B, nettement visible au temps d'exposition de 500 h et plus (Figure 3.28). On a enregistré une amélioration de 50 % et 80 % après 850 h d'exposition, par rapport aux panneaux B-I et B-II (1re et 2e couches de la peinture B, sans l'ajout de la peinture E), respectivement.

Le comportement de la peinture C face aux changements de couleur, présenté à la Figure 3.29, montre une deuxième fois l'inefficacité de la peinture E. Les peintures C et E ne présentent pas un comportement chimique approprié. Le panneau C-II associé à la 2e couche de la peinture C a présenté la valeur la plus élevée sur les traitements proposés avec un $\Delta E^* = 13$.

La peinture D a présenté un comportement similaire aux peintures A et C vis-à-vis de la peinture E, aucune amélioration n'a été observée. Au contraire, on a enregistré une augmentation de ΔE^* suite à l'ajout de la peinture E pour le panneau D-I-f, qui présente une valeur de $\Delta E^* = 10$ (Figure 3.30). On a remarqué que la 1re et la 2e couche, associées au revêtement D (D-I et D-II sans finition), se comportent quasiment de la même manière tout au long du test de vieillissement accéléré (Figure 3.30).

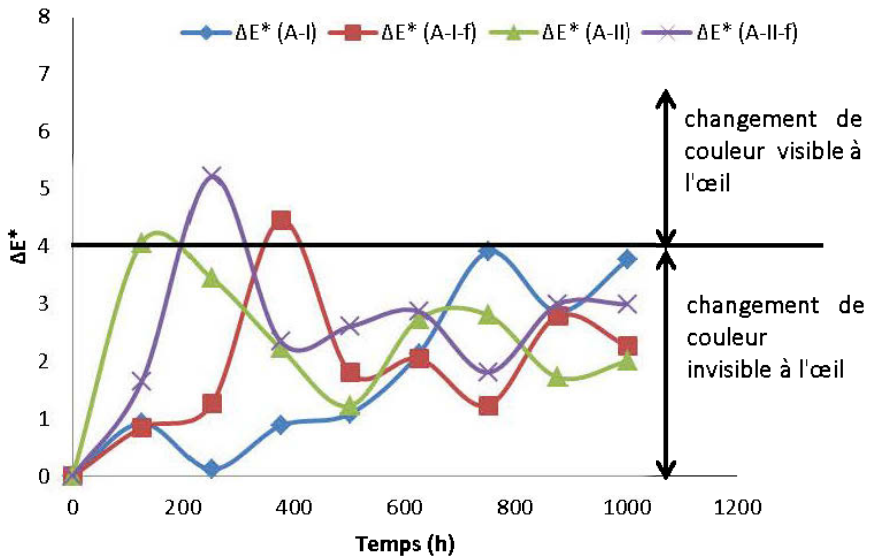

Figure 3.27 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture A aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (A-I et A-II : 1re et 2e couche de la peinture A ; A-I-f et A-II-f : 1re et 2e couche de la peinture A plus une couche de la peinture de finition).

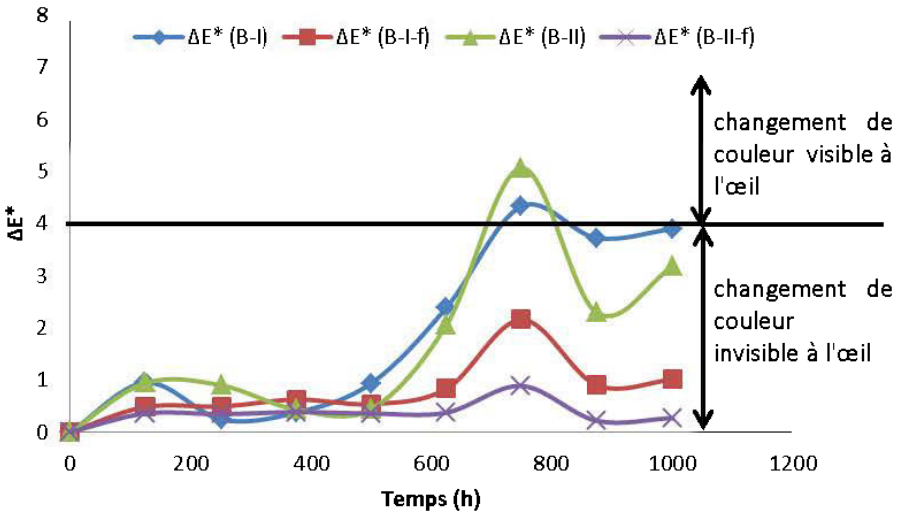

Figure 3.28 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture B aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (B-I et B-II : 1re et 2e couche de la peinture B ; B-I-f et B-II-f : 1re et 2e couche de la peinture B plus une couche de la peinture de finition).

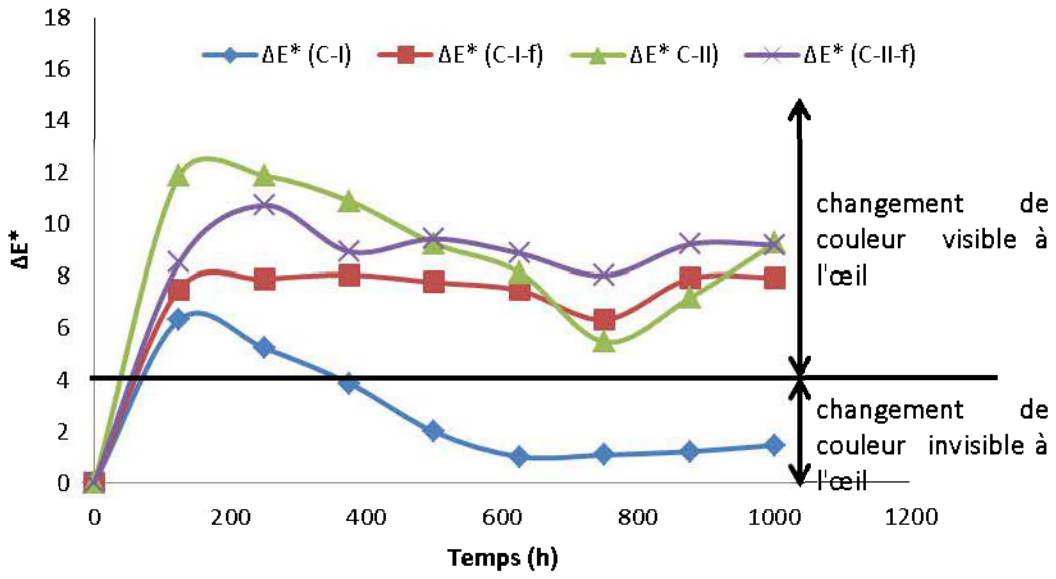

Figure 3.29 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture C aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (C-I et C-II : 1re et 2e couche de la peinture C ; C-I-f et C-II-f : 1re et 2e couche de la peinture C plus une couche de la peinture de finition).

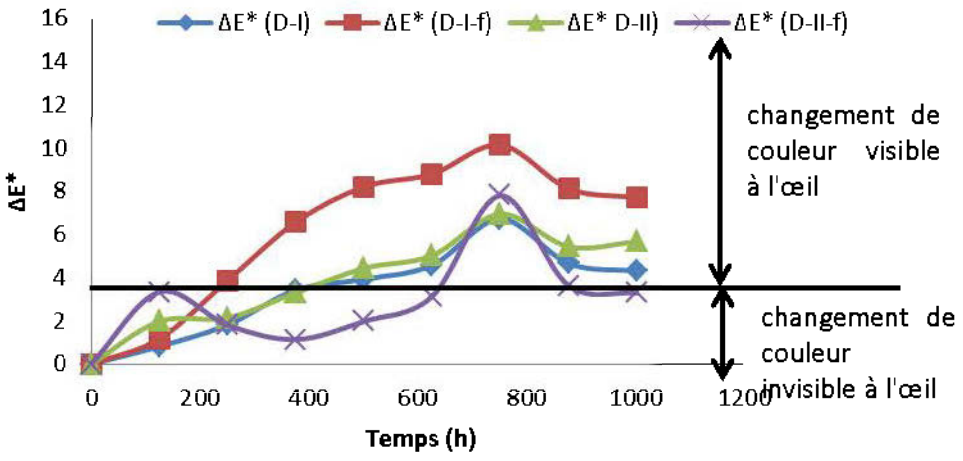

Figure 3.30 : La différence totale de couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition de la peinture D aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (D-I et D-II : 1re et 2e couche de la peinture D ; D-I-f et D-II-f : 1re et 2e couche de la peinture D plus une couche de la peinture de finition).

Dans les figures 3.31 à 3.34, on a représenté la variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition (h) des quatre peintures intumescentes (A, B, C et D) aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition E.

Contrairement au paramètre évaluer précédemment (la différence totale de la couleur (ΔE*)), la peinture de finition E présente des très bons résultats au niveau de la variation de masse au cours de test de vieillissement.

À l'exception de la peinture D, où on a enregistré une augmentation de la variation de masse suite à l'ajout de la peinture de finition E, toutes les autres peintures ont présenté un comportement meilleur avec l'ajout de la peinture de finition E (Figures 3.31, 3.32 et 3.33).

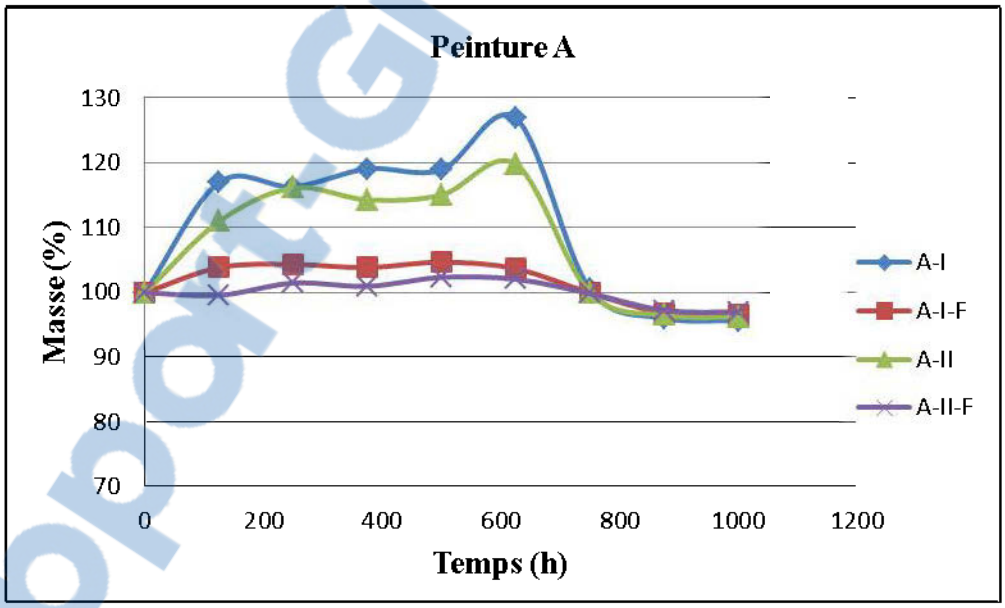

Figure 3.31 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture A aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (A-I et A-II : 1re et 2e couche de la peinture A ; A-I-f et A-II-f : 1re et 2e couche de la peinture A plus une couche de la peinture de finition).

Rapport-Gratuit.com

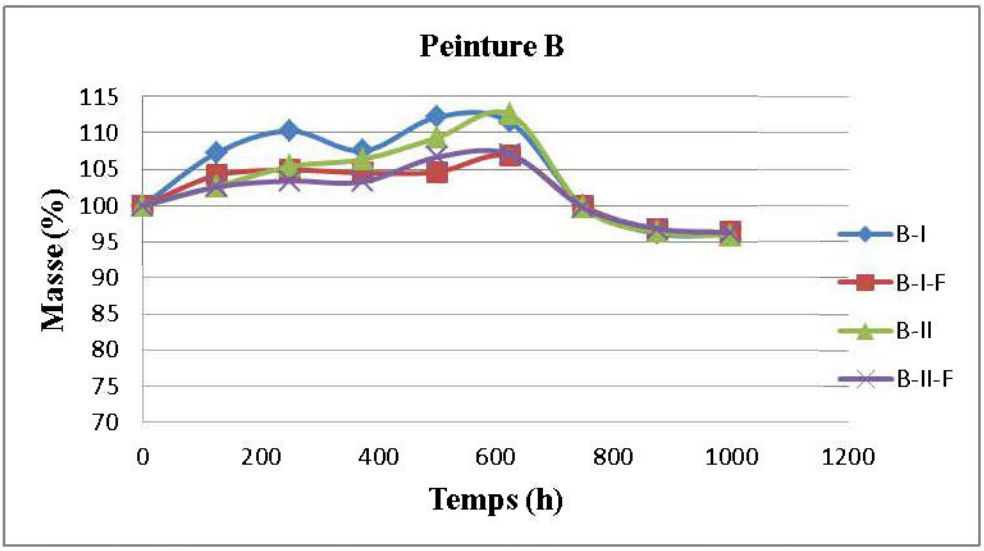

Figure 3.32 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture B aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (B-I et B-II : 1re et 2e couche de la peinture B ; B-I-f et B-II-f : 1re et 2e couche de la peinture B plus une couche de la peinture de finition).

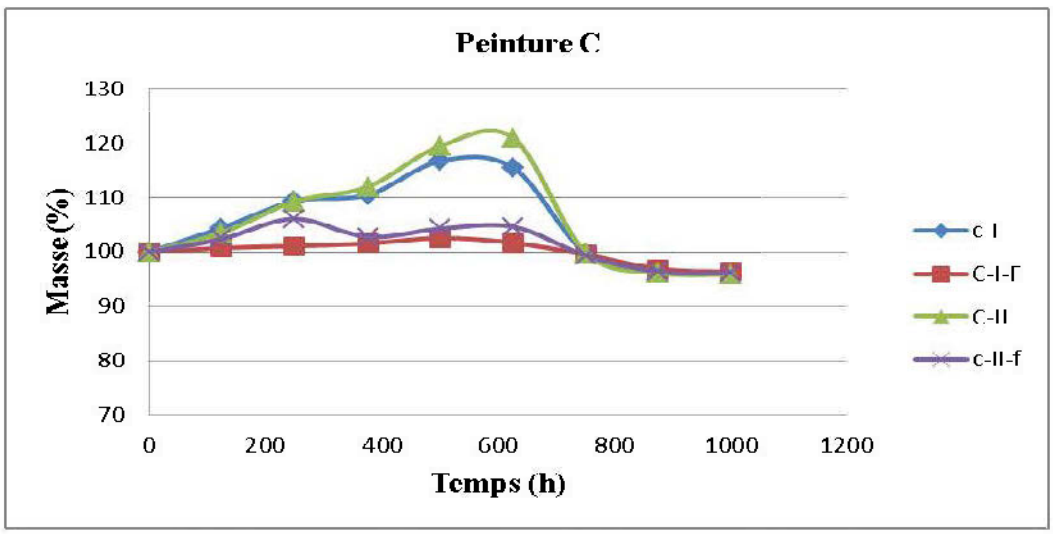

Figure 3.33 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture C aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition. (C-I et C-II : 1re et 2e couche de la peinture C ; C-I-f et C-II-f : 1re et 2e couche de la peinture C plus une couche de la peinture de finition).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Les deux paramètres mesurés dans ce test, à savoir la variation de la masse et la différence totale de la couleur (ΔE*) en fonction du temps d'exposition, montrent clairement que la peinture D ne présente aucune affinité chimique avec la peinture de finition E (Figure 3.30 et 3.34). À titre de comparaison entre les quatre peintures intumescentes appliquées dans cette étude, en termes de stabilité massique face aux intempéries et l'efficacité de la peinture de finition E ajoutée à cet effet, la figure 3.35 représente les résultats obtenus de la variation de la masse à 500h d'exposition lors du test de vieillissement accéléré. La ligne noire correspond au pourcentage de la masse initiale des peintures (zéro exposition). Le graphique montre que la totalité des peintures a subi un léger changement de ce paramètre à cette heure d'exposition (500h). Si l'on exclut les traitements associés à la peinture D, dans laquelle on n'a enregistré un changement de la variation de la masse à la suite de l'ajout de la peinture de finition E, tous les autres traitements proposés (A, B, C) ont été nettement améliorés avec l'application de la 1re couche de la peinture de finition E, notamment les deux peintures A et C aux grammages A-II-Fet C-I-F respectivement.

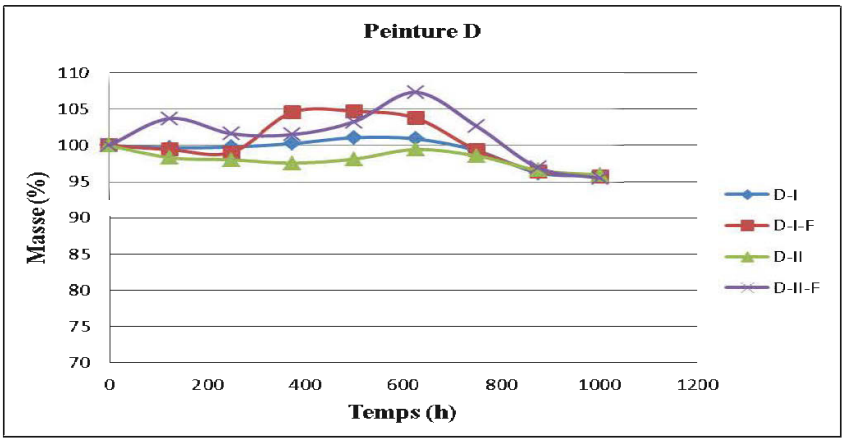

Figure 3.34 : La variation de la masse (%) en fonction du temps d'exposition de la peinture D aux différents grammages appliqués avec et sans peinture de finition (D-I et D-II : 1re et 2e couche de la peinture D ; D-I-f et D-II-f : 1re et 2e couche de la peinture D plus une couche de la peinture de finition).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

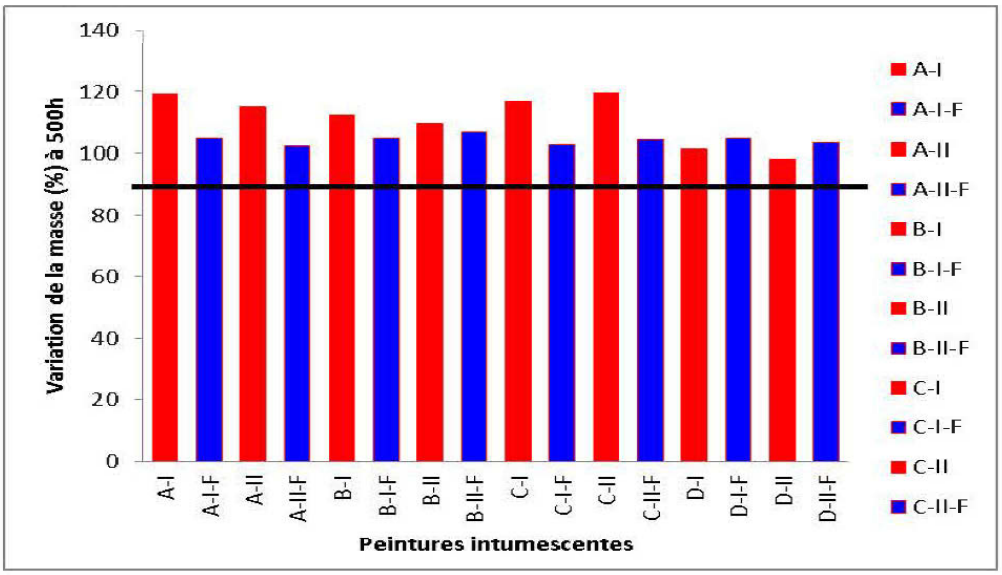

Figure 3.35 : Variation de la masse (%) à 500h d'exposition des quatre peintures intumescentes à différents grammages appliqués (A-I et A-II : 1re et 2e couche de la peinture A ; B-I et B-II :1er et 2e couche de la peinture B ; C-I et C-II : 1re et 2e couche de la peinture C ; D-I et D-II : 1re et 2e couche de la peinture D ; F : 1re couche de la peinture de finition E ajoutée).

3.6) Relations entre les tests d'analyses thermiques et de résistance au feu:

Plusieurs chercheurs ont porté un intérêt spécial à la possibilité de mettre en relation les différents tests thermiques (Jimenez et al. 2006b). Dans une étude sur les formulations polystyrène/systèmes intumescents, Lu et Wilkie (2010) ont trouvé une forte relation entre la masse résiduelle à 600 °C relevée sur les courbes thermogravimétriques, et la réduction du taux de chaleur dégagée maximal (PHRR) obtenu sur le calorimètre à cône. Plus récemment, Pedieu et al. (2011) ont traité les lamelles de bois par la méthode d'imprégnation. Cette dernière a été effectuée dans différentes solutions contenant un mélange de bicarbonate, de sodium et de borate de sodium à différentes proportions. Les propriétés ignifuges des panneaux produits ont été évaluées dans deux tests, à savoir le tunnel à deux pieds et d'analyse

thermogravimétrique (TGA). Les auteurs mentionnent que les panneaux ayant présenté la meilleure résistance à la propagation des flammes ainsi que la plus faible perte de masse ont été ceux avec les lamelles traitées dans la solution ayant la plus grande quantité de bicarbonate et de borate de sodium. Ils ont aussi constaté que la perte de masse obtenue par le tunnel à deux pieds et celle obtenue par l'analyse thermogravimétrique (TGA) a présenté la même tendance pour les différents types de panneaux testés.

Afin de répondre à l'un de nos objectifs spécifiques, à savoir l'élaboration des procédures de contrôle de qualité appropriées aux revêtements intumescents, nous avons réservé ce chapitre pour tenter de mettre en relation les différentes propriétés thermiques mesurées par le même test, et une possibilité d'avoir une relation entre les différents tests utilisés dans cette étude.

Il est à noter que dans notre cas, nous supposons que les taux de recouvrement utilisés pour les échantillons dans le test du tunnel à deux pieds et le calorimètre à cône (120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2) correspondraient respectivement à 25%, 50% et 75% en proportion massique de revêtement dans les mélanges peintures/bois lors des analyses thermiques (TGA et DSC).

3.6.1) Relation entre la propagation de la flamme et la consumation du panneau mesurées dans le test du tunnel à deux pieds.

La figure 3.36 représente la relation entre les deux paramètres mesurés lors du test du tunnel à deux pieds, à savoir l'indice de propagation de la flamme et la consumation du panneau (perte de masse). On remarque que la propagation de la flamme augmente avec l'augmentation de la consumation du panneau. La tendance est linéaire avec un coefficient de détermination $R^2 = 0,98$.

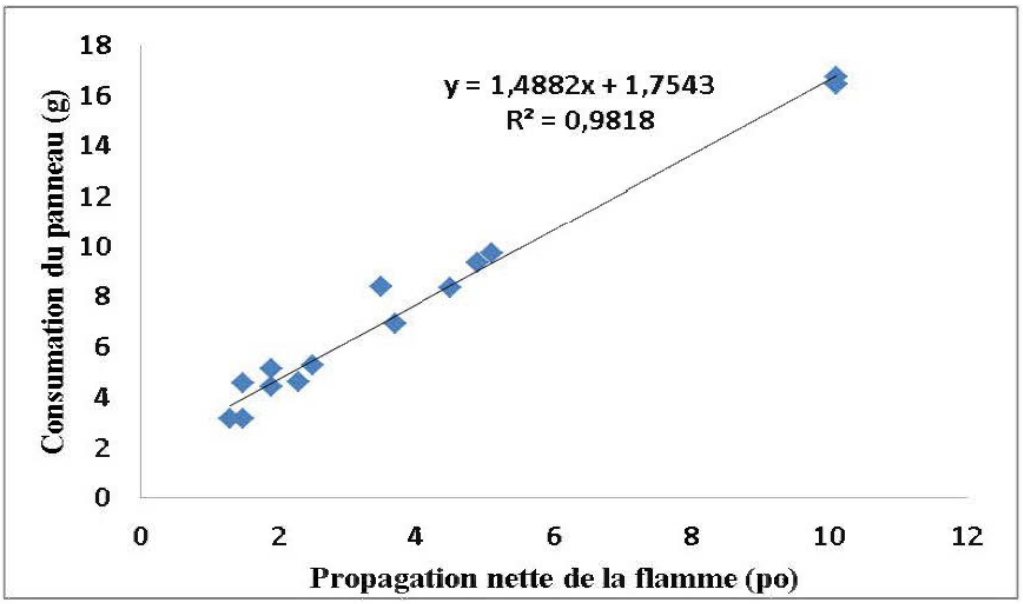

Figure 3.36 : Relation entre la propagation de la flamme et la consumation du panneau, mesurées dans le test du tunnel à deux pieds.

3.6.2) Relation entre les paramètres mesurés par les deux tests de caractérisation thermique (TGA et DSC).

La relation entre la masse résiduelle à 600 °C et l'augmentation du pic endothermique (enthalpie) relevés sur les courbes thermogravimétriques (TGA) et calorimétriques (DSC) est illustrée dans la figure 3.37. Cette dernière montre une analogie de comportement entre les deux paramètres avec un coefficient de détermination R^2 de 0,80.

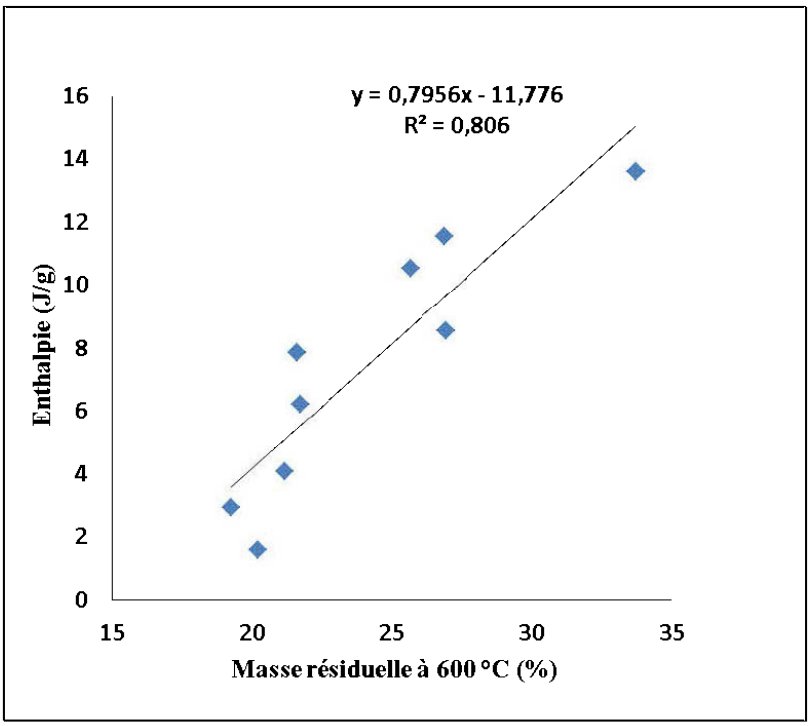

Figure 3.37 : Relation entre la masse résiduelle à 600 °C (TGA) et l'augmentation de l'enthalpie des pics endothermiques (DSC).

3.6.3) Relation entre les paramètres mesurés par les deux tests au feu et le test de caractérisation thermique TGA.

Les deux tests au feu, à savoir le tunnel à deux pieds et le cône calorimètre, sont reconnus comme les deux principaux tests représentatifs d'un feu. Cependant, ce sont des tests destructifs et relativement longs comparativement aux deux tests de caractérisation thermique TGA et DSC.

La figure IV-3 illustre la relation entre la masse résiduelle à 600 °C relevée sur les courbes thermogravimétriques et le taux de chaleur maximal dégagée (PHRR) obtenu sur le calorimètre à cône. La figure IV-4 représente la relation entre la masse résiduelle à 600 °C relevée sur les courbes thermogravimétriques et la consumation du panneau mesurée lors du test du tunnel à deux pieds.

Les trois tests (le tunnel à deux pieds, le cône calorimètre et la TGA) utilisés dans cette étude ont tous montré que la stabilité thermique des peintures intumescentes proposées augmente avec l'augmentation du taux du recouvrement. Dans le cadre de mettre en relation ces tests, les deux figures 3.39 et 3.40 montrent une grande fluctuation au niveau des résultats trouvés des quatre peintures présentées. Cela est dû principalement à la difficulté de reproduire le même grammage (120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2) pour les différents tests utilisés, notamment, les deux tests de caractérisation thermique TGA et DSC, où on a appliqué les revêtements sous forme de mélanges peinture/bois. Par contre les deux peintures C et D présentées seules dans la figure 3.39, présente une relation significative entre la masse résiduelle à 600 °C relevée sur les courbes thermogravimétriques et le taux de chaleur maximale dégagée (PHRR). La tendance est linéaire avec un coefficient de détermination R^2 de 0,97.

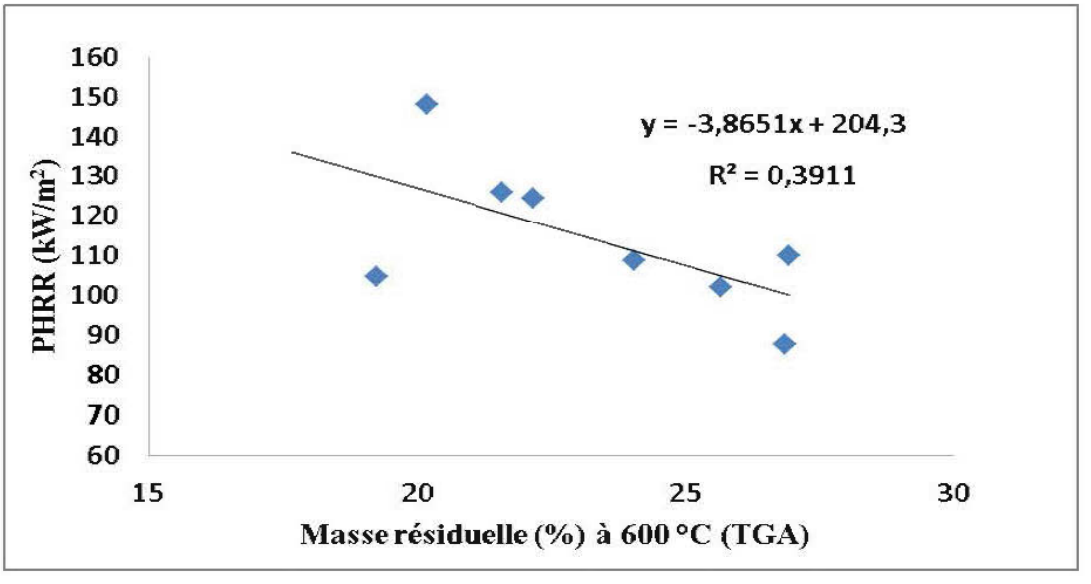

Figure 3.38 : Relation entre la masse résiduelle à 600oC (TGA) et le taux de chaleur maximal dégagée (PHRR) des quatre peintures

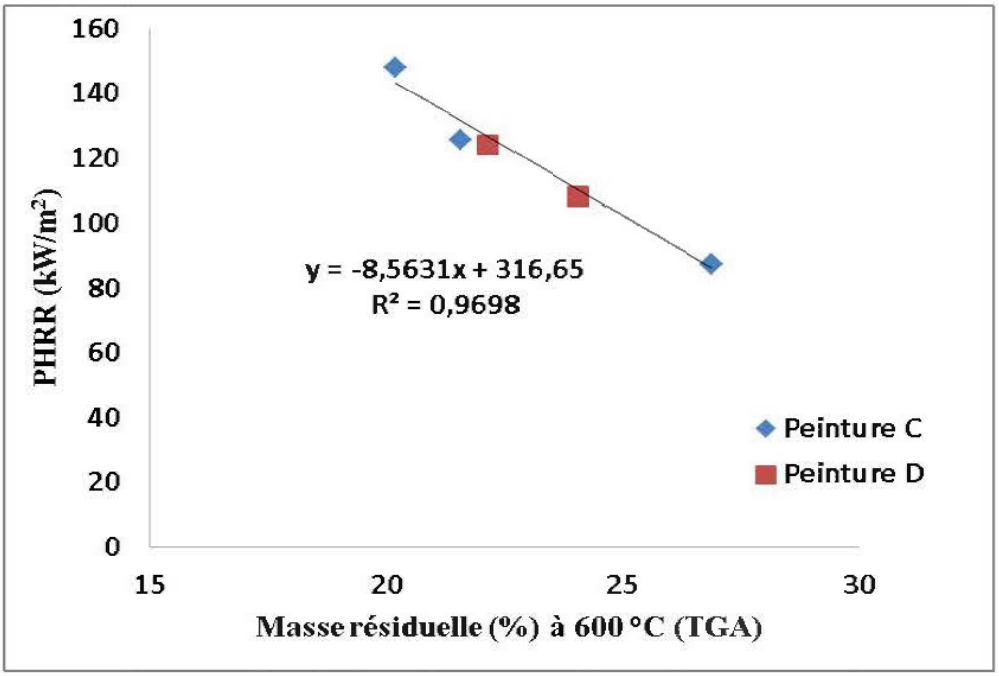

Figure 3.39 : Relation entre la masse résiduelle à 600oC (TGA) et la consommation du panneau (tunnel à deux pieds) des peintures C et D.

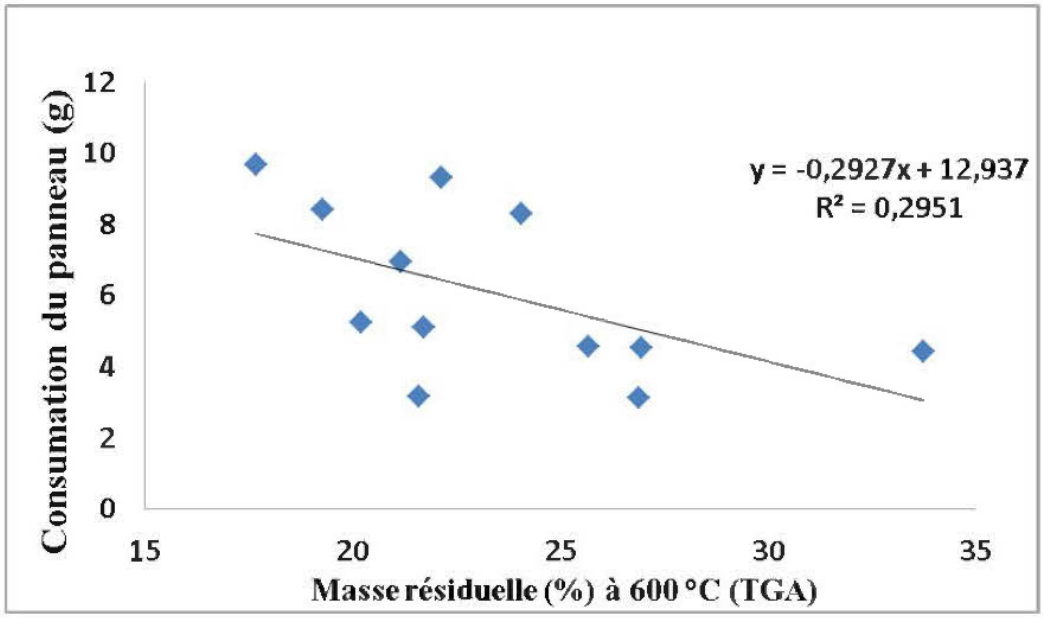

Figure 3.40 : Relation entre la masse résiduelle à 600oC (TGA) et la consumation du panneau (tunnel à deux pieds).

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Ce projet visait à évaluer les propriétés ignifuges des revêtements intumescents déjà existants sur le marché. Plus spécifiquement, les objectifs de cette étude étaient :

- L'identification des revêtements intumescents efficaces.
- L'élaboration des procédures de contrôle de qualité appropriées aux revêtements intumescents.
- L'évaluation de comportement des revêtements face aux intempéries.

À cet effet, quatre peintures intumescentes nommées (A, B, C, D) ont été sélectionnées et appliquées sur les surfaces des panneaux LVL, à trois niveaux de grammage (120g/m^2, 240g/m^2, 360g/m^2). Afin d'améliorer leur comportement face aux intempéries, une cinquième peinture (E) est également ajoutée et évaluée dans le test de vieillissement accéléré. Pour atteindre les objectifs, on a utilisé deux tests au feu destructifs (tunnel à deux pieds et le colorimètre à cône) et deux tests de caractérisation thermique (TGA et DSC). Ces tests ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- Les quatre revêtements étudiés (A, B, C, D) ont permis d'améliorer considérablement les propriétés ignifuges des panneaux LVL.
- Les paramètres mesurés dans le test du tunnel à deux pieds (la perte de masse et l'indice de propagation de la flamme) et ceux obtenus dans les tests de caractérisation thermique (TGA et DSC), ajouté à la quantité de chaleur totale dégagée (THR) obtenue lors du test du calorimètre à cône ont tous démontré que la stabilité thermique des revêtements augmente avec l'augmentation du taux de recouvrement pour la plupart des traitements proposés.

- Les revêtements intumescents A, B et C ont présenté de meilleures propriétés ignifuges par rapport au revêtement D.

- Les résultats obtenus dans le test de tunnel à deux pieds (la perte de masse et la propagation de la flamme) démontrent l'inutilité de l'application de la troisième couche pour la majorité des revêtements étudiés.

- L'analyse de la toxicité des fumées réalisée sur le test du calorimètre à cône, à l'exception de la peinture D avec un grammage de 127,05 g/m^2, indique que tous les traitements proposés ont tendance à faire baisser la quantité totale de fumée dégagée (TSR) durant la combustion, comparativement à l'échantillon de référence.

- Les paramètres relevés sur les courbes thermogravimétriques (TGA) démontrent que les traitements proposés possèdent une température de début de dégradation inférieure à celle du bois non-traité. De plus, elle diminue avec l'augmentation du taux de recouvrement pour la totalité des peintures intumescentes. Les peintures A, B et C ont présenté des températures de début de dégradation plus basse que la peinture D, ce qui explique leur efficacité, car ce paramètre représente une étape-clé dans la formation de la couche protectrice.

- Si on exclut les traitements associés à la peinture D, auxquels on n'a enregistré aucun changement dans les courbes DSC, les autres traitements ont présenté des pics endothermiques significatifs, ce qui implique que les peintures A, B et C favorisent la formation de la couche protectrice (charbon).

- Les résultats du test de vieillissement accéléré démontrent que l'ajout de la peinture de finition E n'a pas eu d'influence sur l'amélioration du comportement face aux intempéries de la peinture D, ce qui veut dire qu'elle ne

Rapport-Gratuit.com

présente pas d'affinité chimique avec cette peinture. Contrairement à cette dernière, la peinture de finition E à considérablement amélioré le comportement de revêtement B au niveau de la variation de couleur et la stabilité de masse. Également elle a largement amélioré la stabilité de masse des revêtements A et C.

Finalement, afin de répondre à l'un de nos objectifs spécifiques, à savoir l'élaboration des procédures de contrôle de qualité appropriées aux revêtements intumescents, on a tenté d'avoir une relation entre les différentes propriétés thermiques mesurées sur le même test et une possibilité d'avoir une relation entre les différents tests utilisés dans cette étude. L'analyse des différents paramètres obtenus dans ces tests ont montré que :

- Les deux paramètres mesurés lors du test de tunnel à deux pieds, à savoir l'indice de propagation de la flamme et la consumation du panneau (perte de masse) présentent une tendance linéaire avec un coefficient de détermination $R^2 = 0,98$. Un comportement similaire est observé entre la masse résiduelle à 600 °C (TGA) et l'augmentation du pic endothermique (DSC) avec un coefficient de détermination $R^2 = 0,80$.

- Contrairement aux autres traitements proposés dans cette étude, les deux peintures C et D ont montré une forte relation entre l'analyse thermogravimétrique et le test du calorimètre à cône avec un coefficient de détermination $R^2 = 0,97$.

Par ailleurs, les résultats de l'étude ont une application concrète sur la sélection des meilleurs revêtements intumescents ainsi que le grammage requis pour assurer une protection efficace contre le feu pour le bois d'ingénierie. En effet, il est recommandé d'appliquer seulement 2 couches de peintures intumescentes pour atteindre une protection maximale par cette alternative.

Plusieurs perspectives et pistes peuvent être envisagées dans le cadre des travaux futurs de ce projet. Il serait intéressant par exemple de revoir d'autres techniques d'application des revêtements pour les tests thermogravimétriques (TGA) et calorimétriques (DSC), afin de reproduire le même grammage que le test du tunnel à deux pieds et le calorimètre à cône, étant donné que ces derniers sont des tests destructifs et relativement longs, une corrélation entre ces tests sera une alternative pertinente. Également, plusieurs méthodes peuvent être employées pour approfondir la compréhension des mécanismes d'ignifugation, comme l'infrarouge à transformer de Fourrier (IRTF) et la microscopie électronique à balayage (MEB).

Finalement, il serait pertinent d'examiner la variation des propriétés mécaniques du bois d'ingénierie après les essais de résistance au feu.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

BIBLIOGRAPHIE

Association du panneau structural. 2006. Étude de la propagation de la flamme. Bulletin Technique. TB500F, 2 pages, Document en ligne : http://osbguide.tecotested.com/pdfs/fr/tb500f.pdf consulté le 14 juin 2013.

ASTM D 3806-98. 2001. Standard test method of small-scale evaluation of fire-retardant paints (2-foot tunnel method). Pages 420-424 dans ASTM annual book of standards, 06.01. West Conshohocken, PA: 420–424.

ASTM E 84-01. 2001. Standard test method for surface burning characteristics of building materials. ASTM International, West Conshohocken, PA.

ASTM E1354-11b. 2011. Standard Test Method for Heat and Visible Smoke Release Rates for Materials and Products Using an Oxygen Consumption Calorimeter. ASTM International, West Conshohocken, PA.

ASTM G 155–00. 2000. Standard Practice for Operating Xenon Arc Light Apparatus for Exposure of Non-Metallic Materials1. ASTM International, West Conshohochen, PA.

Atreya, A. 1983. Pyrolysis, Ignition and Fire Spread on Horizontal Surfaces of Wood. Thèse de doctorat, Harvard University, Cambridge MA, 419 pages.

Babrauskas, V. 2000. Fire test methods for evaluation of fire-retardant Efficacy. Pages 82-100 dans Fire retardancy of polymeric materials. Édité par Grand, A.F., Wilkie, C.A. 2000, Marcel Dekker, Inc.

Baljinder, K.K., Horrocks, A.R. 1996. Complex char formation in flame-retarded fire-intumescent combinations-II thermal analytical studies. Polymer Degradation and Stability, 54:289–303.

Baysal, E., Sonmez, A., Colak, M., Toker, H. 2006. Amount of leachant and water absorption levels of wood treated with borates and water repellents. Bioresource Technology, 97:2271-2279.

Bourbigot, S., Duquesne, S., Leroy, J. M. 1998. Modeling of heat transfer of a polypropylene-based intumescent system during combustion. Journal of Fire sciences 17(1): 42-56.

Bourbigot, S., Le Bras, M., Delobel, R., Bréant, P., Trémillon, J.-M. 1996a. 4A Zeolite synergistic agent in new flame retardant intumescent formulations of polyethylenic polymers - Study of the constituent monomers. Polymer Degradation and Stability, 54:275–283.

Bourbigot, S., Le Bras, M., Duquesne, S., Rochery, M. 2004. Recent advances for intumescent polymers. Macromolecular Materials and Engineering, 289:499-511.

Bourbigot, S., Le Bras, M., Trémillon, J.-M., Bréant, P., Delobel, R. 1996b. Zeolites: New synergistic agents for intumescent thermoplastic formulations—Criteria for the choice of the zeolite. Fire and Materials 20(3):145–158.

Bowyer, J.L., Haygreen, J.G. et Shmulsky, R. 2005. Le bois et ses usages. Centre collégial de développement de matériel didactique (CCDMD), Cégep de Sainte-Foy. Traduction de la 4e édition: Forest Products and Wood Science, 522 pages

Broido, A., Weinstein, M. 1970. Thermogravimetric analysis of ammonia-swelled cellulose. Combustion Science and Technology 1:243-251.

Bryan, K.M. 1998. Computational modeling of wood combustion. Thèse de doctorat, University of Wisconsin–Madison, 412p.

Buda, F. 2006. Mécanismes cinétiques pour l'amélioration de la sécurité des Procèdes d'oxydation des hydrocarbures. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France, 269 pages.

Cai, X., B. Riedl, T. Zhang., H. Wan. 2007a. Effects of nanofillers on water resistance and dimensional stability of solid wood modified by melamine-urea-formaldehyde resin. Wood and Fiber Science, 39(2):307-318.

Cai, X., B. Rield, T. Zhang., H. Wan. 2007b. Formation and properties of nanocomposites made up from solid aspen wood, melamine-urea-formaldehyde, and clay. Holzforschung, 61(2):148-154.

Camino, G., Costa, L., Trossarelli, L. 1985. Study of the mechanism of intumescence in fire retardant polymers: Part V-Mechanism of formation of gaseous products in the thermal degradation of ammonium polyphosphate. Polymer Degradation and Stability, 12:203-211.

Camino, G., Costa, L., Martinasso, G. 1989. Intumescent fire retardant systems. Polymer Degradation and Stability, 23: 359–376.

Canosa, G., Alfieri, P.V., Giudice, C.A. 2012. Hybrid intumescent coatings for wood protection against fire action. Industrial and Engineering Chemistry Research, 50: 11897-11905.

Chaala, A. 2007. Baisse de l'émission de formaldéhyde dans les usines de panneaux de particules par modification du liant des particules, Rapport R-528, Montréal, IRSST, 59 pages.

Chrisment, A., 1997. Couleur et colorimétrie. Éditions 3C Conseil : 30.Paris, France.

Chuang, C.S., Tsai, K.C., Wang, M.K., Ou, C.C., Ko, C.H., Shiau, I.L. 2008. Effects of intumescent formulation for acrylic-based coating on flame-retardancy of painted red lauan (*Parashorea spp.*) thin plywood. Wood Science and Technology, 42:593-607.

Drevelle, C., Duquesne, S., Le Bras, M., Lefebvre, J., Delobel, R., Castrovinci, A., Magniez, C., Vouters, M. 2004. Influence of ammonium polyphosphate on the mechanism of thermal degradation of an acrylic binder resin. Journal of Applied Polymer Science, 94:717–729.

Duquesne, S. 2001. Étude des procédés d'ignifugation de substrats polymères par revêtements intumescents. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille-1, Lille, France, 206 pages.

Duquesne, S., Magnet, S., Jama, C., Delobel, R. 2004. Intumescent paints: fire protective coatings for metallic substrates. Surface and Coatings Technology 180 –181 :302–307.

Feng, M., Wang, X.-M. 2008. Improving Fire Resistance of Structural Wood Adhesives with Chemical Modifications and Nanotechnology. Annual Progress Report. Federal Investment in Forest Sector Innovation-Transformative Technologies. Project No.5912A2. FPInnovations – Forintek Division.

Friederich, B. 2011. Développement de nouveaux systèmes retardateurs de flammes à base de nanocomposites plus respectueux de l'environnement. Thèse de doctorat. École Doctorale Énergie, Mécanique et Matériaux (EMMA). Université Paul Verlaine de Metz, France, 202 pages.

Fung, D.P.C., Tsuchiya, Y., Sumi, K. 1972. Thermal degradation of cellulose and levoglucosan. Effect of inorganic salts. Wood Science 5(1):38–43.

Govin, A. 2004. Aspects physico-chimique de l'interaction bois-ciment : Modification de l'hydratation du ciment par le bois. Thèse de doctorat. École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, France, 202 pages.

Gu, J.W., Zhang, G.C., Dong, C.L., Zhang, Q.Y., Kong, J. 2007. Study on preparation and fire-retardant mechanism analysis of intumescent flame-retardant coatings. Surface Coating and Technology, 201: 7835-7841.

Harrington, J.J. Hierarchical modelling of softwood hygro-elastic properties. 2002. Thèse de doctorat, University of Cantenbury, Christchurch, New Zealand, 296 pages.

Holland, B.J., Hay, J.N. 2001. The kinetics and mechanisms of the thermal degradation of poly(methyl methacrylate) studied by thermal analysis-Fourier transform infrared spectroscopy. Polymer 42(11): 4825-4835.

Huggett, C. 1980. Estimation of Rate of Heat Release by Means of Oxygen Consumption Measurements. Fire and Materials, 4: 61-65.

Janssens, M. 2010. Fundamentals of Fire Testing and What Tests Measure. Pages 350-385 dans: Wilkie, C.A., Morgan, A.B. Fire Retardancy of Polymeric Materials. CRC Press, Taylor and Francis Group.

Jimenez, M., Duquesne, S., Bourbigot, S. 2006a. Intumescent fire protective coating: Toward a better understanding of their mechanism of action. Thermochimica Acta, 449: 16–26.

Jimenez, M., Duquesne, S., Bourbigot, S. 2006b. Multiscale experimental approach for developing high-performance intumescent coating. Industrial and Engineering Chemistry Research, 45: 4500-4508.

Joseleau, J.P. 1980. Les hémicelluloses, Polyméres végétaux, Edition monties. Bordas: 87-121.

Ju, J., Feng, M., Wang, X.-M., Gao, Z. 2009b. Development of Heat-Resistant Polyurethane Structural Wood Adhesives. In: Internal Conference on Wood Adhesives: 28-20. Lake Tahoe, Nevada, USA.

Kartal, S.N., Yoshimura, T., Imamura, Y. 2004. Decay and Termite Resistance of Boron-treated and Chemically Modified Wood by in situ Co-polymerization of Allyl glycidyl ether (AGE) with Methyl methacrylate (MMA), International Biodeterioration & Biodegradation. 53:111–117.

Koleske, J.V. 1995. Paint and Coating Testing Manual. ASTM Manual Series MNL17, 14e edition. Color and lignt, by Fred W. Billmeyer, Jr. And Harry K. Hammond III (chapter 40).

Kozlowski, R., Wesolek, D., Wladyka-Przybylak, M., Duquesne, S., Vannier, A., Bourbigot, S., Delobel, R. 2007. Intumescent flame-retardant treatments for flexible barriers. Multifunctional Barriers for Flexible Structure Materials Science, 97:39-61.

Laoutid, F., Bonnaud, L., Alexandre, M., Lopez-Cuesta, J.-M., Dubois, Ph. 2009. New prospects in flame retardant polymer materials: From fundamentals to nanocomposites. Materials Science and Engineering R, 63:100-125.

Le Bras, M., Bourbigot, S. 1996. Mineral fillers in intumescent fire retardant formulations Criteria for the choice of natural clay, filler for the ammonium polyphosphate/pentaerythritol. Fire Mater. 20:39-49.

Lee, H.-L., Chen, G.C., Rowell, R.M. 2000. Chemical Modification of Wood to Improve Decay and Thermal Resistance, in Proceedings of the 5th Pacific Rim Biobased Composites Symposium, Canberra, Australia.

Levchik, S.V., Camino, G., Costa, L., Levchik, G.F. 1995. Mechanism of action of phosphorus-based flame retardants in nylon 6. I. Ammonium polyphosphate. Fire Mater. 19:1–10.

Levchik, S.V., Levchik, G.F., Camino, G., Costa, L., Lesnikovich, A.I. 1996. Mechanism of action of phosphorus-based flame retardants in nylon 6. III. Ammonium polyphosphate/manganese dioxide. Fire Mater. 20:183–190.

Lewin, M. 1997. Flame Retarding Wood by Chemical Modification with Bromate-bromide Solutions. Journal of Fire Science. 15:29–51.

Lewin, M. 2005. Unsolved problems and unanswered questions in flame retardance of polymers. Polymer Degradation and Stability, 88:13–19.

Li, G., Liang, G., He, T., Yang, Q., Song, X. 2007. Effects of EG and $MoSi_2$ on thermal degradation of intumescent coating. Polymer Degradation and Stability, 92:569–579.

Li, G., Yang, J., He, T., Wu, Y., Liang, G. 2008. An investigation of the thermal degradation of the intumescent coating containing MoO_3 and Fe_2O_3. Surface & Coatings Technology, 202:3121–3128.

Lindsay, C.I., Hill, S.B., Hearn, M., Manton, G., Everall, N., Bunn, A., Heron, J., Fletcher, I. 2000. Mechanisms of action of phosphorus based flame retardants in acrylic polymers. Polymer International, 49:1183–1192.

Marney, D.C.O., Russell, L.J. 2008. Combined Fire Retardant and Wood Preservative Treatments for Outdoor Wood Applications – A Review of the Literature. CSIRO, Manufacturing and Materials Technology, 37 Graham Road, P.O. Box 56, Highett, VIC, 3190, Australia. Fire Technology, 44, 1–14.

Matouk, A. 2012. Revêtements ignifuges pour des panneaux à lamelles orientées (OSB). Mémoire de la maîtrise en ingénierie. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Canada, 115pages.

Matuana L.M., Kamdem, D.P., Zhang, J. 2001. Photoaging and Stabilization of Rigid PVC/Wood-Fiber Composites. Journal of Applied Polymer Science, 80 :1943-1950.

Méziane, F. 2011. Propriétés thermiques des lamelles de bois traitées par des agents de retardement de feu. Mémoire de la maîtrise en ingénierie. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Canada, 111pages.

Neag, C.M. 1995. Coating characterization by thermal analysis: 841-864 dans Koleske J. V. 1995 Paint and Coating Testing Manuel. Gardner-Sward Handbook.

Panshin, A.J., De Zeeuw, C. 1980. Testbook of Wood Technology, 4e éd: 93-96. New York, Mc Graw-Hill.

Pedieu, R., Koubaa, A., Riedl, B., Wang, X., Deng, J. 2011. Fire-retardant properties of wood particleboards treated with boric acid. European Journal of Wood and Wood Products, 70:191–197.

Petrella, R.V. 1994. The assessment of full-scale fire hazards from cone calorimeter data. Journal of Fire Sciences, 12(1): 14-43.

Repellin, V. 2006. Optimisation des paramètres durée et température d'un traitement thermique du bois. Thèse de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 262pages.

Rhys, J.A. 1980. Intumescent coatings and their uses. Fire and Materials, 4: 154-156.

Rowell, M., Van-Green, S.L. 2005. Thermal properties. Pages 121-138 dans Rowell, M. editions. Handbook of wood chemistry and wood composites. Boca Raton, Floride, CRC press.

Samyn, F., Bourbigot, S., Duquesne, S., Delobel, R. 2007. Effect of zinc borate on the thermal degradation of ammonium polyphosphate. Thermochim. Acta 456:134–144.

Sell, J., W.C. Feist. 1986. United States and European finishes for weather-exposed wood - a comparison. Forest Products Journal 36(4): 37-41.

Shafizadeh, F. 1984. The chemistry of pyrolysis and combustion. Rowell, R.M. (Ed.). The Chemistry of Solid Wood. Advances in Chemistry Series, Number 207. Washington, DC: American Chemical Society. Chapter 13: 489–529.

Shafizadeh, F., Fu, Y.L. 1973. Pyrolysis of cellulose. Carbohydrate Research, 29:113-121.

Simkovic, I., Balog, K., Csomorová, K. 1995. Thermal degradation and thermooxidation of O-acetyl- (4-O-methyl-D-glucurono)-D-xylan and related derivatives. Holzforschung, 49(6):512-516.

Sjöström, E. 1993. Wood chemistry: Fundamentals and Applications. 2ième Édition, Academic Press, San Diego, 293 pages.

Slade, P. E. J., Jenkins, L. T. 1966. Techniques and Methods of Polymer Evaluation: Characterization and analysis of polymers by gas chromatography 2-42. New York: Marcel Dekker, Inc.

Stamm, A.J. 1956. Thermal degradation of wood and cellulose. Industrial and Engineering Chemistry, 48:413-417.

Stevanovic T., Perrin, D. 2009. Chimie du bois, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 256 pages.

Swoboda, B. 2007. Amélioration du comportement au feu de PET et d'alliages PET/PC recyclés. Thèse de doctorat, Université Montpellier II sciences et techniques du Languedoc, Montpellier, France, 270 pages.

Tang, W.K., Neill, W.K. 1964. Effect of flame retardants on pyrolysis and combustion of alpha-cellulose. Journal of Polymer Science 6 : 65-81.

Triboulot, M.C. 1993. Photostabilisation de la couleur du matériau bois. Thèse de doctorat, Université Nancy I, Nancy, France, 148 pages.

Vinden, P., Romero, F.J. 2002. Process for treating wood to protect from fungal decay, by applying boron based preservative and subjecting to moisture free

Rapport-Gratuit.com

environment to Produce boron and alcohol by-product on reaction with moisture in wood. International Patent Application No. PCT/AU2002/00781.

Wang, X.-M., Zhang, Y. 2009: Development of fire retardant composite panels. Progress Report. Canadian Forest Service (CFS) Project No.18, National Research Project No. 5764, FPInnovations – Forintek Division.

Wang, Z., Han, E., Liu, F., Ke, W. 2007. Thermal behavior of nano-TiO_2 in fire-resistant coating. Journal of Materials Science and Technology, 23(4):547-550.

Weiland, J., Guyonnet1, R., Gibert1, R. 1998. Analyse de la pyrolyse menagee du bois par un couplage TG DSC-IRTF. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 51(1): 265-274.

Wenhua, L. 2011. Modelling color changes in wood during conventional drying. Thèse de doctorat, Département des Sciences du Bois et de la Forêt Faculté de Foresterie, de Géographie et de Géomatique Université Laval Québec, Canada, 176 pages

White, R. H. 1979. Oxygen index evaluation of fire-retardant-treated wood. Wood Science, 12(2):113-121.

White, R.H., Dietenberger, M.A. 2010. Fire Safety of Wood Construction. Pages 18-1 à 18-22 dans Wood Handbook, Wood as an Engineering Material. FPL–GTR–190, Forest Products Laboratory. United States Department of Agriculture, Forest Service. Madison, Wiscon. Centennial Edition.

Wilkie, C. A., Morgan, A.B. 2010. Fire retardency of polymeric materials. 2ième edition, CRC Press, Taylor and Francis group, New York, 823 pages.

Wilkie, C.A. 2007. An introduction to the use of fillers and nanocomposites in fire retardancy. Chapter 1.3-15 in Le Bras et al. Edition. Fire retardancy of polymers: New Applications of mineral fillers. Royal Society of Chemistry, London, UK, 416 pages.

Wladyka-Przybylak, M., Kozlowski, R. 1999. The thermal characteristics of different intumescent coatings. Fire and Materials, 23:33-43.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Yucheng, P. 2008. Effects of high temperatures on adhesive bond durability and toxic chemical production for engineered wood products. Mémoire de maîtrise, Mississippi State University, 72pages.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES