



Ineris - 219921 - 2791447 - v2.0

25/03/2025

**Appui technique de l'Ineris à l'enquête du BEA-RI
ouverte suite à l'incendie survenu le 16 janvier 2023
au sein de la société highway Logistic France sur
son site de Grand-Couronne (76)**

BEA-RI

PRÉAMBULE

Le présent document a été réalisé au titre de la mission d'appui aux pouvoirs publics confiée à l'Ineris, en vertu des dispositions de l'article R131-36 du Code de l'environnement.

La responsabilité de l'Ineris ne peut pas être engagée, directement ou indirectement, du fait d'inexactitudes, d'omissions ou d'erreurs ou tous faits équivalents relatifs aux informations utilisées.

L'exactitude de ce document doit être appréciée en fonction des connaissances disponibles et objectives et, le cas échéant, de la réglementation en vigueur à la date d'établissement du document. Par conséquent, l'Ineris ne peut pas être tenu responsable en raison de l'évolution de ces éléments postérieurement à cette date. La mission ne comporte aucune obligation pour l'Ineris d'actualiser ce document après cette date.

Au vu de ses missions qui lui incombent, l'Ineris, n'est pas décideur. Les avis, recommandations, préconisations ou équivalent qui seraient proposés par l'Ineris dans le cadre des missions qui lui sont confiées, ont uniquement pour objectif de conseiller le décideur dans sa prise de décision. Par conséquent, la responsabilité de l'Ineris ne peut pas se substituer à celle du décideur qui est donc notamment seul responsable des interprétations qu'il pourrait réaliser sur la base de ce document. Tout destinataire du document utilisera les résultats qui y sont inclus intégralement ou sinon de manière objective. L'utilisation du document sous forme d'extraits ou de notes de synthèse s'effectuera également sous la seule et entière responsabilité de ce destinataire. Il en est de même pour toute autre modification qui y serait apportée. L'Ineris dégage également toute responsabilité pour chaque utilisation du document en dehors de l'objet de la mission.

Nom de la Direction en charge du rapport : Direction Incendie, Dispersion, Explosion

Rédaction : BORDES ARNAUD – LEROY GUILLAUME – CLAUDE THEO – BINOTTO GHISLAIN

Vérification : MARLAIR GUY; LECOCQ AMANDINE; GAYA CAROLINE; DELBAERE THIERRY; LESAGE JEROME; CHAUMETTE SYLVAIN; CLAUDE THEO; QUERON JESSICA; BINOTTO GHISLAIN; FRABOULET ISALINE; PAPIN ARNAUD; RABETTE CLEMENT, TRUCHOT BENJAMIN

Approbation : Document approuvé le 25/03/2025 par BOUET REMY

Liste des autres personnes ayant participé à l'étude : BERTHAUD MAXIME, ENGLER JEROME, CHESNAYE ALEXANDRA, LE LORE PIERRE-ALEXANDRE, CORRADO ANTHONY, OLLIER YANNICK, BERTRAND JEAN-PIERRE, DURUSSEL THIERRY, MANIA STEPHANE, BERTHELOT BRICE, KAROSKI NICOLAS, FUVEL VINCENT, EL MASRI AHMAD

Remerciements : BLUE SOLUTIONS pour la fourniture des modules et EC . CARLIER DANY (ICMCB) pour l'analyse RMN, Mössbauer et l'interprétation des analyses de résidus ; KONATE ADAMA (UTC) pour l'analyse DRX

Table des matières

1	Introduction	13
1.1	Déontologie	13
1.2	Contexte et objectifs	13
1.3	Structure du rapport.....	14
1.4	Description d'un module LMP	14
1.4.1	Electrochimie	14
1.4.2	Intégration en module	15
1.4.3	Protocoles et méthodes expérimentales	17
2	Choc/chute.....	19
2.1	Objectif et description du protocole d'essai	19
2.2	Résultats axe Y	20
2.3	Résultats axe Z.....	27
2.4	Discussions (extrapolation à une chute, ...).	35
3	Défaut interne	37
3.1	Essai clou	37
3.1.1	Objectif et description du protocole d'essai.....	37
3.1.2	Résultats	39
4	Autres hypothèses non testées.....	42
5	Conclusions de la recherche des causes probables.....	43
6	Essai de chauffe localisée	45
6.1	Objectif	45
6.2	Essai sur module	45
6.2.1	Instrumentation et protocole d'essai	45
6.2.2	Phase de chauffe avec les pads chauffants localisés	49
6.2.3	Pads chauffants mica.....	49
6.3	Essai sur EC.....	56
6.3.1	Instrumentation et protocole d'essai	56
6.3.2	Résultats	57
7	Comportement d'un module LMP exposé à un flux calibré (essai feu sur module).....	60
7.1	Objectif et description du protocole d'essai	60
7.2	Résultats	62
7.2.1	Observations	62
7.2.2	Caractéristiques thermiques de l'incendie	65
7.2.3	Estimation de l'émittance de flamme	70
7.3	Synthèse	71
8	Comportement d'une caisse de modules LMP prise dans un incendie (essai feu sur caisse).....	71
8.1	Objectif et description du protocole d'essai	71
8.2	Résultats	73
8.2.1	Observations	73
8.2.2	Caractéristiques thermiques de l'incendie	76

8.2.3	Estimation de l'émittance de flamme	83
8.3	Synthèse	83
9	Propagation de l'emballement thermique d'un module au sein d'une caisse (essai de propagation sur caisse)	84
9.1	Objectif et description du protocole d'essai	84
9.2	Résultats	86
9.2.1	Observations	86
9.2.2	Caractéristiques thermiques de l'incendie	89
9.2.3	Estimation de l'émittance de flamme	94
9.3	Synthèse	94
10	Influence du sprinklage sur l'incendie	95
10.1	Influence du sprinklage : essai de propagation caisse	97
10.1.1	Observations	97
10.1.2	Caractéristiques thermiques de l'incendie	100
10.1.3	Synthèse	106
10.2	Influence du sprinklage sur l'incendie : essai feu englobant sur caisse	107
10.2.1	Observations	107
10.2.2	Caractéristiques de l'incendie.....	110
10.2.3	Synthèse	116
10.3	Conclusions sur le sprinklage.....	117
11	Analyse des effluents gaz, particules et eaux d'extinction	119
11.1	Méthodes	119
11.2	Emissions gazeuses	121
11.2.1	Essai flux radiant sur module	121
11.2.2	Essai feu sur caisse (7 modules).....	125
11.2.3	Influence du sprinklage sur les émissions gazeuses : essai feu + sprinklage sur caisse.....	128
11.3	Emissions particulières	134
11.3.1	Particules dans les fumées	134
11.3.2	Suies projetées à proximité de l'échantillon (gaine d'extraction, parois et sol).....	141
11.4	Analyse des eaux d'extinction	150
12	Discussion.....	153
12.1	Comparaison avec un feu de batteries Li-ion.....	153
12.2	Scénario d'un feu d'entrepôt stockant des batteries LMP	155
12.2.1	Comparaison avec un feu de caisse « standard » (1510) et d'un feu de batteries Li-ion tel que discuté pour Flumilog.....	155
12.2.2	Evaluation des distances d'effets thermiques pour un incendie d'entrepôt	157
12.2.3	Analyse de la tenue des murs REI120.....	159
12.2.4	Analyse du besoin en désenfumage.....	161
12.2.5	Evaluation des effets toxiques aigües pour un incendie d'entrepôt.....	161
12.3	Synthèse des particularités d'un feu d'entrepôt stockant des batteries LMP	162
13	Observations préliminaires	164
14	Réactivité des résidus	166
14.1	Prélèvement	166

14.2	Evaluation préliminaire de la réactivité des résidus prélevés	166
14.3	Epreuve N.5 : Méthode d'épreuve pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables (ONU)	168
14.3.1	Phase 1	168
14.3.2	Phase 2	169
14.3.3	Phase 3	170
14.3.4	Phase 4	171
14.4	Analyse des gaz de réaction générés lors de l'ajout d'eau sur l'échantillon	173
14.5	Risques liés à l'émission de phosphine	174
14.6	Conclusions sur la réactivité des résidus	175
15	Caractérisation des résidus	176
16	Mécanismes réactionnels susceptibles de former de la phosphine	182
17	Conclusion générale	183
18	Annexes	187

Résumé

Le 16 janvier 2023, un incendie s'est déclaré au sein d'un entrepôt situé sur la commune de Grand-Couronne (76), qui abritait, selon l'exploitant plusieurs milliers de batteries de véhicules de type Lithium Métal Polymer (LMP).

Suite à l'incendie, le BEA-RI s'est saisi de l'enquête. Devant la quasi-absence de données disponibles dans la littérature sur la réactivité des batteries de type LMP, le BEA-RI a souhaité mobiliser l'Ineris (via une lettre de saisine datant du 22 mai 2024) pour évaluer le rôle qu'auraient joué les modules batteries dans l'occurrence et le développement de l'incendie.

L'Ineris a mis en œuvre une campagne d'essais permettant de mieux appréhender les causes et effets de la réaction de ces batteries. Blue Solutions a mis à disposition les échantillons nécessaires.

De manière générale, les essais menés ont permis d'appréhender le comportement des batteries LMP produites par Blue Solutions en situation abusive.

Au sujet des mode de défaillance, il ressort notamment que :

- Une chute ou un impact d'un module batterie stocké à température ambiante peut être à l'origine d'un emballement thermique. Une chauffe localisée visant à reproduire les effets d'un court-circuit interne amène également à une forte réactivité.

Vis-à-vis des mécanismes de propagation de l'incendie, il ressort notamment que :

- Peu de signes avant-coureurs sont observables avant que le module entre en réaction violente.
- Des jets de métal en fusion sont observés dès les premiers instants de la réaction et se poursuivent tout au long de la réaction. Ces jets sont potentiellement une source de propagation de l'incendie et/ou de danger envers les personnes ;
- Des températures très élevées sont observées (1615 °C), ce qui, en plus de jouer un rôle important sur le rayonnement thermique et donc la propagation, peut affecter la tenue des structures métalliques ou en béton ;
- Des coulées de métaux/résidus en fusion très chaudes sont observées et restent chaudes plusieurs minutes au sol. Cela favorise la propagation verticale (vers le bas) et horizontale, de la même manière qu'un feu de nappe le ferait en s'étalant au sol.
- Les paramètres de combustion ont pu être déterminés et comparés aux batteries de technologies Li-ion. Une différence sensible sur le débit calorifique (facteur 2 à 5) est observée à l'échelle module, expliquée à la fois par les propriétés intrinsèques de la technologie et par les choix d'ingénierie faits par Blue Solutions (absence de séparation physique entre les éléments du module d'énergie 7 kWh).

Au sujet de la dangerosité des substances émises, il ressort notamment que :

- Lors de la combustion des modules, des émissions de gaz importantes sont observées. Le mélange gazeux est en très large majorité composé de CO₂, issu de la combustion intense. Comme autres produits de combustion, du CO est mesuré (en quantité 30 fois inférieure) et du NO est détecté en quantités relativement faibles mais significatives. D'autres gaz et COV plus spécifiques sont détectés, on pourra citer notamment le méthane (CH₄), le fluorure d'hydrogène (HF), le dihydrogène (H₂), le dioxyde de soufre (SO₂) ainsi que des traces de benzène (C₆H₆), de propane (C₃H₈) et parfois de chlorure d'hydrogène (HCl). Parmi ces gaz, on peut noter la présence de gaz toxiques comme CO, HF et SO₂.
- Le mélange gazeux n'est pas inflammable.

Au sujet de l'extinction par aspersion d'eau, il ressort notamment que :

- Une extinction à eau, semble recommandable sur ce type de feu. S'il est clair qu'elle ne permettra pas d'éteindre un module en cours de réaction, elle peut permettre, dans certaines conditions de limiter la propagation de l'incendie. Aussi, une fois la phase intense de l'incendie terminée, il faut limiter les apports d'eau car ceux-ci contribuent à entretenir la réaction des résidus de combustion des batteries qui sont hydro réactifs et émettent des gaz toxiques et inflammables. Il est d'ailleurs recommandé de retenir les eaux d'extinction qui sont contaminées.
- L'aspersion d'eau modifie sensiblement le mélange gazeux. En effet, si celui-ci reste très largement composé de CO₂, les teneurs en certains gaz inflammables et/ou toxiques (CO, H₂, CH₄) augmentent sensiblement. Certains gaz toxiques ne sont plus détectés (HF, SO₂) tandis que de la phosphine (PH₃) également toxique a été détectée dans ces conditions.

Vis à vis de la protection des intervenants jusque dans les dernières heures de l'extinction, il ressort notamment que :

- Dans les dernières heures de l'extinction, les résidus de combustion sont réactifs et à même d'émettre des substances toxiques. Cela a des conséquences sur la protection des intervenants dans les dernières heures de l'extinction. L'analyse des résidus de combustion montre qu'ils sont hydroréactifs. Au contact de l'eau, ils produisent des émissions de chaleur et de gaz toxique/inflammable/pyrophorique tels que l'acétylène, la phosphine et du dihydrogène.

Table des figures

Figure 1 : Représentation schématique de l'assemblage d'une couche de cellule LMP Blue Solutions. Source site web Blue Solutions	15
Figure 2: Schéma simplifié (vue en coupe) de l'intérieur d'un module	15
Figure 3 : Dimensions d'un module LMP IT, communiquées par Blue Solutions.....	16
Figure 4 : Photographie des 6 faces d'un module LMP IT3.....	16
Figure 5 : Axes d'écrasement des modules	19
Figure 6 : Implantation des thermocouples et des fluxmètres pour les essais d'écrasement	20
Figure 7 : Données enregistrées durant l'essai d'écrasement axe Y.	24
Figure 8 : Données enregistrées durant la surveillance de l'essai d'écrasement axe Y.....	25
Figure 9 : Captures d'écrans de la caméra infra-rouge lors de l'essai et de la surveillance de l'essai d'écrasement axe Y.	26
Figure 10 : Photographies après essai (écrasement axe Y).....	27
Figure 11 : Données enregistrées durant l'essai d'écrasement sur l'axe Z	32
Figure 12 : Captures d'écrans de la caméra infra-rouge lors de l'essai d'écrasement axe Z.	33
Figure 13 : Température maximale enregistrée par la caméra thermique au niveau des EC.	34
Figure 14 : Photo après essai.....	34
Figure 15 : Extrapolation des résultats d'écrasement quasi statique à des énergies.....	35
Figure 16 : Variation de l'énergie en fonction de la hauteur de chute pour des masses de 40 et 280 kg	36
Figure 17 : Schémas de principe de l'assemblage d'EC testé lors de l'essai clou.....	37
Figure 18 : Photographies de l'assemblage d'EC et du spécimen en position de test.....	38
Figure 19 : Etapes du percement au clou	38
Figure 20 : position des thermocouples lors de l'essai clou	39
Figure 21 : Données enregistrées lors de l'essai de pénétration au clou	40
Figure 22 : Enregistrements des températures ; ensemble des thermocouples.....	41
Figure 23 : Extraits de la vidéo enregistrée lors de l'essai de pénétration au clou.....	41
Figure 24 : Extrait de la vidéo IR enregistrée lors de l'essai de pénétration au clou.....	42
Figure 25 : Implantation des pad chauffants	46
Figure 26 : Positionnement des thermocouples pour l'essai de chauffe localisée	46
Figure 27 : Disposition des fluxmètres lors de l'essai chauffe rapide localisée sur module	48
Figure 28 : Photos du module avant essai.....	48
Figure 29 : Températures mesurées par les thermocouples sur et à proximité des éléments chauffants localisés.....	49
Figure 30 : Températures mesurées par les thermocouples sur et à proximité des éléments chauffants en mica.....	50
Figure 31 : Extraits de la vidéo de l'essai de surchauffe par pad module.....	51
Figure 32 : Extraits de la vidéo thermique lors de l'essai de surchauffe par pad chauffant.....	52
Figure 33 : Enregistrements des températures de peau du module lors de l'essai de surchauffe par pad. Saturation des TCK à 1200°C	53
Figure 34 : Température enregistrée par le pyromètre en un point au milieu de la face supérieure du module. Saturation de l'instrument à 1600°C.....	54
Figure 35 : Tension du module lors de l'essai surchauffe par pad	54
Figure 36 : Valeurs de flux thermiques rayonnés enregistrés lors de l'essai surchauffe par pad module	55
Figure 37 : Photographie après essai	56
Figure 38 : Positionnement du pad chauffant et des thermocouples pour l'essai sur EC	56
Figure 39 : Montage expérimental de l'essai chauffe rapide localisée sur EC.....	57
Figure 40 : Extraits vidéo de la première chauffe n'ayant pas provoqué d'emballement thermique.....	57
Figure 41 : Données enregistrées lors de l'essai de chauffe externe rapide sur EC.....	58
Figure 42 : Extraits vidéo de la seconde chauffe après remplacement du pad chauffant	59
Figure 43 : Photographies du moyen d'essai	60
Figure 44 : Paramètres mesurés (températures, flux à l'intérieur de la virole) lors d'un essai à blanc .	61
Figure 45 : Implantation des thermocouples	61
Figure 46 : Montage expérimental de l'essai flux radiatif.....	62
Figure 47 : Extraits de la vidéo de l'essai flux thermique	63
Figure 48 : Captures d'écrans de la caméra infra-rouge lors de l'essai flux radiatif.....	64
Figure 49 : Photographies du montage après l'essai de flux radiatif.....	65

Figure 50 : Enregistrements des températures lors de l'essai flux radiatif	65
Figure 51 : Enregistrements des températures lors de l'essai flux radiatif (sélection de thermocouples)	66
Figure 52 : Enregistrements de la température effectuée par le pyromètre au centre de la face supérieure (proche des bornes).....	67
Figure 53 : Enregistrements de la tension du module lors de l'essai flux radiatif.....	67
Figure 54 : Enregistrements des flux thermiques	68
Figure 55 : Débit calorifique (HRR) calculé par CDG et OC lors de l'essai flux radiatif.....	69
Figure 56 : Chaleur de combustion calculée par CDG et OC lors de l'essai flux radiatif.....	70
Figure 57 : Montage expérimental de l'essai feu caisse	72
Figure 58 : Agencement des 7 modules dans la caisse	72
Figure 59 : Disposition des thermocouples et des fluxmètres.....	73
Figure 60 : Captures d'écran de la caméra infrarouge lors de l'essai feu caisse.....	74
Figure 61 : Captures d'écran de la vidéo lors de l'essai feu caisse.....	75
Figure 62 : Photos prises après l'essai feu caisse.....	76
Figure 63 : Données enregistrées lors de l'essai feu caisse.....	77
Figure 64 : Enregistrements de températures lors de l'essai feu caisse	77
Figure 65 : Température maximale (sur un pixel) enregistrée par la caméra thermique.....	78
Figure 66 : Extraction des températures moyennes (caméra IR) de chacune des faces des modules	79
Figure 67 : Flux radiatifs enregistrés par les fluxmètres lors de l'essai feu caisse.....	80
Figure 68 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de feu sur caisse	81
Figure 69 : Perte de masse et débit massique lors de l'essai feu caisse.	82
Figure 70 : Disposition des modules dans les caisses.	84
Figure 71 : Montage expérimental de l'essai propagation caisse	85
Figure 72 : Positionnement des thermocouples et des fluxmètres lors de l'essai propagation caisse..	85
Figure 73 : Captures d'écran de la vidéo infrarouge lors de l'essai propagation caisse. Attention, ne pas tenir compte des températures relevées (effet écran de la protection)	87
Figure 74 : Captures d'écran des caméras lors de l'essai de propagation caisse	88
Figure 75 : Photos après l'essai de propagation caisse	89
Figure 76 : Données enregistrées lors de l'essai propagation caisse	90
Figure 77 : Flux thermiques enregistrés lors de l'essai de propagation sur caisse.....	91
Figure 78 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de propagation caisse	92
Figure 79 : Evolution de la masse au cours de l'essai.....	93
Figure 80 : Implantation des thermocouples pour l'essai propagation caisse avec sprinklage	95
Figure 81 : Photos des montages « propagation caisse » et « feu caisse » pour les essais avec sprinklage.	96
Figure 82 : Schémas et photo du dispositif d'extinction.....	97
Figure 83 : Extraits de l'enregistrement vidéo lors de l'essai propagation caisse + sprinklage	98
Figure 84 : Extraits de l'enregistrement de la caméra IR lors de l'essai propagation caisse + sprinklage	99
Figure 85 : Données enregistrées (sélection) lors de l'essai propagation caisse + sprinklage.....	101
Figure 86 : Températures enregistrées par le thermocouple « sprinkler » (positionné à 5 m de haut) et par le thermocouple « bac feu » (positionné à 5 cm du bac feu, sous les caisses de modules)	102
Figure 87 : Température maximale (sur un pixel) enregistrée par la caméra thermique (haut) et température enregistrée par le pyromètre (bas). Les mesures de températures durant le sprinklage peuvent être affectées par la présence de gouttelettes d'eau entre le feu et l'objectif de la caméra.	103
Figure 88 : Enregistrements des tensions lors de l'essai propagation caisse + sprinklage.....	104
Figure 89 : Flux radiatifs enregistrés lors de l'essai propagation caisse + sprinklage.....	104
Figure 90 : Débit calorifique (calculé par OC) et débit d'eau appliqué lors de l'essai propagation caisse + sprinklage	105
Figure 91 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de propagation caisse + sprinklage	106
Figure 92 : Extraits de l'enregistrement de la caméra IR lors de l'essai feu caisse + sprinklage.....	108
Figure 93 : Extraits de l'enregistrement vidéo lors de l'essai feu caisse + sprinklage.....	109
Figure 94 : Données enregistrées (sélection) lors de l'essai propagation caisse + sprinklage.....	110
Figure 95 : Températures enregistrées par les thermocouples positionnés sous chacun des modules lors de l'essai feu caisse + sprinklage et Tensions enregistrées.....	111
Figure 96 : Température maximale (sur un pixel) enregistrée par la caméra thermique (haut) et température enregistrée par le pyromètre (bas).....	112

Figure 97 : Extraction des températures moyennes (caméra IR) de chacune des faces des modules	113
Figure 98 : Flux radiatifs enregistrés lors de l'essai feu caisse + sprinklage	114
Figure 99 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de feu caisse + sprinklage	115
Figure 100 : Schéma de principe de l'analyse de gaz/particules	119
Figure 101 : Support de prélèvement des particules à proximité de l'échantillon	121
Figure 102 : Réceptacles de collecte des eaux d'extinction	121
Figure 103 : Débit massique CO ₂ essai de flux radiatif module	123
Figure 104 : Débit massique CO essai de flux radiatif module	124
Figure 105 : Débit massique CH ₄ essai de flux radiatif module	124
Figure 106 : Débit massique H ₂ essai de flux radiatif module	125
Figure 107 : Débit massique HF essai de flux radiatif module	125
Figure 108 : Concentration volumique d'une sélection d'espèces dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse	128
Figure 109 : Concentration volumique en H ₂ O théorique et mesurée dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage	131
Figure 110 : Concentration volumique en CO ₂ dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage	132
Figure 111 : Concentration volumique d'une sélection d'espèces dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage	133
Figure 112 : Concentration volumique en PH ₃ dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage	134
Figure 113 : Diamètre médian et flux de particule mesuré par ELPI + (facteurs de dilution du diluteur et de la gaine pris en compte)	135
Figure 114 : Distribution granulométrique des particules lors de l'essai flux radiant sur module mesuré par ELPI +	135
Figure 115 : Observation MET du prélèvement MPS réalisé entre 20 et 40 s après que les premiers effets ne soient visibles lors de l'essai flux radiatif sur module	136
Figure 116 : Observation MET du prélèvement MPS réalisé entre 40 et 50 s après que les premiers effets ne soient visibles lors de l'essai flux radiatif sur module	136
Figure 117 : Analyse par fluorescence X des éléments-traces métalliques (ETM) lors de l'essai de flux radiant sur module	137
Figure 118 : Diamètre médian et flux de particules mesuré par ELPI + lors de l'essai feu caisse.....	139
Figure 119 : Distribution granulométrique des particules mesurées par ELPI+ lors de l'essai feu caisse	139
Figure 120 : Observation MET des prélèvements effectués lors de l'essai feu caisse. Prélèvement effectué en 10 s, 3 min après le début de réaction.....	140
Figure 121 : Résultats des analyses élémentaires des prélèvements réalisés sur les supports placés dans la chambre lors de l'essai flux radiant module	142
Figure 122 : Analyses des PCDD/F et PCB sur les supports de prélèvement lors de l'essai flux radiatif module.....	142
Figure 123 : Traceurs PCB et PCDD/F analysés lors de l'essai flux radiant module	143
Figure 124 : Résultats des analyses élémentaires des prélèvements réalisés sur les supports placés dans la chambre lors de l'essai feu caisse.....	144
Figure 125 : Analyses des PCDD/F et PCB sur les supports de prélèvement lors de l'essai feu caisse.	145
Figure 126 : Traceurs PCB et PCDD/F analysés lors de l'essai feu caisse.....	145
Figure 127 : Résultats des analyses élémentaires des prélèvements réalisés sur les supports placés dans la chambre lors de l'essai feu caisse + sprinklage	147
Figure 128 : Analyse des PCB et PCDD/F lors de l'essai feu caisse + sprinklage	147
Figure 129 : Traceurs PCB et PCDD/F analysés lors de l'essai feu caisse + sprinklage	148
Figure 130 : Analyse des PCDD/F and PCB dans les eaux d'extinction	151
Figure 131 : Débit calorifique libéré par type de cellule et format	154
Figure 132 : Comparaison entre le débit calorifique émis par une palette 1510 et celui émis par une caisse de 7 modules LMP	156
Figure 133 : Débit calorifique émis par une palette de modules LMP	157
Figure 134 : Distances d'effets calculées avec le logiciel Flumilog – à gauche, pour un stockage 1510, à droite pour un stockage de modules LMP	158
Figure 135 : Puissance calculée pour les 2 cas traités.....	159

Figure 136 : Courbe ISO834]	160
Figure 137 : Comparaison entre la courbe ISO834 et la température d'agression issue de l'incendie de caisses de modules LMP	161
Figure 138 : Photographies des résidus d'essais	164
Figure 139 : Extraits vidéo où l'inflammation de résidu au contact du sol humide est visible	164
Figure 140 : Analyse du ciel gazeux d'un fût contenant des résidus de combustion de l'essai pad sur module	165
Figure 141 : Cliché photographique du prélèvement d'échantillon issu de résidus de combustion de batterie, produits à la suite d'un essai abusif	166
Figure 142 : Clichés photographiques de l'échantillon (immédiatement après le prélèvement) placé dans un bécher (a), lors d'ajout d'eau (b) et bullage/formation de mousse (c)	167
Figure 143 : Clichés photographiques du comportement de l'échantillon humidifié soumis à une action/contraainte mécanique	167
Figure 144 : Clichés photographiques du prélèvement d'échantillon de résidus de combustion de batteries et fragments produits à la suite du concassage au burin en boîte à gants pour s'approcher des quantités requises pour les diverses phases de l'épreuve N.5	168
Figure 145 : Clichés photographiques des échantillons d'essais soumis à la phase 1 de l'épreuve N.5	169
Figure 146 : Clichés photographiques des échantillons d'essais soumis à la phase 2 de l'épreuve N.5	170
Figure 147 : Clichés photographiques des échantillons d'essais soumis à la phase 3 de l'épreuve N.5	170
Figure 148 : Clichés photographiques de la tentative d'inflammation au brûleur à gaz des gaz générés lors de l'ajout de quelques gouttes d'eau sur l'échantillon soumis à la phase 3 de l'épreuve N.5	171
Figure 149 : Cliché photographique illustrant un exemple d'échantillon soumis à la phase 4 de l'épreuve N.5 avec les débitmètres automatiques	172
Figure 150 : Evolution du débit de gaz dégagé en fonction du temps lors de la phase 4 de l'épreuve N.5 avec les débitmètres automatiques pour l'échantillon « Tel Quel » – Essai 2	173
Figure 151 : Evolution du débit de gaz dégagé en fonction du temps lors de la phase 4 de l'épreuve N.5 avec le débitmètre automatique pour l'échantillon « Tel Quel » - Essai 3	173
Figure 152 : Vue latérale du panache toxique résultant de l'émission de phosphine, effets irréversibles et premiers effets létaux	174
Figure 153 : Seuils de toxicité et de perception de la phosphine	175
Figure 154 : Photographies des résidus prélevés pour analyse	176
Figure 155 : Analyse DRX des résidus d'un essai compression statique. L'analyse porte sur des résidus plutôt rougeâtres et le transfert et l'analyse ont été réalisés sous air (poudre oxydée)	177
Figure 156 : Analyse DRX des résidus de l'essai feu caisse. L'analyse porte sur un ensemble hétérogène de résidus et le transfert et l'analyse ont été réalisés sans contact avec l'air (protégé par du Kapton)	179
Figure 157 : Analyse RMN d'un ensemble hétérogène de résidus sur le ^{31}P et le ^7Li . Le transfert et l'analyse ont été réalisés sans contact avec l'air	180
Figure 158 : spectroscopies Mössbauer des résidus d'essais	181

Glossaire

BEA-RI	Bureau d'Enquêtes et d'Analyses - Risques Industriels
CDG	Carbon Dioxide Generation (génération de dioxyde de carbone en français)
COV	Composés Organiques Volatils
DEC/EC	Diethyl Carbonate / Ethyl Carbonate
DRX	Diffraction à Rayons X
EC	Electrochemical Cell (vocabulaire Blue Solutions)
ELPI	Impacteur basse pression à détection électrique
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
GC-MS	Gaz Chromatographie – Spectroscopie de Masse
GMD	Geometric Mean Diameter (diamètre moyen géométrique en français)
GTR-EVS	Global Technical Regulation – Electric Vehicle Safety
HAP	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques
HRR	Heat Release Rate (débit calorifique en français)
ICMCB	Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux
INERIS	Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques
IR	Infra-Rouge
LFP	Lithium Fer Phosphate
LMP	Lithium Métal Polymère
MET	Microscope électronique à transmission
MPS	Mini Particle Sampler
NMC	Nickel Manganèse Cobalt
OC	Oxygen Consumption (consommation d'oxygène en Français)
OMS	Organisation Mondiale de la Santé
ONU	Organisation des Nations Unies
PCB	Polychlorobiphényles
PCDD/F	Polychloro-dibenzodioxines / Polychloro-dibenzofurannes
PTFE	Polytétrafluoroéthylène
REI	Acronyme utilisé pour indiquer la résistance au feu d'un élément de construction
RMN	Résonance Magnétique Nucléaire
EDX	Energy Dispersive X-ray ou spectroscopie X à dispersion d'énergie
POE	Poly(oxyéthylène)
SDIS	Service Départemental d'Incendie et de Secours
SOC	State of Charge (état de charge en français)
TC ou TCK	Thermocouple ou Thermocouple de type K
THR	Total Heat Release (chaleur totale dégagée en français)
UTC	Université Technologique de Compiègne

1 Introduction

1.1 Déontologie

L'expertise décrite dans le présent rapport a consisté à évaluer les propriétés des batteries Lithium Métal Polymère (LMP) de la société Blue Solutions placées en situation abusives. Par le passé, l'Ineris n'a jamais réalisé d'études pour le compte de Blue Solutions. L'Ineris a réalisé, pour d'autres sociétés, des études sur des installations fixes ou mobiles intégrant des batteries Blue Solutions en prenant en compte, sans les remettre en cause, les hypothèses fournies par Blue Solutions.

1.2 Contexte et objectifs

Le 16 janvier 2023, un incendie s'est déclaré au sein d'un entrepôt situé sur la commune de Grand-Couronne (76), propriété de la société SAS HIGHWAY FRANCE LOGISTICS 8. Le feu s'est déclenché vers 16h30 dans la cellule 1 de 6000 mètres carrés de l'entrepôt, louée et opérée par la société BOLLORE LOGISTICS, qui abritait, selon l'exploitant, des pièces automobiles, incluant plusieurs milliers de batteries de véhicules de type Lithium Métal Polymère (LMP) Des effets ont été observés à l'extérieur de l'entrepôt logistique (flammes, fumées, ...) nécessitant l'intervention des pompiers (SDIS de la seine maritime).

Suite à l'incendie, le BEA-RI s'est saisi de l'enquête. Devant la quasi-absence de données disponibles dans la littérature sur la réactivité des batteries de type LMP, le BEA-RI a souhaité mobiliser l'Ineris (via une lettre de saisine datant du 22 mai 2024 et présentée en annexe 1) pour évaluer le rôle qu'auraient joué les modules batteries dans l'occurrence et le développement de l'incendie.

En pratique, il a été demandé à l'INERIS de réaliser des essais sur des modules ou sur des cellules électrochimiques en vue :

- De déterminer, en simulant différents modes d'agression, si des modes de défaillance de modules à température ambiante peuvent être à l'origine d'un emballement thermique ;
- D'étudier les mécanismes de propagations de l'incendie en tenant compte du mode de stockage utilisé dans l'entrepôt et d'évaluer le rôle du système d'extinction automatique.
- D'établir sur la base des mesures et des observations réalisées à l'occasion des essais si les modules de batteries peuvent être à l'origine des explosions et des projections constatées lors de l'incendie
- D'évaluer, au besoin par comparaison avec d'autres types de feu connus et documentés, l'efficacité des dispositifs de protection incendie communément utilisé dans le domaine de la logistique (mur REI, dispositif de désenfumage);
- D'évaluer la dangerosité des substances émises, le cas échéant, en les comparant aux substances émises par des feux plus communément rencontrés et déjà documentés ;
- De préciser au regard des résultats obtenus en matière d'analyse si les moyens de protection utilisés en phase accidentelle (y compris dans les dernières heures d'extinction) permettent de protéger convenablement les intervenants.

L'Ineris, en accord avec le BEA-RI a mis en œuvre une campagne d'essais permettant de mieux appréhender les causes et effets de la réaction de ces batteries. Blue Solutions a mis à disposition les échantillons nécessaires.

1.3 Structure du rapport

Pour répondre aux questions posées, le rapport est constitué de 3 grandes parties. La première vise à la détermination des causes possibles de l'emballement thermique d'un module stocké. Elle comprend des essais d'abus mécanique et thermique afin d'évaluer les possibilités de réaction d'un module. La seconde vise à comprendre les caractéristiques d'un incendie d'un module et d'une caisse de module LMP. Elle comprend des essais d'exposition au feu d'échantillons allant jusqu'à des caisses de modules et inclue l'étude de l'influence de l'extinction. La troisième et dernière partie traite de l'instabilité des résidus après essai afin d'évaluer les risques dans les dernières heures de l'extinction.

1.4 Description d'un module LMP

Ce rapport vise à mieux appréhender les causes et effets de la réaction de type LMP produites par Blue Solutions. Peu de données existent dans la littérature puisque la technologie de batterie actuellement dominante est la technologie Li-ion, pour laquelle de nombreuses études existent. Dans notre étude, des modules LMP de modèle IT3 produits par Blue Solutions, correspondant à ceux stockés à Grand-Couronne ont été testés.

Il faut bien souligner que certaines des conclusions tirées sont généralisables à la technologie LMP (système $\text{Li}_m/\text{POE}/\text{LFP}$) tandis que d'autres sont le résultat de choix d'ingénierie faits par Blue Solutions et donc uniquement valables pour les modules/caisses dont il est question dans ce rapport. Il est ainsi important de bien décrire les modules étudiés.

Contrairement à ce qui est généralement réalisé à l'Ineris, les modules ont été testés tels que reçus sans vérification des performances électriques (capacité en charge/décharge), l'accès au BMS des modules n'ayant pas été donné dans le cadre de ces travaux.

1.4.1 Electrochimie

Les batteries Li-métal produites par Blue Solutions, désignées comme « LMP » pour Lithium Métal Polymère se différencient de la plupart des autres technologies de batteries sur le marché par la présence de lithium métal à l'anode. Cette technologie diffère notamment de la technologie Li-ion, car elle n'utilise pas d'électrolyte de type organique liquide mais repose sur l'utilisation d'un polymère. Le polymère utilisé (PEO) est solide à température ambiante et réalisé à base de sels de Li soufrés et fluorés. Ces éléments différenciant, représentés en Figure 1, font que les modes de fonctionnement et profils de risques de ces deux technologies de batteries lithium (LMP d'un côté, et lithium-ion de l'autre) sont très différents.

La cathode utilisée dans les batteries ici testées est de chimie LFP, comme ce qui peut être trouvé dans la technologie Li-ion. Le motif unitaire $\text{Li}(m)/\text{PEO}/\text{LFP}$ est répété jusqu'à former la plus petite unité désignée par Blue Solutions comme « EC » pour *Electrochemical Cell*, cette unité comporte des connecteurs (ou tabs) pour permettre la connexion électrique au niveau de l'empilement des motifs unitaire (stack). Ces éléments unitaires de tension autour de 3V et ayant une capacité d'environ 100 Ah ne sont pas enveloppés comme cela est le cas pour la technologie Li-ion et ces EC ne sont donc pas utilisables en l'état dans un système.

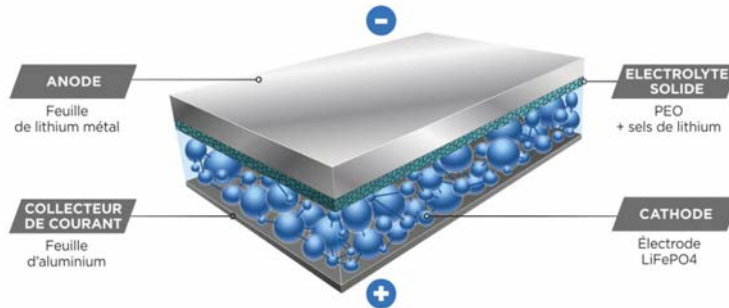


Figure 1 : Représentation schématique de l'assemblage d'une couche de cellule LMP Blue Solutions.
Source site web Blue Solutions

1.4.2 Intégration en module

Les EC sont ensuite empilés et connectés en série jusqu'à former un module de 72 V / 7 kWh. En plus de l'électrochimie, un module contient des éléments électronique (carte électronique, bornes, chauffages latéraux, ...) et mécanique (ressort, isolant, ...). Afin d'éviter l'oxydation de l'anode en Li métal, le module est rempli de gaz inerte et fermé de manière hermétique. Un module dispose d'un évent sur la face avant (sous les bornes) afin d'éviter les montées en pression. Il est à noter que l'empilement d'EC est séparé de chacune des faces du module, soit par un espace conséquent, soit par des couches d'isolant électrique (plastique).

La Figure 2 présente un schéma simplifié de l'intérieur d'un module.

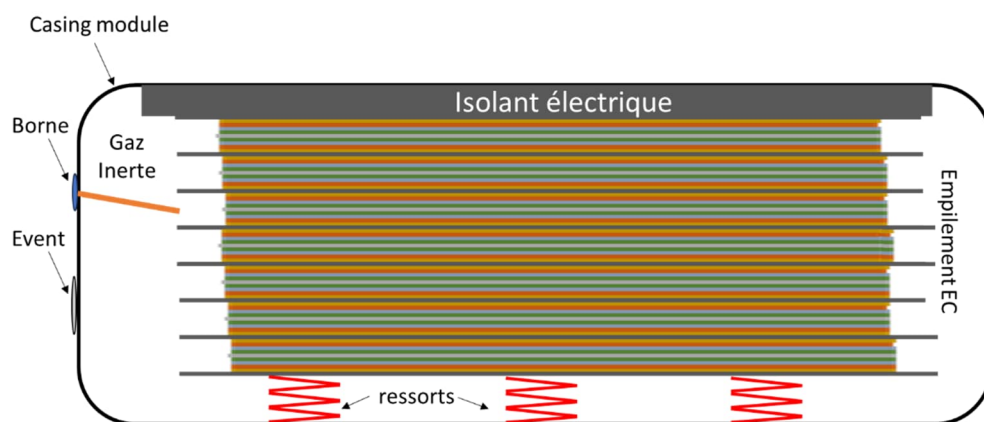


Figure 2: Schéma simplifié (vue en coupe) de l'intérieur d'un module

Un module pèse environ 40 kg dont 6 kg de casing métallique et environ 3,5 kg de Li_m (Soit 8,75 % de la masse du module). Ses dimensions sont données en Figure 3. A titre de comparaison, dans une batterie Li-ion de véhicule électrique environ 1 % de la masse est associée au Lithium contenu dans les électrodes.

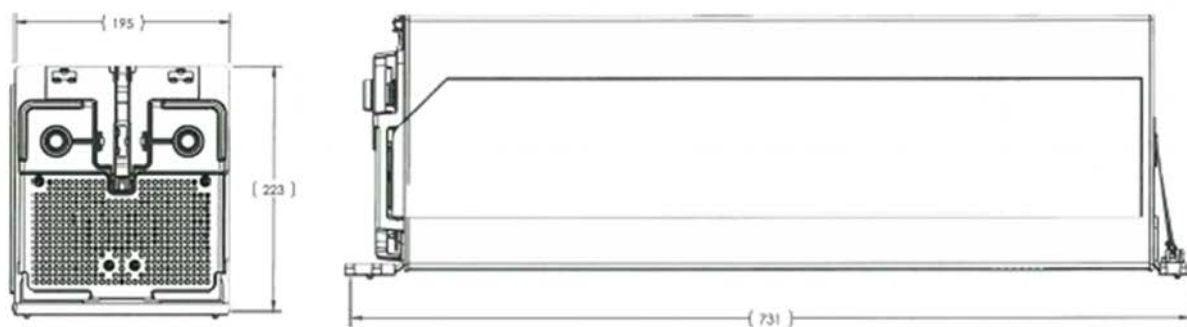


Figure 3 : Dimensions d'un module LMP IT, communiquées par Blue Solutions

Une photographie de chacune des faces d'un module est présentée en Figure 4.

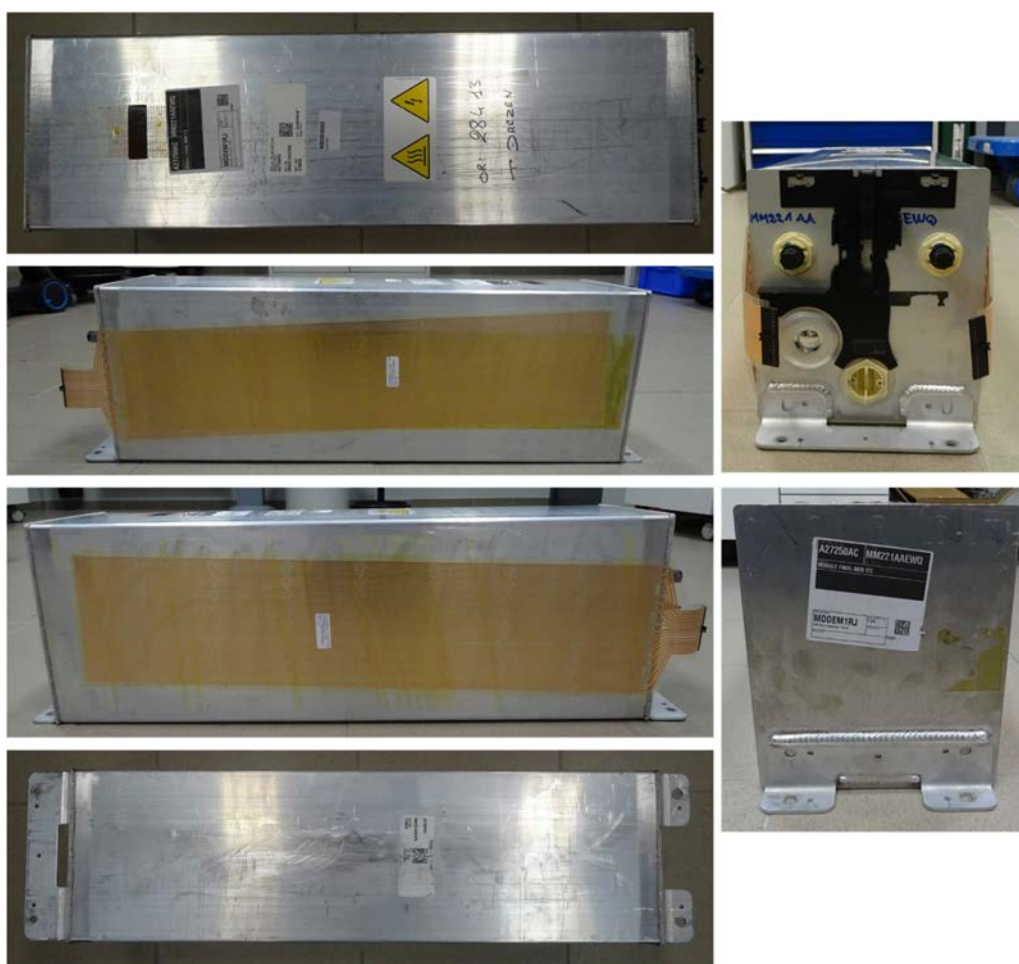


Figure 4 : Photographie des 6 faces d'un module LMP IT3

1.4.3 Protocoles et méthodes expérimentales

Les chapitres suivants sont consacrés en grande partie à des essais abusifs réalisés dans le but de répondre à la saisine du BEA-RI. Les protocoles d'essais ont été développés en impliquant Blue Solution et le BEA-RI lors de leurs mises au point. Blue Solution et le BEA-RI ont assisté à l'ensemble des essais réalisés sur le site de l'Ineris à Verneuil-en-Halatte. Ces essais n'ont pas de visées réglementaires ou d'homologation, ainsi ils ne cherchent pas à reproduire des protocoles normalisés, d'autant plus que les normes couvrant la sécurité des modules de type LMP sont quasi inexistantes ou inadaptées aux besoins de la campagne d'essais.

L'ensemble des mesures a cependant été réalisé en suivant les bonnes pratiques du domaine. Plus de détail sur la métrologie, les instruments utilisés, les incertitudes de mesures sont données en Annexe 2. Les protocoles expérimentaux et l'instrumentation mise en place est décrite dans chacune des sous-parties.

PARTIE 1 : Détermination des causes possibles de l'emballement thermique d'un module stocké

Pour répondre aux questions posées, cette première vise à déterminer, en simulant différents modes d'agression, si des modes de défaillance de modules dit à température ambiante peuvent être à l'origine d'un emballement thermique. Elle comprend des essais d'abus mécanique afin d'évaluer les possibilités de réaction d'un module.

2 Choc/chute

2.1 Objectif et description du protocole d'essai

Cet essai a pour but de déterminer si une déformation mécanique d'un module stocké suite à un choc ou une chute peut être la cause d'un emballement thermique du module.

Pour étudier cette hypothèse, le module a été soumis à un écrasement quasi-statique à une vitesse de 0,5 mm/s sur deux axes (représentés sur la Figure 5). Le module est écrasé à l'aide d'un impacteur hémisphérique de diamètre 150 mm. L'écrasement est effectué en plusieurs étapes jusqu'à réaction, 90 % de l'épaisseur de la batterie ou que la limite sécuritaire de la presse soit atteinte (480 kN).

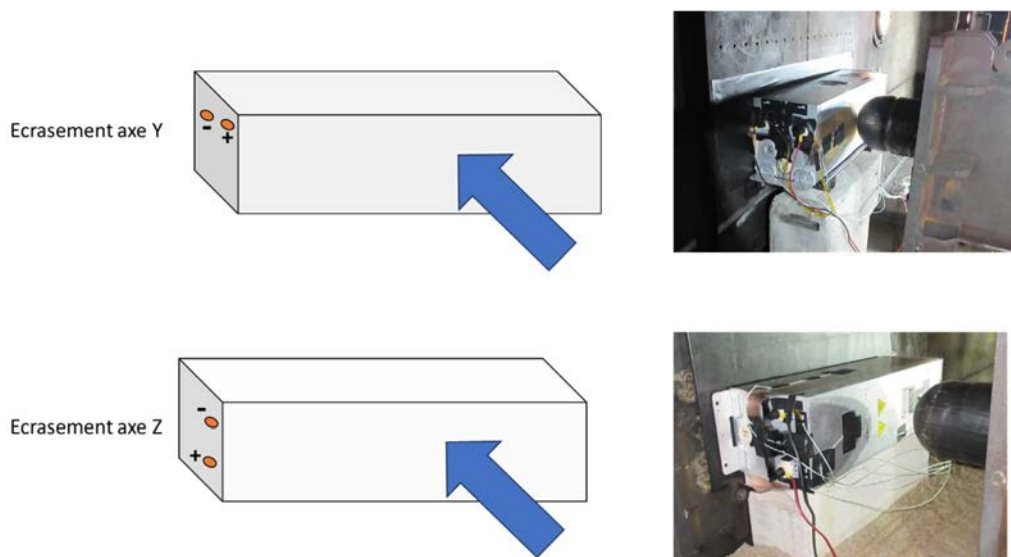


Figure 5 : Axes d'écrasement des modules

Des thermocouples sont disposés avant essai sur les faces extérieures du module et des fluxmètres sont positionnés autour du module.

L'implantation des thermocouples et des fluxmètres est présentée sur la Figure 6.

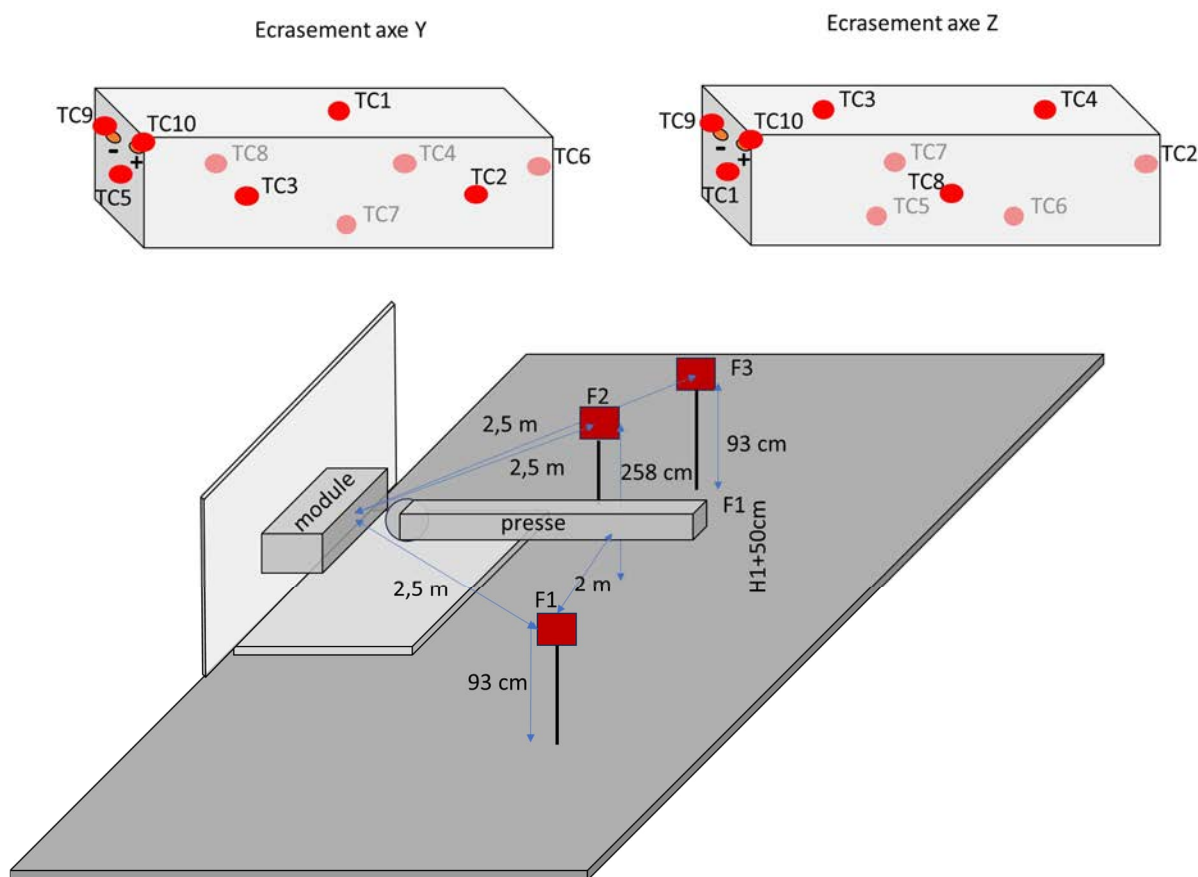


Figure 6 : Implantation des thermocouples et des fluxmètres pour les essais d'écrasement

2.2 Résultats axe Y

Le déroulé de l'essai d'écrasement sur l'axe Y est présenté en tableau 1. Les premiers effets mesurables de l'écrasement sont une chute de tension de 3,3 V, observée après une déformation de 27 mm suivie d'une première légère élévation de température mesurée après 43 mm d'enfoncement.

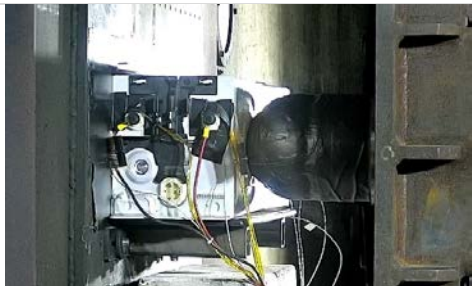
Après 88 mm d'enfoncement, le casing du module s'ouvre. La tension s'annule après 100 mm d'enfoncement, cela ne reflète pas l'absence de tension mais un arrachage des bornes sur lesquelles est effectuée la mesure. Sur la poursuite de l'écrasement, peu d'effets sont constatés hormis des élévations modérées de températures. Cependant, de par l'architecture du module, l'empilement d'EC n'est pas réellement écrasé mais s'échappe par le haut, poussé par le ressort placé en bas du module. Il est à noter que les thermocouples sont placés sur l'extérieur du casing du module et ne reflètent pas les températures des EC.

Lors du retrait de la presse, le module chute dans le bac de rétention métallique. 34 minutes après les premiers effets constatés (chute de tension/élévation légère de température) et 6 minutes après le dernier abus (chute dans le bac) une élévation très importante de la température est observée. 12 secondes après ces premiers signes avant-coureurs d'emballement thermique, l'ensemble des éléments s'enflamment et une réaction violente se produit pendant environ 3 minutes.

L'emballement thermique étant différé par rapport à l'agression, il est difficile de conclure formellement sur l'origine de celui-ci. Plusieurs hypothèses peuvent être émises :

- La déformation a provoqué un court-circuit interne. Les deux premiers signes d'un tel défaut pourraient être la première chute de tension après 27 mm d'enfoncement ou le premier échauffement après 43 mm d'enfoncement ;
- L'ouverture du module après 88 mm d'enfoncement a laissé rentrer de l'air qui a réagi avec le lithium métal et provoqué une réaction exothermique ;
- Lors de la chute de l'empilement d'EC, celui-ci vient au contact du bac métallique qui crée un court-circuit inter-EC.

Tableau 1 : Chronologie des évènements lors de l'essai d'écrasement sur l'axe Y

Temps	Evènement	
-7 min	Début enregistrement vidéo (11h 27 min 02 s)	
-180s	Début enregistrement des données	
0 s	Début de l'écrasement	
53 s	Première chute de tension (-3.3 V) Enfoncement 27 mm	
67-70s	Chute de tension (-13 V) Chute de la force (120 → 90 kN)	
85 s	Première légère élévation de température (TC 2, 3, 4, 8) Enfoncement de 43 mm 20°C sur caméra IR	
150 s	Maximum de force lors de l'essai atteint (160 kN)	
175 s	Rupture mécanique du casing du module. Légère fumée visible. Enfoncement 88 mm	

Temps	Evènement	
194 s	Premier arrêt de l'écrasement Enfoncement 97 mm	
10 min 48 s	Reprise de l'écrasement	
10 min 48 s	La tension s'annule (probablement causée par l'arrachage des bornes) Enfoncement de 100 mm	
11 min 30 s	Arrêt de l'écrasement Enfoncement de 120 mm	
13 min 48 s	Reprise de l'écrasement	
14 min 24 s	Elévation significative de température (TC 2, 3) 26 °C sur caméra IR	
15 min 06 s	Arrêt de l'écrasement Enfoncement de 160 mm	
22 min 20 s	Reprise de l'enfoncement	
23 min	Elévation significative de la température (TC4, 7, 8) 32 °C sur caméra IR	
23 min 20 s	Arrêt définitif de l'écrasement Enfoncement max 190 mm (95 %)	
25 min	Recul de la presse	
27 min	Maximum local de température (29°C sur TC2)	

Temps	Evènement	
29 min	Chute de la batterie dans le bac de rétention	
31 min 30 s	Arrêt de l'enregistrement des données	
31 min 40 s	Début de la surveillance (nouvelle base de temps pour l'enregistrement des données)	
32 min	Elévation de température (+40°C en 1 min)	
33 min	Elévation de température (+75°C en 20 sec min)	
35 min 12 s	Elévation importante de la température	
35 min 24 s	Réaction violente	
35 min 34 s	Pic de flux radiatif (23,7 kW/m ² F2)	
36 min 10 s	Fin du pic d'effet thermique (l'ensemble des flux radiatifs se stabilise à 5 kW/m ²)	

Temps	Evènement	
38 min 10 s	Fin de la réaction violente	
45 min 10 s	Arrêt des flammes	

Les données enregistrées durant l'essai sur l'axe Y sont présentées en Figure 7 et durant la phase de surveillance en Figure 8 (les base de temps sont différentes). Il est important de rappeler que les thermocouples placés sur le casing ne reflètent pas les températures de l'électrochimie (empilement d'EC) du fait de l'éjection de ces derniers.

Les images extraites de la caméra thermique présentées en Figure 9 donnent de meilleures informations. Durant la réaction, l'ensemble des thermocouples sont saturés révélant que les températures ont dépassé 1200°C. Un pic de flux radiatif proche de 25 kW/m² est enregistré à 2,5 m de distance.

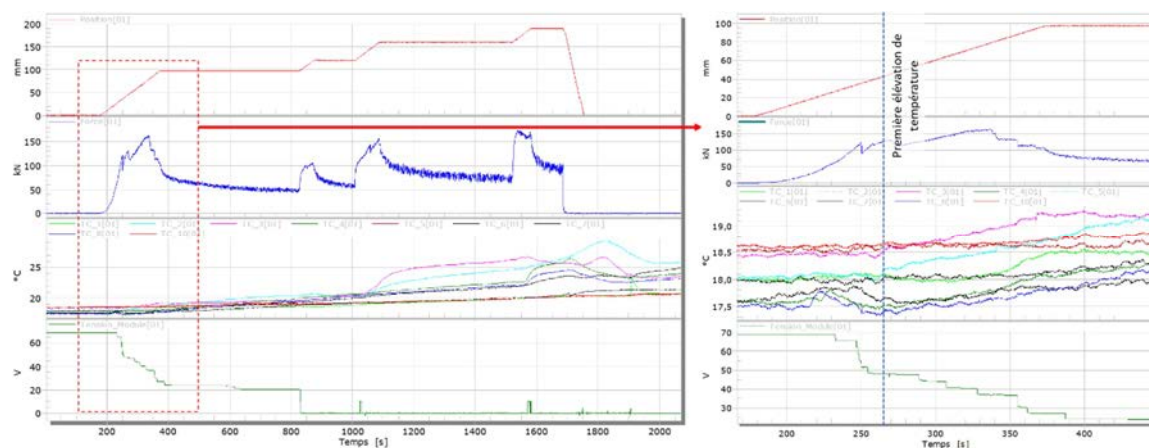


Figure 7 : Données enregistrées durant l'essai d'écrasement axe Y.

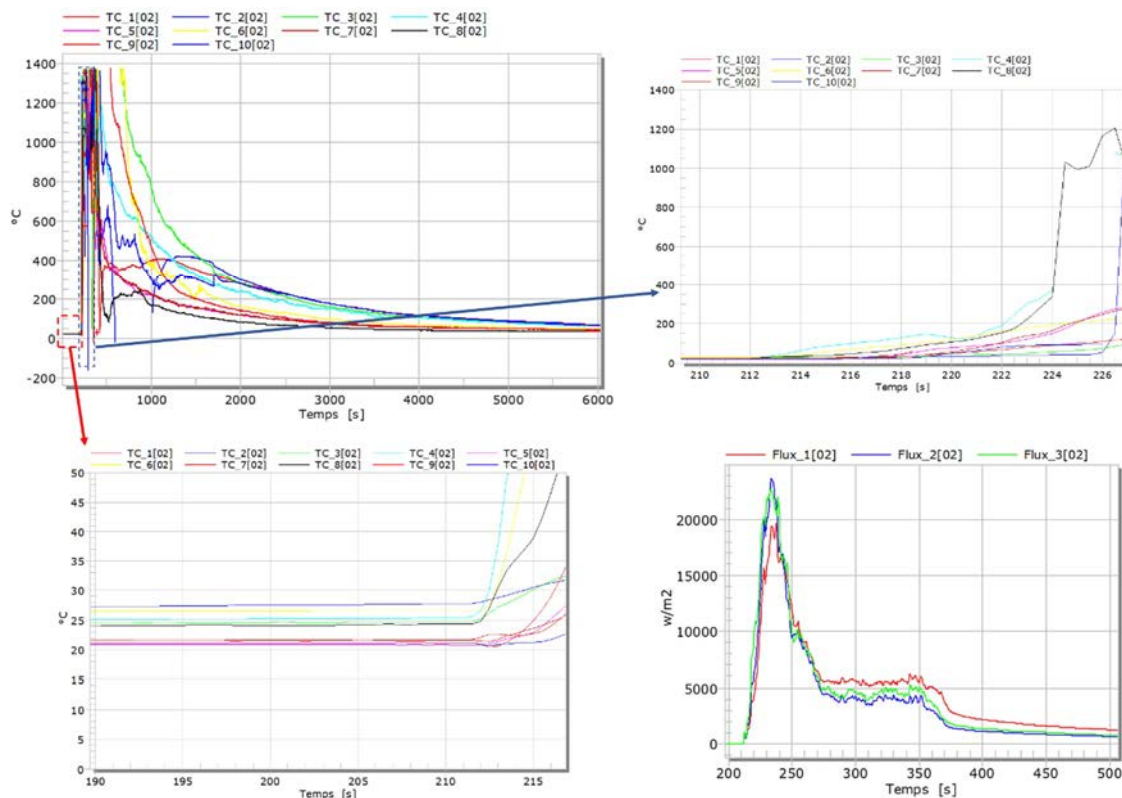


Figure 8 : Données enregistrées durant la surveillance de l'essai d'écrasement axe Y

Les images de la caméra thermique permettent de constater une élévation progressive de la température jusqu'à 33°C lors de l'écrasement. Une élévation assez brutale de la température (+75°C en 20 sec) est constatée 2 min avant l'évènement. Durant la réaction, la caméra est saturée d'abord à 160°C puis à 660°C due aux limites de la caméra.

0

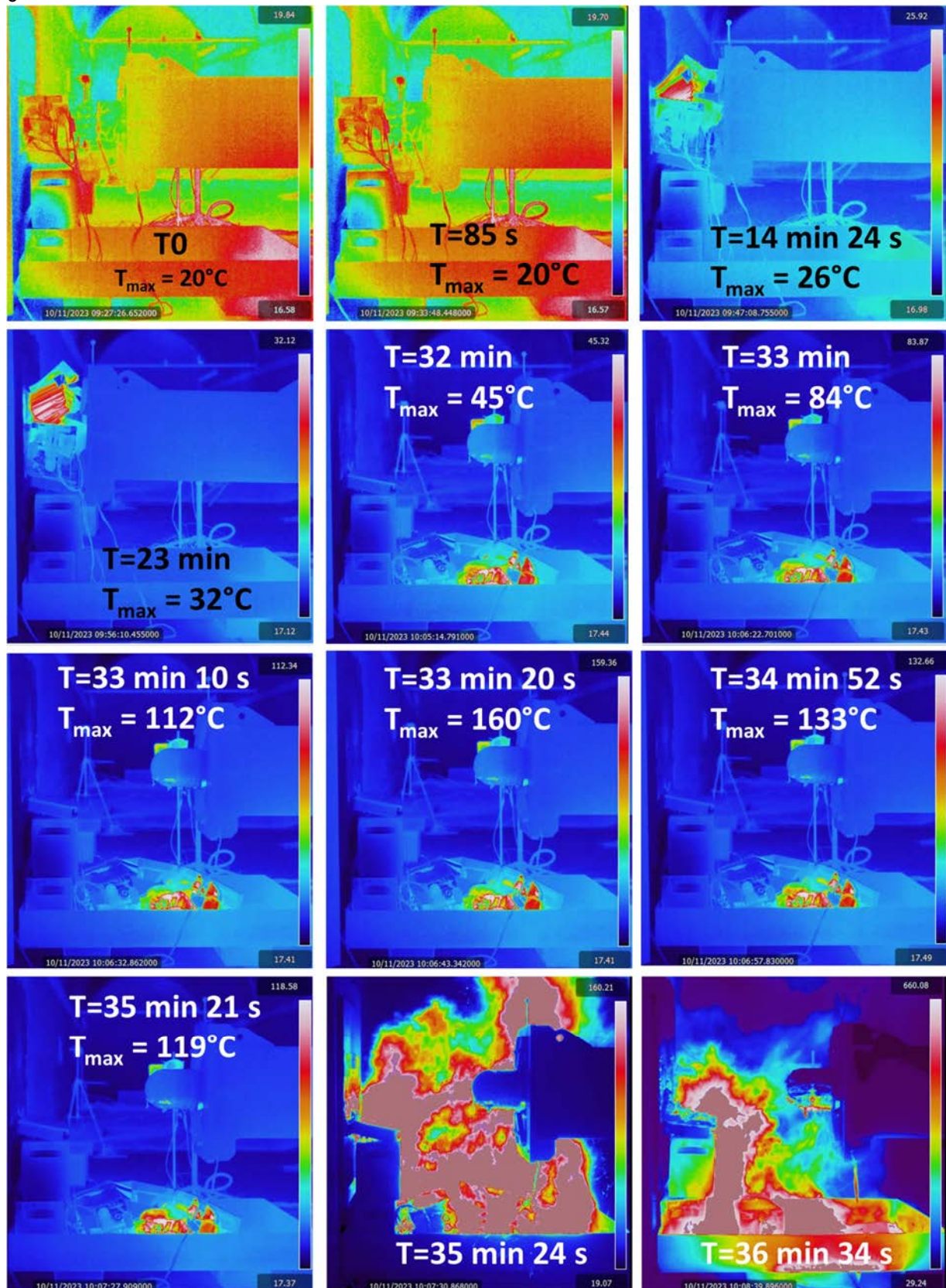


Figure 9 : Captures d'écrans de la caméra infra-rouge lors de l'essai et de la surveillance de l'essai d'écrasement axe Y.

Les photos après essai sont présentées en Figure 10. Elles permettent de constater que le module est complètement détruit. Des résidus, rougeâtres sont visibles. Le bac de rétention en acier (température de fusion d'environ 1400 °C) est percé et l'état de dégradation de la caméra placée à plusieurs mètres témoigne d'un flux thermique important et de températures extrêmement élevées. Les fluxmètres placés à 2,5 m du module ont enregistré un pic à 25 kW/m² ce qui présuppose une émittance de flamme élevée (supérieure à 100 kW/m²).



Figure 10 : Photographies après essai (écrasement axe Y)

2.3 Résultats axe Z

Le déroulé de l'essai d'écrasement sur l'axe Z est présenté en tableau 2. Sur cet axe, la compression a lieu sur le même axe que le ressort placé sous le module. Les premiers centimètres d'écrasement sont donc consacrés à l'écrasement de ce ressort. Sur cet axe, les EC sont écrasés perpendiculairement à leur surface. Le premier effet mesurable de l'écrasement est une chute de tension de 3,3 V, observée après une déformation de 34 mm. Une première légère élévation de température est mesurée après 71 mm d'enfoncement. Cette lente augmentation de température, persiste de manière quasi linéaire jusqu'aux minutes précédant l'emballement thermique. La tension s'annule après 96 mm d'enfoncement contrairement à l'axe Y, cette tension nulle semble refléter la mise en court-circuit de l'ensemble des EC (pas d'arrachage des bornes à ce stade). Après 102 mm d'enfoncement, le casing du module s'ouvre par la face avant. Sur la poursuite de l'écrasement, peu d'effets sont constatés hormis la poursuite de l'augmentation de température et l'augmentation de l'ouverture du casing. 34 minutes après l'arrêt de l'écrasement, les températures enregistrées par la caméra thermique deviennent critiques (75°C) et un emballement thermique imminent est pressenti. Pour protéger la presse hydraulique, celle-ci est reculée. 15 secondes plus tard, la température au niveau des EC dépasse 100°C (caméra IR) et après 15 nouvelles secondes, le module s'enflamme très violemment.

L'emballage thermique étant différé par rapport à l'agression (env. 35 min), il est difficile de conclure formellement sur l'origine de celui-ci. Plusieurs hypothèses peuvent être émises :

- La déformation a provoqué un court-circuit interne. Les deux premiers signes d'un tel défaut pourraient être la première chute de tension après 34 mm d'enfoncement ou le premier échauffement après 71 mm d'enfoncement ;
- L'ouverture du module après 102 mm d'enfoncement a laissé rentrer de l'air qui a réagi avec le lithium métal et provoqué une réaction exothermique.

Tableau 2 : Chronologie des évènements lors de l'essai d'écrasement sur l'axe Z

Temps	Evènement	
- 5 min 49 s	Début enregistrement vidéo (15h 10 min 30 s)	
-1 min 52 s	Début enregistrement IR	
-137s	Début enregistrement des données	
0 s	Début de l'écrasement $T_{\max} = 13^{\circ}\text{C}$	
70 s	Première chute de tension (-3.3 V) Enfoncement 34 mm	
91 s	Maximum de force (476 kN) Enfoncement 45 mm	
143 s	Première élévation de température (TC 2, 3, 7, 8) Enfoncement de 71 mm 13°C sur caméra IR	

Temps	Evènement	
192 s	Tension à 0V Enfoncement 96 mm $T_{\max} = 14^{\circ}\text{C}$	
205 s	Rupture mécanique du casing du module. Légère fumée visible. Enfoncement 102 mm	
356 s	Arrêt de l'enfoncement Enfoncement max de 178 mm $T_{\max} = 15^{\circ}\text{C}$	
40 min	Recul de la presse $T_{\max} = 21^{\circ}\text{C}$ 74°C sur caméra IR	
2427 s 40 min 30 s	Augmentation de température TC 4 : $+20^{\circ}\text{C}$ en 1s	
2428 s 40 min 30 s	Augmentation de température TC 6 : $+100^{\circ}\text{C}$ en 1s	 

Temps	Evènement	
2430 s 40 min 30 s	Réaction violente	
2440 s 40 min 40s	Pic de flux radiatif (25 - 30 kW/m ² F1) F2 non considéré car comportement anormal	
41 min 30 s	Fin du pic d'effet thermique (l'ensemble des flux se stabilise à 5 kW/m ²) Du métal en fusion coule et des projections de métal en fusion sont observées	
44 min	Fin de la réaction violente	

Temps	Evènement	
54 min	Arrêt des flammes	

Les données enregistrées durant l'essai sur l'axe Z sont présentées en Figure 11.

Il est important de rappeler que les thermocouples placés sur le casing, ne reflètent pas forcément les températures de l'électrochimie (empilement d'EC). Les images extraites de la caméra thermique présentées en Figure 12 donnent de meilleures informations. Durant la réaction, l'ensemble des thermocouples sont saturés révélant que les températures ont dépassé 1200°C. Un pic de flux radiatif proche de 25 à 30 kW/m² est enregistré à 2,5 m du module. Les données enregistrées par le fluxmètre 2 ne seront pas retenues car il a un comportement anormal (chute rapide et annulation des valeurs en cours de réaction).

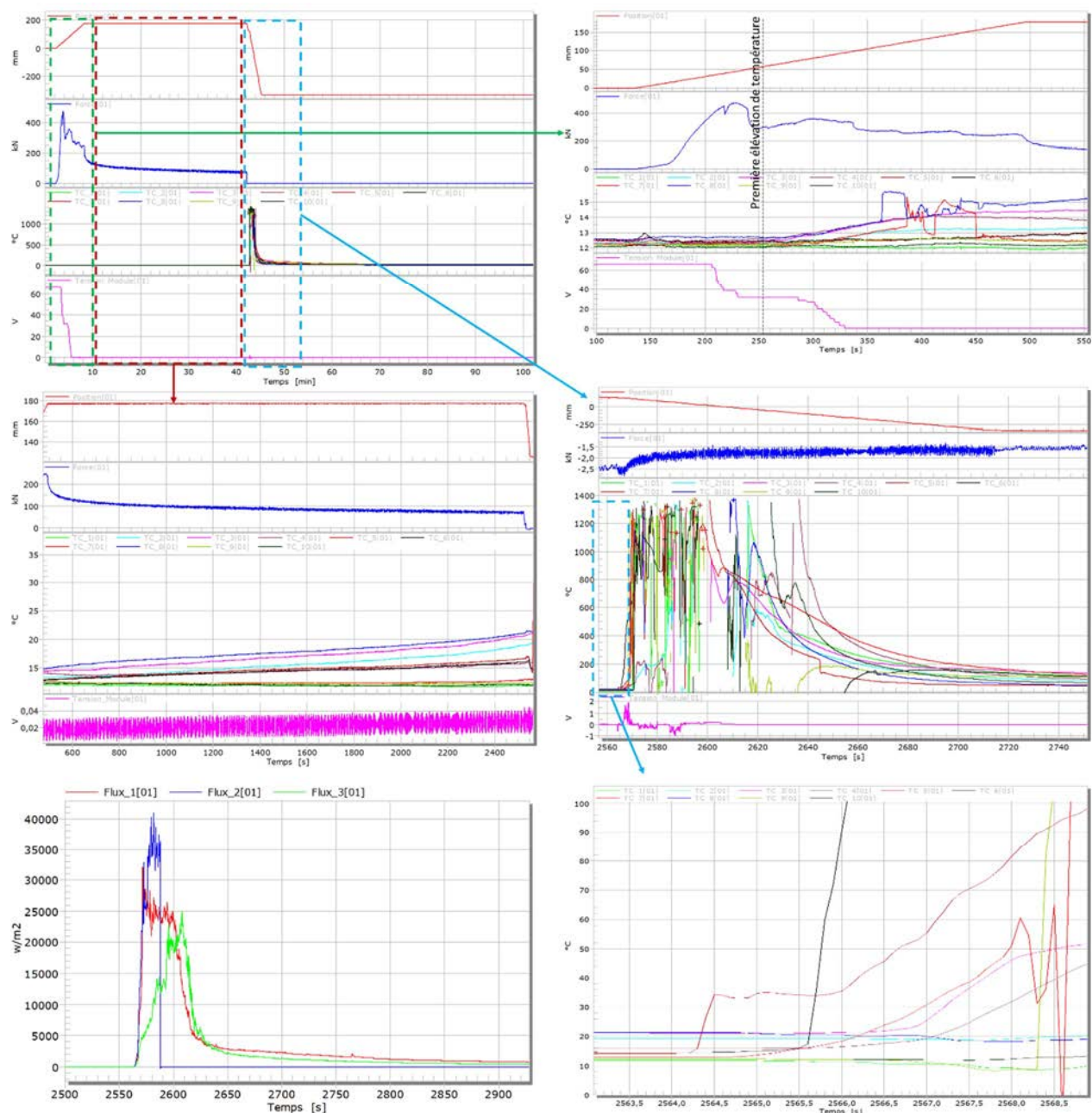


Figure 11 : Données enregistrées durant l'essai d'écrasement sur l'axe Z

Les images de la caméra thermiques permettent de constater une élévation progressive de la température jusqu'à 33°C lors de l'écrasement. Une élévation assez brutale de la température (+75°C en 20 sec) est constatée 2 min avant l'évènement. Durant la réaction, la caméra est saturée d'abord à 160°C puis à 660°C due aux limites de la caméra.

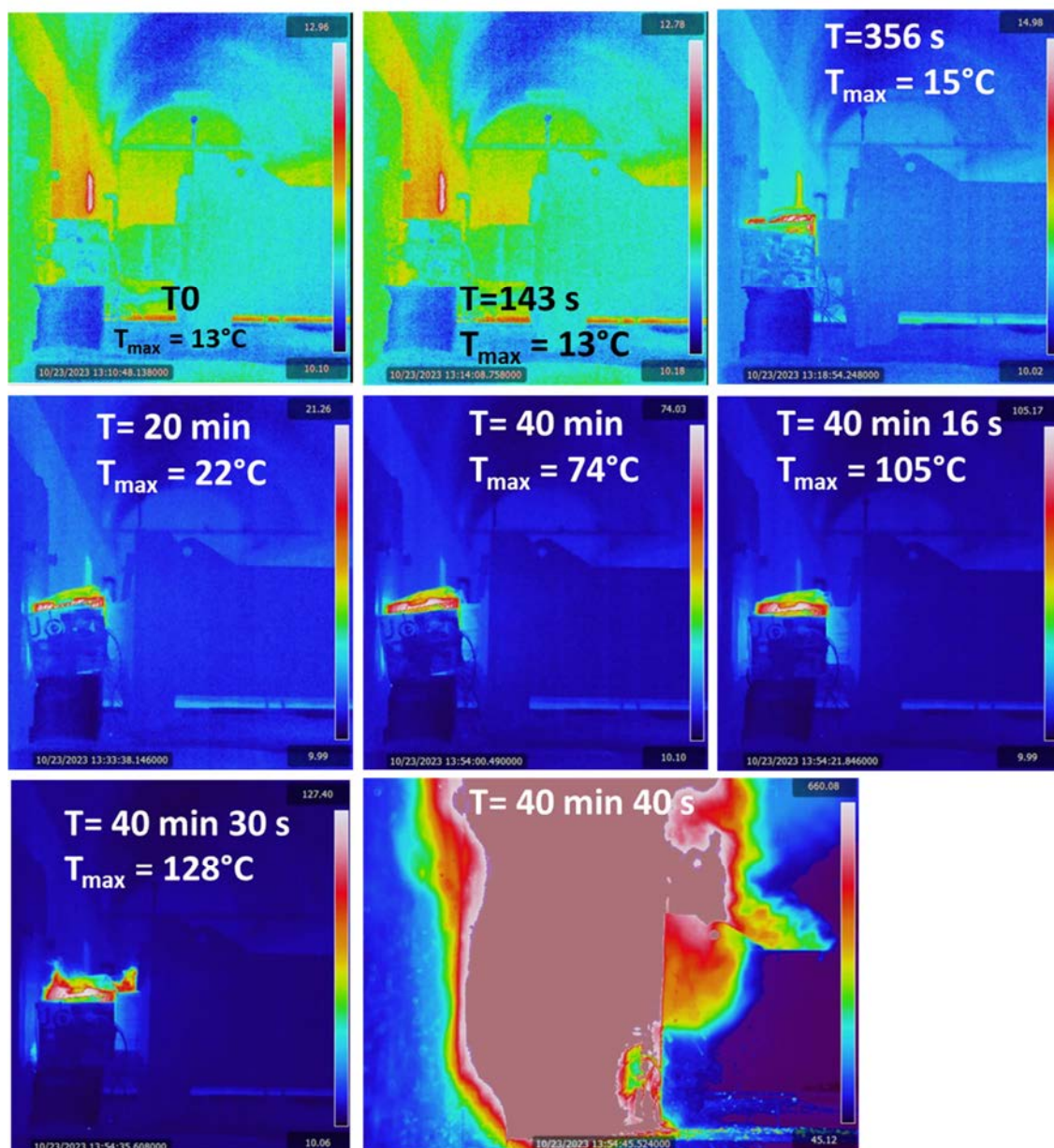


Figure 12 : Captures d'écrans de la caméra infra-rouge lors de l'essai d'écrasement axe Z.

La Figure 13 reprend les températures maximales enregistrées par la caméra thermique au niveau des EC. Elle permet de visualiser l'augmentation linéaire puis exponentielle de la température. L'accélération de l'échauffement est autour de 34 min.

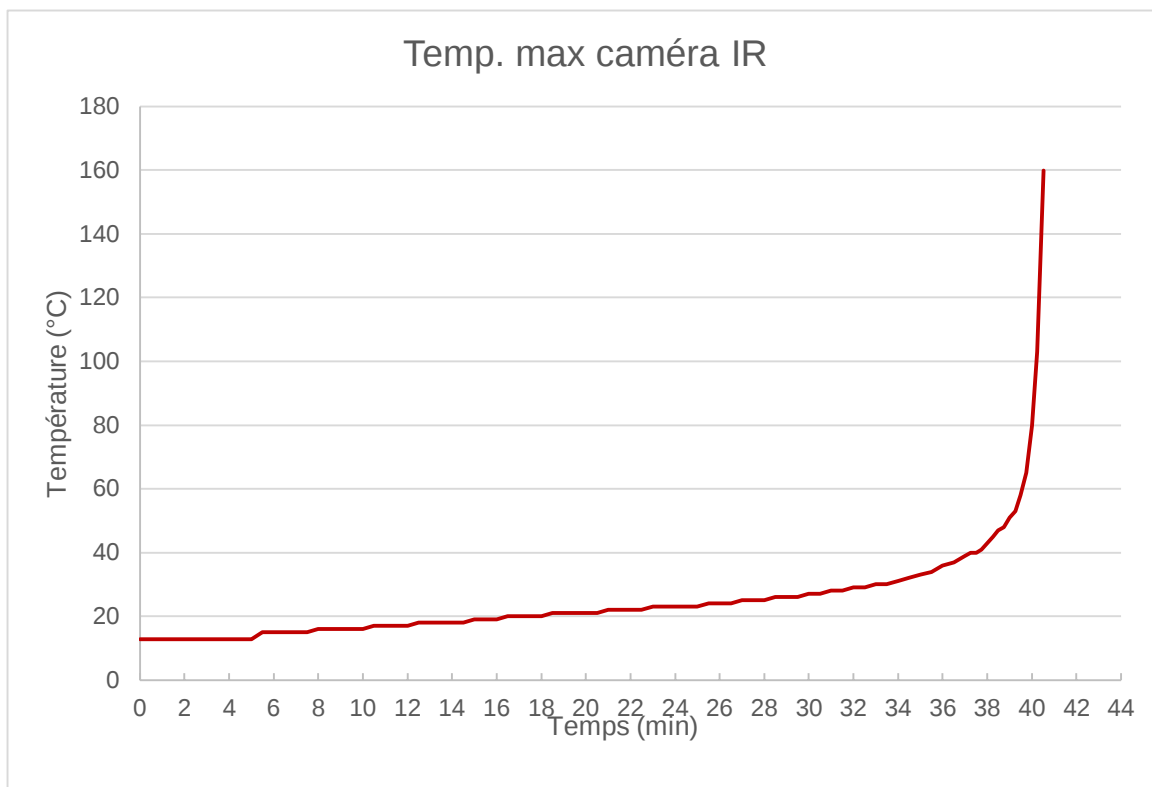


Figure 13 : Température maximale enregistrée par la caméra thermique au niveau des EC.

La photo après essai est présentée en Figure 14. Elle permet de constater que le module est complètement détruit. Des résidus rougeâtres sont visibles.



Figure 14 : Photo après essai

2.4 Discussions (extrapolation à une chute, ...)

Les écrasements quasi-statiques sur les deux axes ont démontré la possibilité de déclencher un emballement thermique par abus mécanique. Dans le contexte d'un entrepôt de stockage, il est plus plausible que l'abus soit dynamique (chute d'une caisse, chute d'un objet sur une caisse, coup de fourche de chariot élévateur). Afin de proposer des ordres de grandeur des énergies nécessaires pour créer une déformation susceptible de créer un emballement thermique, nous pouvons extrapoler les résultats en intégrant les valeurs de force sur le déplacement :

$$E = \int_0^y F(x) dx.$$

Plusieurs hypothèses sont ensuite prises :

- L'objet impactant le module a la même forme et surface que la sphère utilisée pour l'enfoncement quasi-statique ;
- L'emballement thermique étant différé, nous conserverons l'hypothèse : un abus permettant de constater une variation de tension ou de température est suffisant pour déclencher l'emballement thermique.

Les deux courbes présentées en Figure 15 sont ainsi tracées. On constate que les valeurs sont beaucoup plus grandes sur l'axe Z. Cela s'explique par la plus grande force employée et nécessaire pour compresser le ressort.

Au final sur l'axe Z, les énergies nécessaires à provoquer une variation de tension sont de l'ordre de 600 J et de 2200 J pour observer une variation de température.

Comme indiqué en Figure 16, cela correspond à une chute d'une masse de 40 kg de 1,5 à 5 m. Dans le cas de l'axe Z, les énergies correspondant aux premières variations de tension et de température sont respectivement 4,7 et 18 kJ. Ces énergies ne sont pas plausibles pour la chute d'un objet de 40 kg mais correspondent à des hauteurs de 1,5 m à 6,5 m pour une masse de 280 kg.

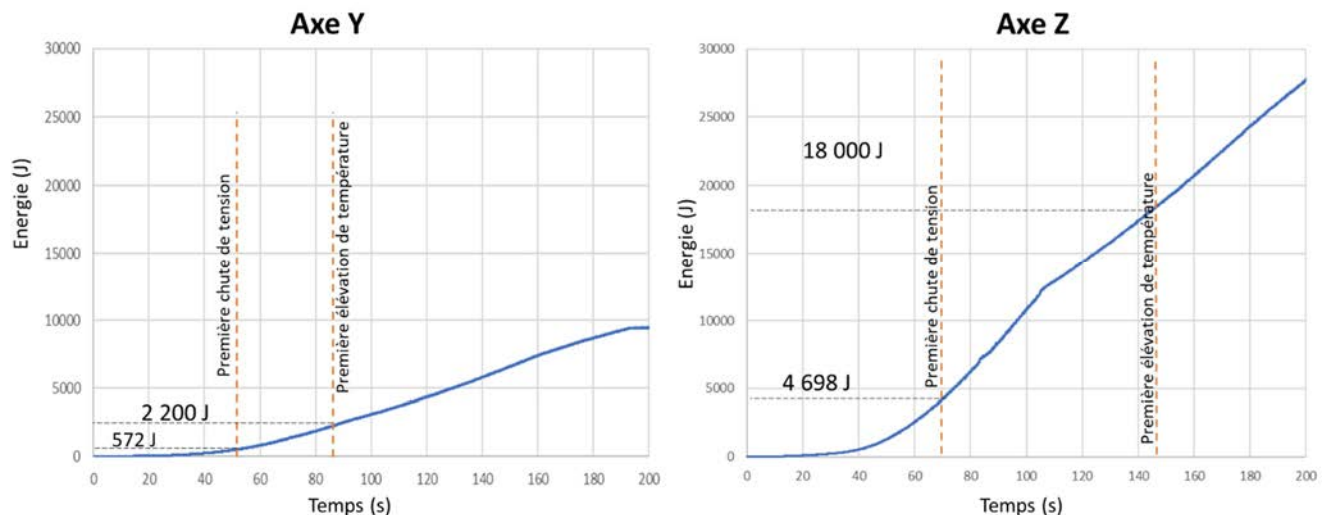


Figure 15 : Extrapolation des résultats d'écrasement quasi statique à des énergies

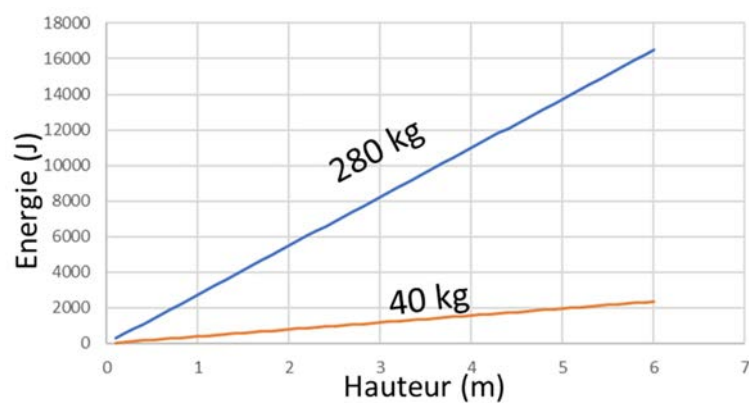


Figure 16 : Variation de l'énergie en fonction de la hauteur de chute pour des masses de 40 et 280 kg

Il est à noter que les modules étant placés dans des caisses, celles-ci doivent influencer positivement sur la protection des modules. Inversement, un impact ou une déformation localisée serait plus pénalisant.

Dans le cas des modules testés, la détermination du point de démarrage de l'emballement thermique est plus compliquée que pour du Li-ion car la réaction se produit avec un fort décalage par rapport à l'abus.

3 Défaut interne

Un défaut interne ne peut être écarté quelle que soit la technologie de batterie (défaut de fabrication, d'assemblage, de conception,...) aussi il est important de quantifier les effets associés à un tel phénomène. Le déclenchement d'un défaut interne type court-circuit étant difficile à mettre en œuvre, il a été sélectionné le percement au clou et la chauffe localisée comme déclencheur représentatif.

3.1 Essai clou

3.1.1 Objectif et description du protocole d'essai

Cet essai a pour but de déterminer si un défaut interne, de type court-circuit à l'intérieur d'un EC ou inter-EC, d'un module stocké peut être la cause d'un emballement thermique du module.

Pour étudier cette hypothèse il n'existe pas de protocole défini mais un test au clou peut s'en approcher.

Les issues du test peuvent varier selon les paramètres de test choisis (matériaux du clou, vitesse de pénétration, taille du clou, ...). Pour les essais de cette campagne, les paramètres ont été fixés comme suit :

- Clou de 10 mm de diamètre en acier,
- Vitesse de pénétration : 1 mm/s.

La Figure 17 présente un schéma de principe de l'empilement de deux EC tel que préparé par Blue Solutions pour les essais de percement au clou. Chaque EC est placé dans une enveloppe en polymère multicouche souple de type « pouch cell » et les bornes de chaque EC sont accessibles. Les EC sont ensuite connectés en série afin de reproduire la configuration à l'intérieur d'un module.

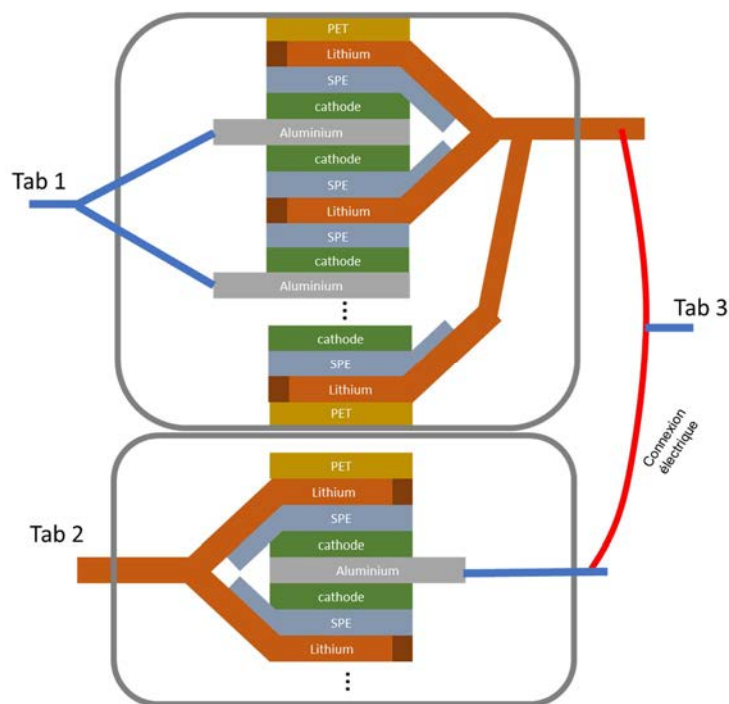
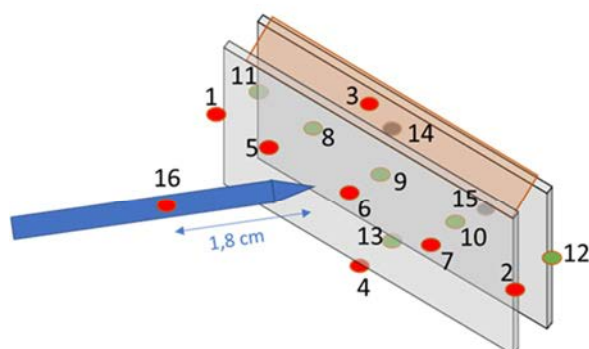


Figure 17 : Schémas de principe de l'assemblage d'EC testé lors de l'essai clou

La Figure 18 présente les images des EC assemblés dans des films polymères multicouches et des ECs montés dans une plaque de maintien métallique en position pour subir la pénétration au clou.



N° TC	
1	Tranche gauche 1ere cellule
2	Tranche droite 1ere cellule
3	Tabs 1ere et 2eme cellule qui sont collées
4	Tabs bas 1ere cellule
5	Face avant première cellule
6	Face avant première cellule, proche trou clou
7	Face avant première cellule
8	Entre les deux cellules
9	Entre les deux cellules, proche trou clou
10	Entre les deux cellules
11	Tranche gauche 2eme cellule
12	Tranche droite 2eme cellule
13	Tabs bas deuxième cellule
14	Face arrière deuxième cellule (contre reprise d'effort)
15	Face arrière deuxième cellule (contre reprise d'effort)

Figure 20 : position des thermocouples lors de l'essai clou

3.1.2 Résultats

La Figure 21 présente un récapitulatif des données enregistrées durant le test. Afin de faciliter la lecture du graphique, seulement une sélection de thermocouples est représentée. Lors de l'enfoncement dans le premier EC, aucune augmentation de température n'est observée. Environ 30 min après le premier enfoncement, la seconde étape est démarrée (mise en court-circuit des EC) et une augmentation de température d'environ 2°C est observée, principalement au niveau du thermocouple placé dans le clou et au centre de la première cellule transpercée. Environ 30 min après cette seconde étape, la troisième et dernière étape est lancée. Une augmentation de température d'environ 2°C est constatée, particulièrement au niveau des thermocouples placés sur la seconde cellule pénétrée.

La Figure 22 détaille plus précisément l'ensemble des températures enregistrées lors de l'essai.

L'augmentation de température semble être limitée et pas à même de conduire à un emballement thermique. Au regard des résultats d'essai d'écrasement, pour lesquels l'augmentation de température était limitée avant un emballement soudain, il est difficile de conclure si l'EC est proche ou non d'une zone « critique ».

Il faut aussi noter que d'autres paramètres, à commencer par la taille du clou, peuvent influencer l'issue de ce type de test. Enfin, nous tenons à souligner que les résultats présentés ici ne sont utilisables en aucun cas pour conclure quant au comportement de batteries en fonctionnement (85°C).

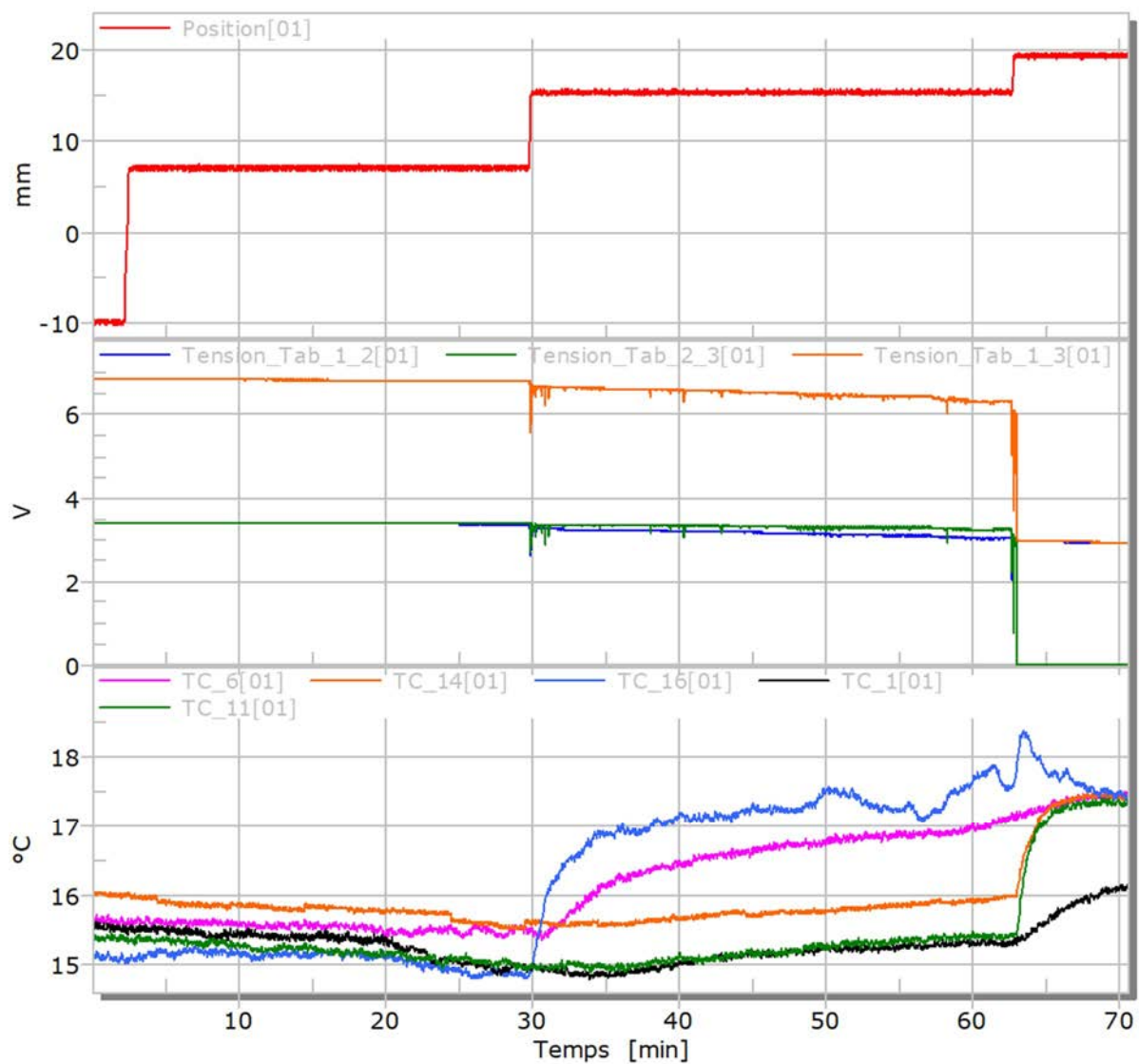


Figure 21 : Données enregistrées lors de l'essai de pénétration au clou

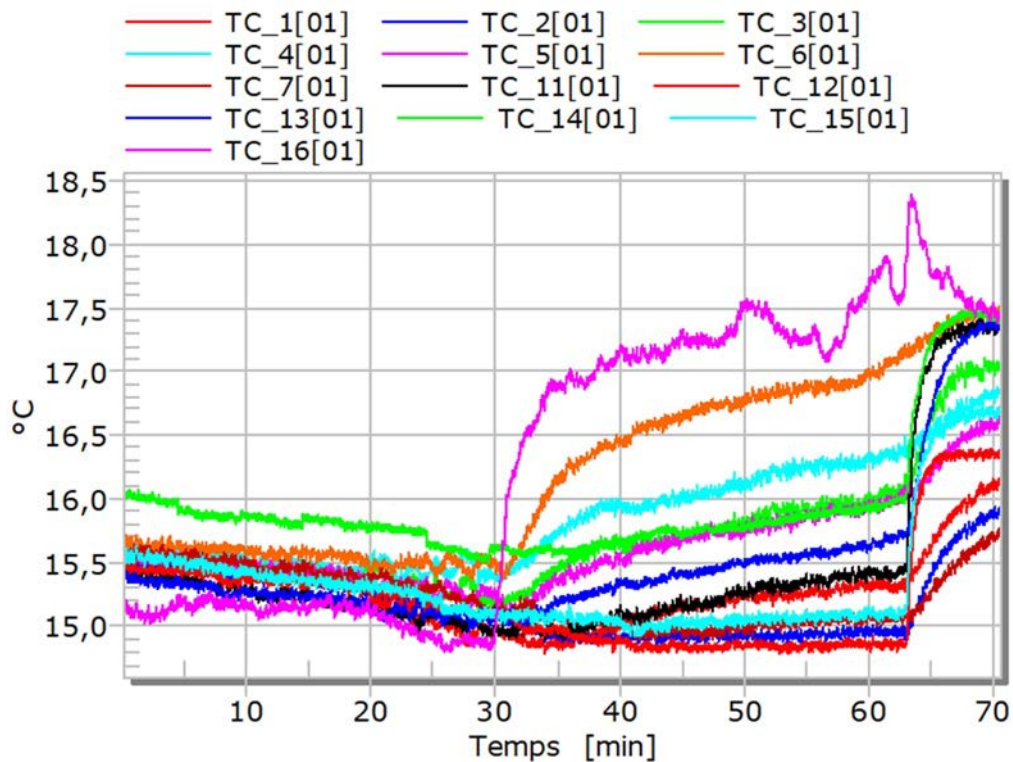


Figure 22 : Enregistrements des températures ; ensemble des thermocouples

La Figure 23 présente les extraits de la vidéo enregistrée. Aucun élément notable n'est visible. De même, les images enregistrées par la caméra IR et présentées en 24 ne montrent aucun échauffement ou évènement notable.

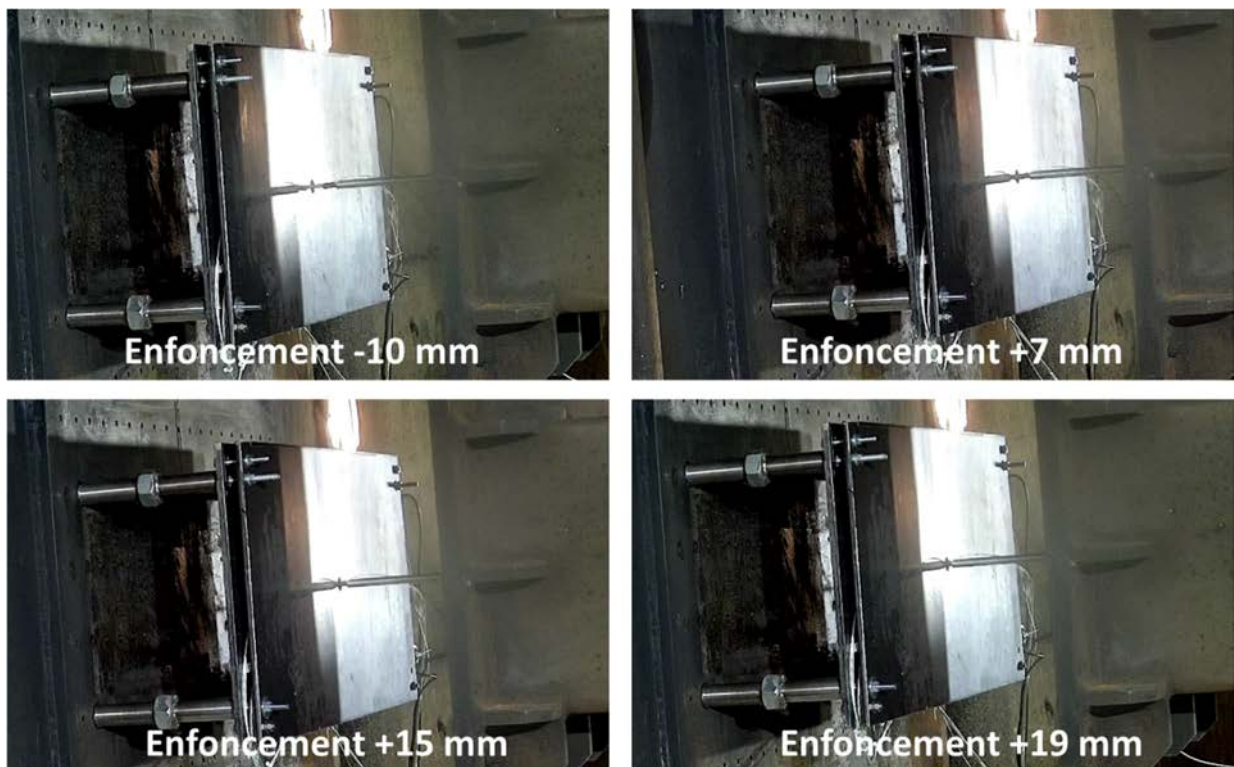


Figure 23 : Extraits de la vidéo enregistrée lors de l'essai de pénétration au clou

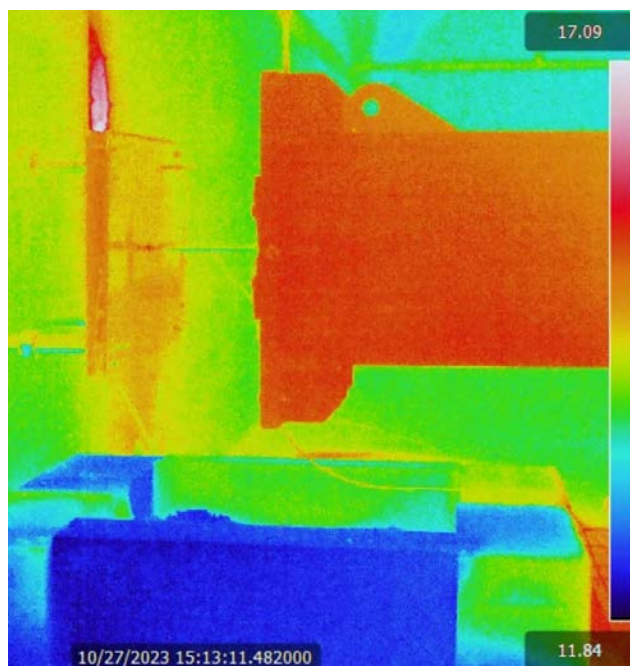


Figure 24 : Extrait de la vidéo IR enregistrée lors de l'essai de pénétration au clou

L'introduction d'un clou métallique de diamètre 10 mm n'a pas permis le déclenchement de l'emballement thermique d'un EC. Il faut noter que ces résultats peuvent varier selon les paramètres d'essais utilisés notamment la vitesse, le diamètre du clou et la position de percement. Aussi, dans les conditions d'essais choisis, un des EC était court-circuité depuis plusieurs minutes avant qu'un court-circuit inter-EC soit créé. Cela et la température de l'essai à laquelle la cellule n'est pas dans sa plage de fonctionnement (85°C) peut impacter fortement l'issue de l'essai.

4 Autres hypothèses non testées

D'autres hypothèses comme le court-circuit externe ou la surdécharge n'ont pas été étudiées car jugées peu à même de déclencher un emballement thermique sur un module à température ambiante en condition de stockage.

Un défaut d'étanchéité au niveau du module a été évoqué mais semblerait conduire à une oxydation lente du lithium métal sans nécessairement entraîner une réaction violente du module. La reproduction expérimentale de ce type de défaut a semblé difficilement représentative et peu reproductible pour qu'elle soit réalisée.

5 Conclusions de la recherche des causes probables

Dans cette partie, plusieurs essais ont été réalisés afin de déterminer quels types d'évènements pourraient être susceptibles de déclencher l'emballement thermique de modules en condition de stockage.

Les écrasements quasi-statiques menés sur les deux axes ont démontré la possibilité de déclencher un emballement thermique par abus mécanique. Sur l'un des axes, les énergies nécessaires pour provoquer un début d'échauffement du module correspondent à une chute d'une masse de 40 kg de 5 m. Sur l'autre axe, l'énergie correspond à une chute de 6,5 m d'une masse de 280 kg. Les hypothèses d'une chute d'objet sur la caisse, de la chute d'une caisse ou d'un coup de fourche de chariot élévateur semblent donc des hypothèses plausibles même s'il faut noter que les modules étant placés dans des caisses, celles-ci doivent influencer positivement sur la protection des modules.

Ces essais montrent aussi que la détermination du point de démarrage de l'emballement thermique est plus compliquée que pour du Li-ion car la réaction se produit avec un décalage temporel important par rapport à l'abus. Signifiant que les limites d'énergie tolérables sont moins faciles à déterminer et que, d'un point de vue accidentel, l'abus a pu avoir lieu plusieurs minutes/heures avant la réaction (ce qui reste parfois possible mais dans une moindre mesure pour le Li-ion).

La seconde hypothèse étudiée est celle d'un défaut interne de type court-circuit entre cellules ou interne à certaines cellules constitutives des modules. Pour tester cette hypothèse, un essai clou a été réalisé. Il n'a pas permis le déclenchement de l'emballement thermique d'un EC. Toutefois, même si ce test démontre une assez bonne résistance de la technologie à ce type d'abus, plusieurs facteurs pourraient modifier l'issue du test : vitesse de pénétration, le diamètre du clou et la position de percement. Afin de s'affranchir de ces nombreux paramètres de test, un test ne simulant non pas le défaut mais les conséquences d'un défaut, c'est-à-dire un échauffement rapide localisé, sera proposé dans la partie suivante.

Ces essais ont, en outre, permis de mettre en évidence la rapidité avec laquelle un module passe d'un état paraissant stable à une réaction très violente, marquée de manière quasi instantanée par des projections de métal en fusion.

PARTIE 2 : Comprendre les caractéristiques de l'incendie

Cette seconde partie étudie les mécanismes de propagation de l'incendie d'un module et d'une caisse de module LMP en tenant compte du mode de stockage utilisé dans l'entrepôt et d'évaluer le rôle du système d'extinction automatique. Elle comprend des essais d'exposition au feu d'échantillons allant jusqu'à des caisses de modules avec ou sans extinctions.

Les effets observés lors de ces réactions seront analysés pour déterminer si les modules de batteries peuvent être à l'origine des explosions et des projections constatées lors de l'incendie.

L'efficacité des dispositifs de protection incendie communément utilisés dans le domaine de la logistique (mur REI, dispositif de désenfumage) seront évalués en utilisant notamment des outils de modélisation.

Enfin, les analyses de gaz et de particules permettent d'évaluer la dangerosité des substances émises.

6 Essai de chauffe localisée

6.1 Objectif

Cet essai a pour but de tester les conséquences d'un court-circuit interne. En effet, comme cela a été détaillé dans les parties consacrées aux courts-circuits internes (inter-EC et pénétration au clou), les reproductions expérimentales de courts circuits internes sont limitées et leur représentativité peut être discutée. Ici, plutôt que de tenter de reproduire la cause de la défaillance, nous proposons de reproduire ses conséquences, c'est-à-dire un échauffement important, rapide et localisé des couches internes. A cette fin, des protocoles relativement robustes pour les batteries Li-ion ont été développés dans l'ISO 6469-2 ou dans la série 05 du R100, adoptée en GRSP en décembre 2024 ou sont en cours de développement dans des groupes de travail à visée réglementaire (transport marchandises dangereuses). Des détails techniques sont donnés en Annexe 3.

Ici, deux configurations seront testées, la première sur un assemblage de deux EC, emballées dans une multicouche polymère (type pouch cell) et la seconde en module. L'assemblage d'EC est un échantillon préparé spécialement par Blue Solutions pour les besoins de l'essai mais n'existe pas tel quel au format commercial. Dans le cas des modules, il s'agit du plus petit niveau d'intégration existant permettant d'être testé tel quel (possédant un casing). L'implantation du pad chauffant y est cependant imparfaite car, comme décrit en Figure 25, un espace sépare systématiquement le casing de l'empilement d'EC. Ces vides sont remplis de gaz inerte (azote) afin d'éviter l'oxydation des composants et l'enveloppe ne peut donc pas être percée sans affecter les parties actives. Malgré cela, la méthode de chauffe rapide locale a été mise en œuvre mais un second élément chauffant plus grand et puissant a été instrumenté dans le cas où le petit élément chauffant ne permet pas de déclencher l'emballement thermique.

6.2 Essai sur module

6.2.1 Instrumentation et protocole d'essai

Chaque type de pad chauffant est instrumenté en double en cas de défaillance d'un pad et un isolant thermique (plaque d'inerte) est placé au-dessus afin d'éviter la dissipation thermique. L'ensemble est maintenu par des colliers métalliques afin d'assurer un bon contact pad/module.

L'ensemble de cette instrumentation et du positionnement est décrit en Figure 25.

Les caractéristiques du pad chauffant sont les suivantes :

- L1 et L2 :
 - o Taille de pad 2,5 x 2,5 cm,
 - o Puissance : 600 W (100 W/cm²),
 - o Température maximale 800°C,
- Pads chauffants : Mica 1 et 2 ,
 - o Taille de pad : 50 x 15 cm,
 - o Puissance : 3 300 W (4.4 W/cm²),
 - o Température maximale 600°C.

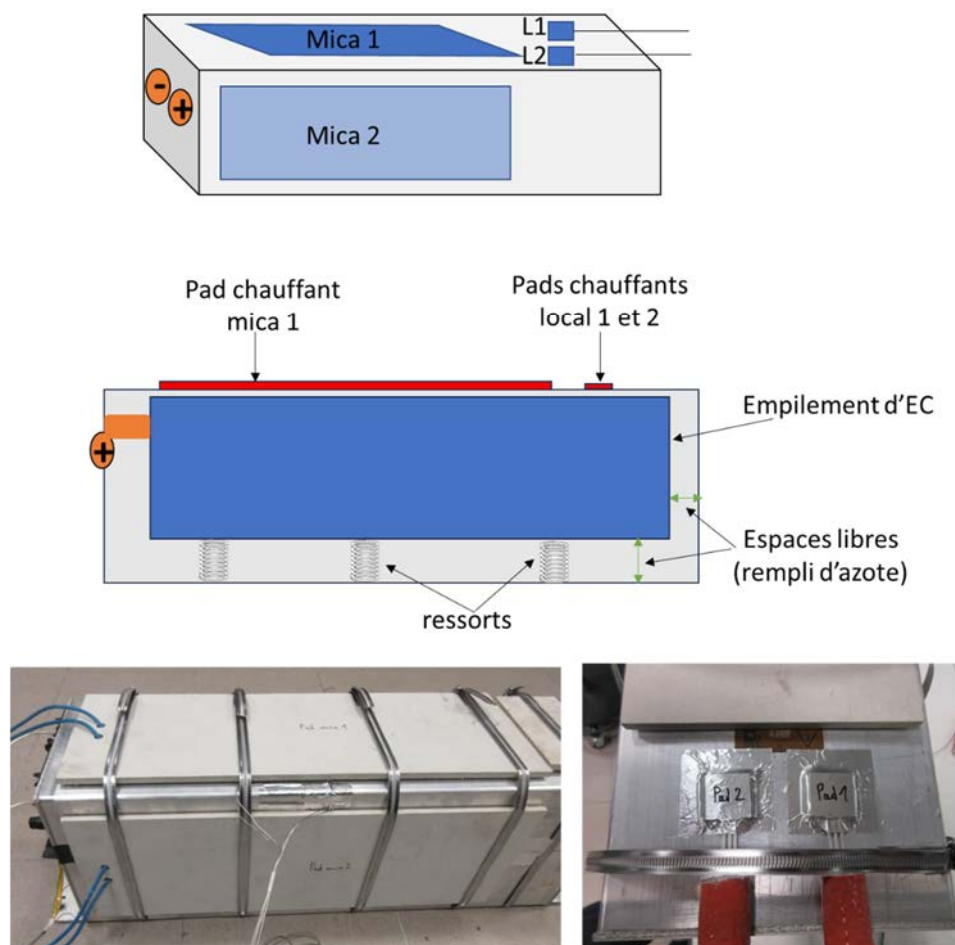


Figure 25 : Implantation des pad chauffants

La Figure 26 et le tableau 3 détaillent le positionnement des thermocouples.

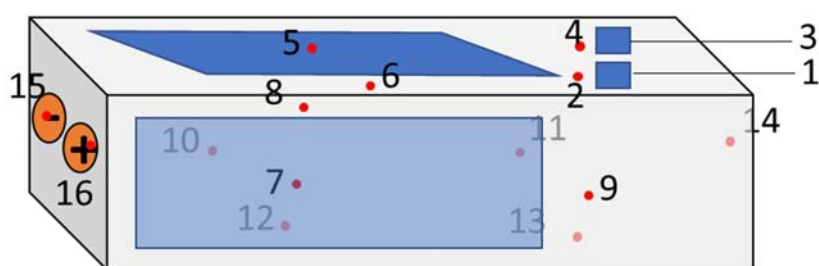


Figure 26 : Positionnement des thermocouples pour l'essai de chauffe localisée

Tableau 3 : Position des thermocouples pour l'essai de chauffe localisée

N° TC	Position
1	TC pad Watlow 1
2	1 cm du pad Watlow 1

3	TC pad Watlow 2 (backup)
4	1 cm du pad Watlow 2
5	TC pad mica 1
6	1 cm du pad mica 1
7	Pad mica 2
8	1 cm pad mica 2
9	Face avant
10	Face arrière
11	Face arrière
12	Face inférieure
13	Face inférieure
14	Face latérale
15	Face latérale tabs -
16	Face latérale tabs +
17	Ambiant
18	Event

Compte tenu des températures élevées attendues, en plus des thermocouples de type K (saturation à 1200 °C), un pyromètre bichromatique pyrospot a été mis en œuvre. Celui-ci permet d'enregistrer des températures allant de 400°C à 1600°C par mesure infrarouge en un point donné (disque de diamètre 2 cm). Lors de cet essai, le pyromètre pointait le centre de la face supérieure du module.

Le positionnement des fluxmètres est présenté en Figure 27.

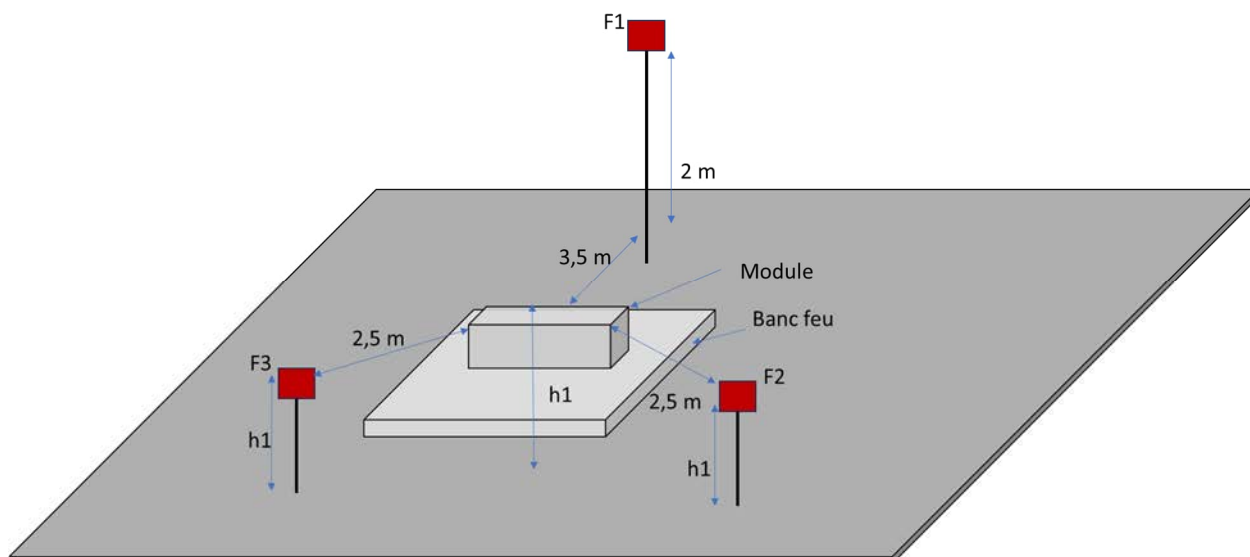


Figure 27 : Disposition des fluxmètres lors de l'essai chauffe rapide localisée sur module

La Figure 28 présente le positionnement du module avant essai.

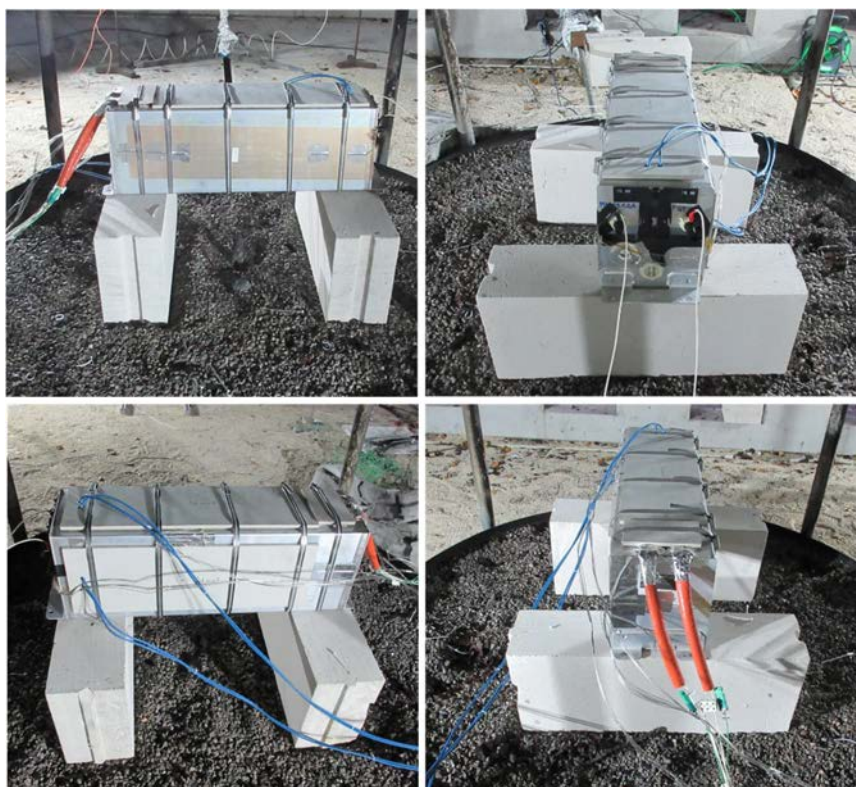


Figure 28 : Photos du module avant essai

6.2.2 Phase de chauffe avec les pads chauffants localisés

La Figure 29 présente les températures mesurées sur et à 1 cm des pads chauffants localisés. Après avoir rapidement atteint les 200°C, le premier pad manque de puissance pour poursuivre l'augmentation de température. Le second pad est alors démarré. Il atteint rapidement 350°C et plafonne à cette valeur.

Environ 1 h après le démarrage du second pad localisé, ils sont arrêtés puis redémarrés. 20 min après le redémarrage, la décision est prise d'arrêter la chauffe avec ces pads. Avec cette méthode, hormis les températures mesurées sur les pads, la température la plus haute atteinte sur le casing en aluminium est de 240°C à environ 1 cm du second pad. Cette température est trop faible pour déclencher l'emballement thermique du module.

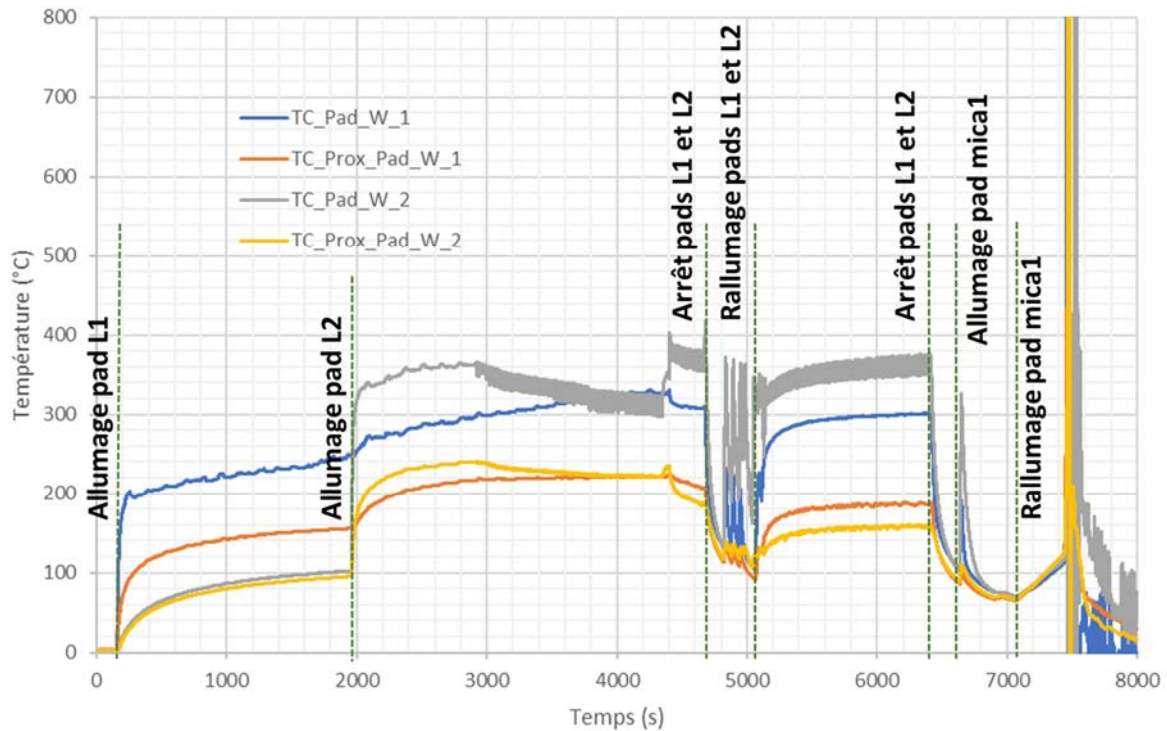


Figure 29 : Températures mesurées par les thermocouples sur et à proximité des éléments chauffants localisés

6.2.3 Pads chauffants mica

La Figure 30 présente les températures mesurées sur et à 1 cm des pads chauffants en mica. Un premier allumage du pad chauffant est rapidement arrêté à cause d'une erreur de manipulation. La température de l'élément chauffant n'aura pas dépassé 300°C.

Environ 2 min après, le pad chauffant est relancé. 420 s (7 min) après le début de la chauffe, le module réagit. La température maximale atteinte par le pad, juste avant évènement est de 715°C. La température enregistrée par le thermocouple « TC_prox_pad_M_2 », placé à 1 cm du pad chauffant (en jaune sur les graphs) est particulièrement intéressante car plus représentative de ce qu'il se passe à l'intérieur du module. A partir du début de la chauffe, celle-ci augmente de manière quasi linéaire jusqu'à 7300 s, où un palier à environ 155°C apparaît. Celui-ci dure 60 s et la température décroît ensuite vers un second palier autour de 120°C. Ce comportement pourrait être attribué à l'absorption de l'énergie par la fusion du Li métal ($T_{\text{fusion}} = 180^\circ\text{C}$). 80 s après, l'emballement thermique démarre.

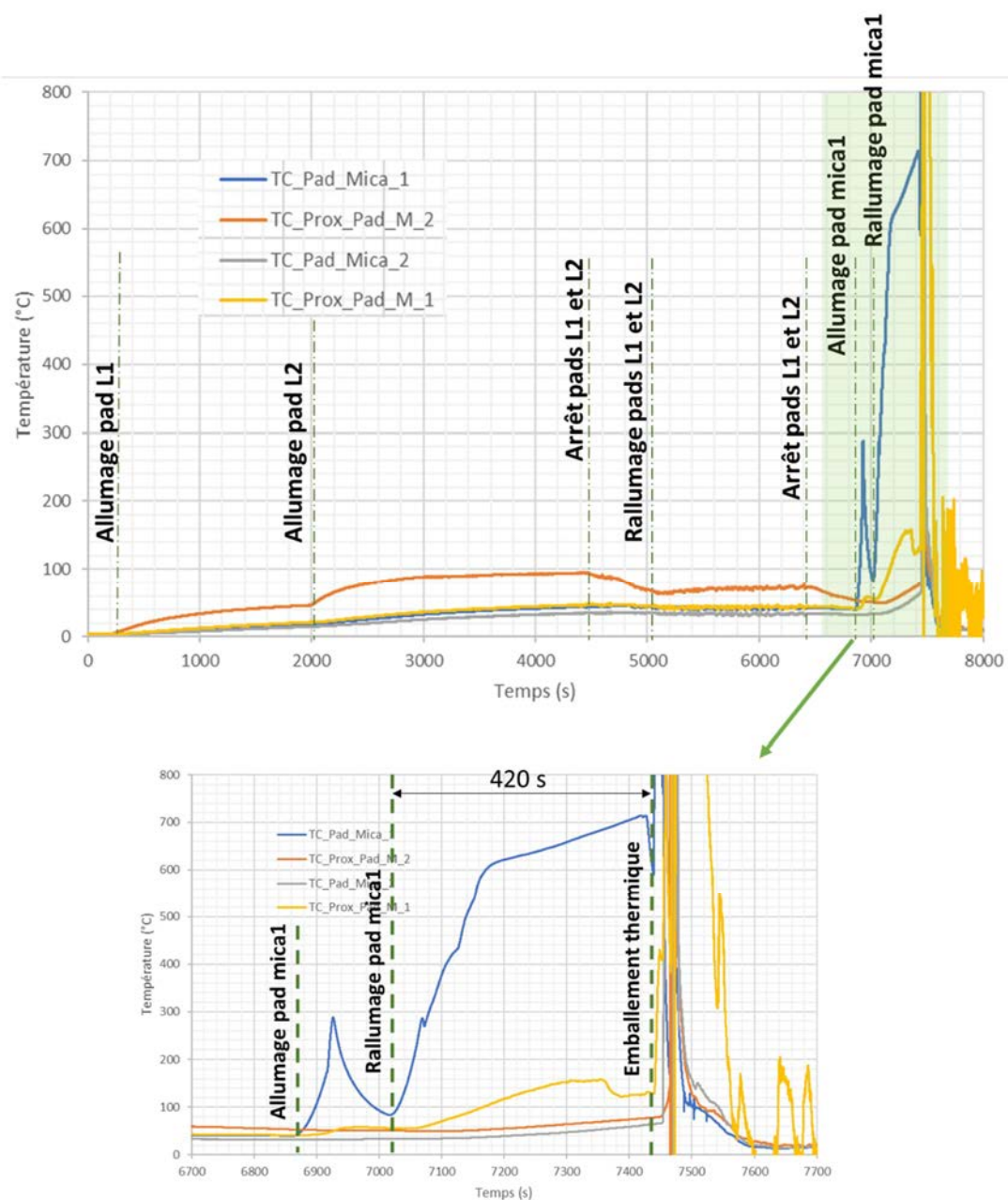


Figure 30 : Températures mesurées par les thermocouples sur et à proximité des éléments chauffants en mica

La Figure 31 présente des extraits de la vidéo de l'essai et la Figure 32 ceux de la caméra IR. Les premières fumées sont constatées 5 min 54 s avant le début de l'emballement. L'origine de ces fumées est incertaine. Dès que le premier signe d'inflammation apparaît, les effets sont immédiatement très prononcés et la réaction de combustion s'accompagne de projections attribuées à du métal (Li) en fusion. Ces projections ne sont pas retrouvées sur des batteries Li-ion et sont caractéristiques de l'emballement thermique de ce type de batteries (contenant du Li-métal). Durant les 30 premières secondes, les effets se font ressentir principalement par la face avant (cf. Figures 32 et 33). La face opposée perce ensuite et l'ensemble du module devient rapidement entouré de flammes. 1 min après le début de l'emballement thermique, la réaction est pleinement développée. D'importantes projections de métal en fusion, associées à un éclatement sont parfois observées (cf. $T_0 + 1 \text{ min } 40 \text{ s}$). 2 min 30 après son initiation, la réaction baisse fortement d'intensité même s'il faut encore attendre plusieurs minutes pour constater l'arrêt des flammes.



Figure 31 : Extraits de la vidéo de l'essai de surchauffe par pad module

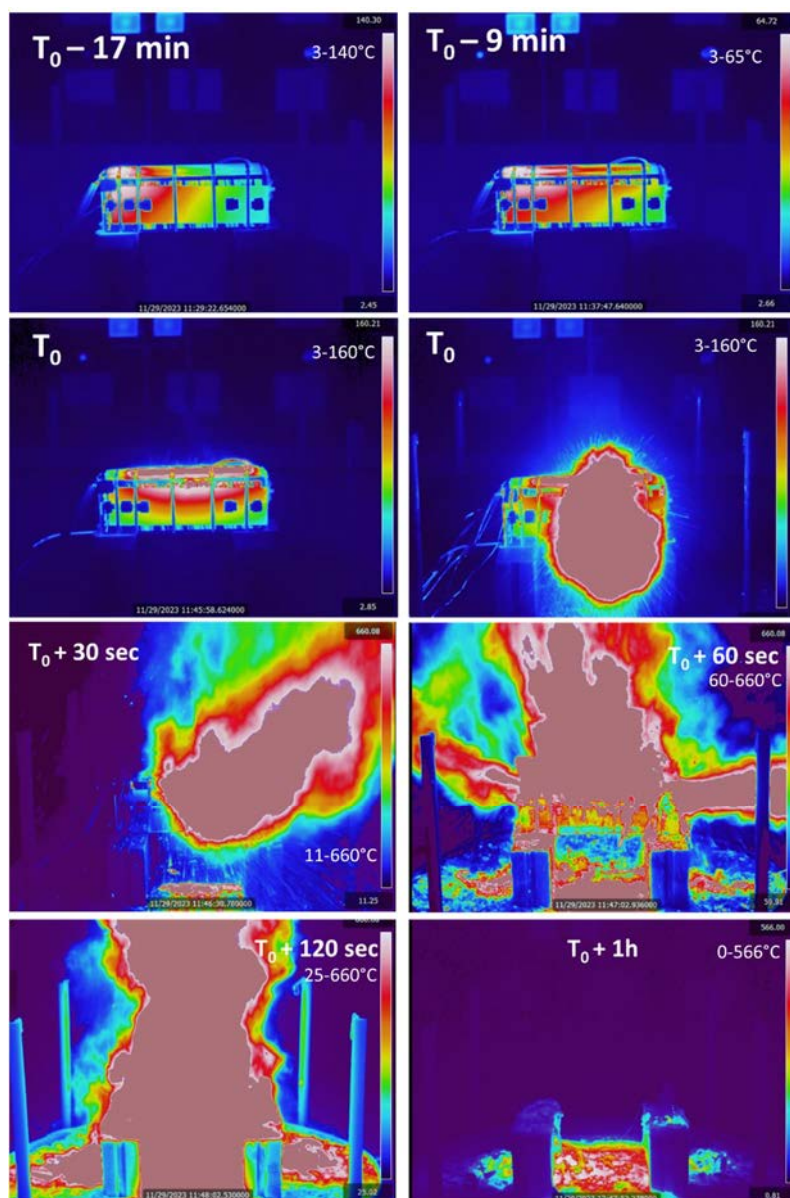


Figure 32 : Extraits de la vidéo thermique lors de l'essai de surchauffe par pad chauffant

La Figure 33 présente l'enregistrement des thermocouples. Dès que l'emballement thermique est atteint, l'ensemble des thermocouples placés sur le module enregistrent une augmentation de température. La face latérale (TC11) semble impactée plus tardivement (15 à 20 s après le début de l'emballement).

Après environ 30 s, l'ensemble des thermocouples enregistrent des températures supérieures à 1200 °C et les températures ensuite enregistrées ne sont plus représentatives.

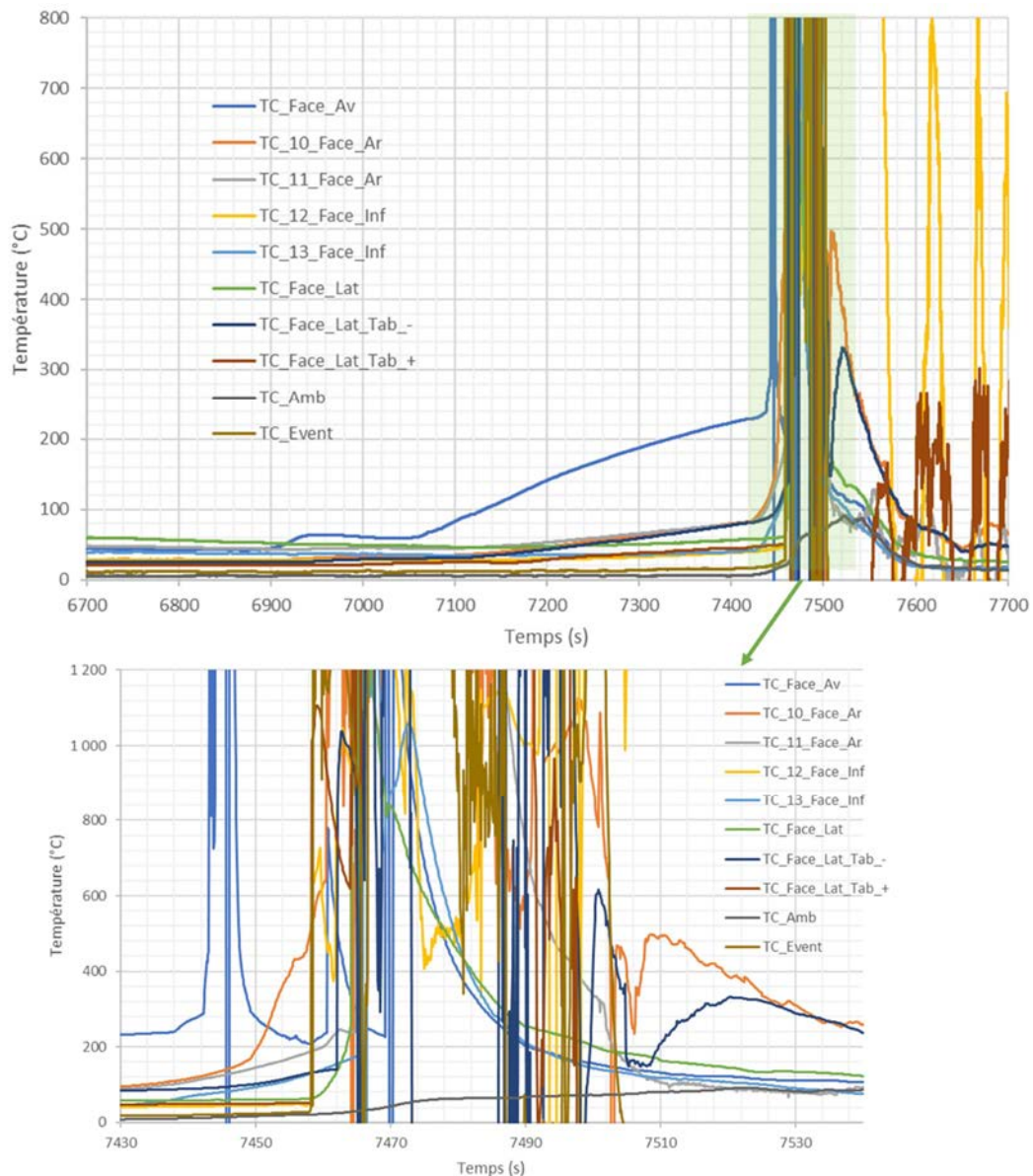


Figure 33 : Enregistrements des températures de peau du module lors de l'essai de surchauffe par pad. Saturation des TCK à 1200°C

Le pyromètre permet de mieux approcher les températures atteintes durant la réaction.

La Figure 34 présente l'enregistrement des températures ainsi mesurées. En tout début de réaction, les températures enregistrées sont très bruitées et difficilement exploitables, cependant, après quelques secondes, il permet de constater que les températures maximales atteintes oscillent entre 1500 °C et 1600 °C, voire dépassent momentanément 1600 °C (valeur limite du capteur).

Après 30 s de températures dans ces valeurs, la réaction, au point visé par le capteur, semble baisser en intensité et retrouve des valeurs autour de 800 °C. 1 min plus tard, une nouvelle augmentation de température culminant à 1400 °C est constatée. Elle peut être liée à la chute/fonte de la paroi du casing découvrant l'intérieur du module où la réaction est plus chaude. 2 min après le début de la réaction, les températures passent définitivement en dessous de 1000 °C.

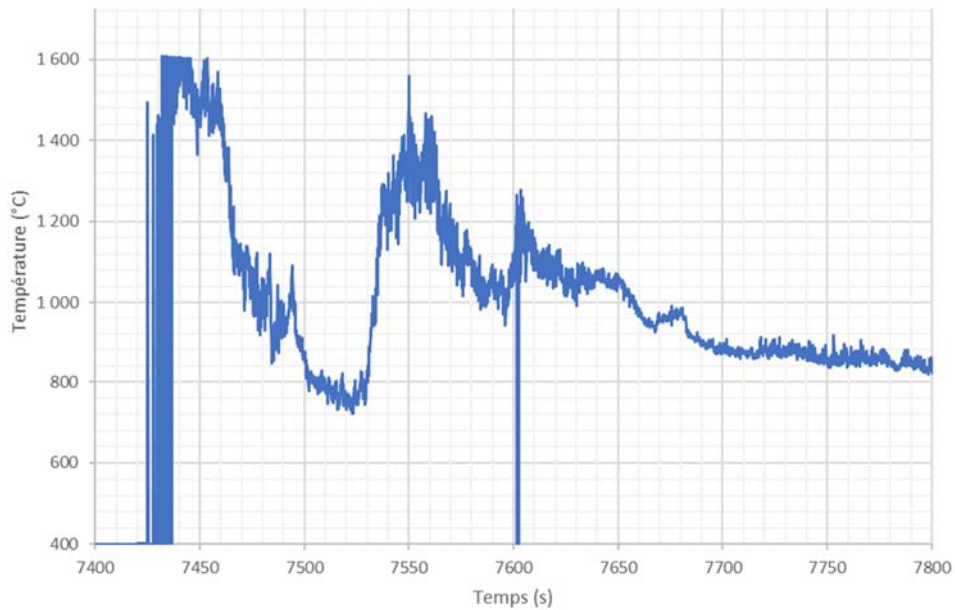


Figure 34 : Température enregistrée par le pyromètre en un point au milieu de la face supérieure du module. Saturation de l'instrument à 1600°C

La Figure 35 présente la tension enregistrée. Une chute légère de tension est décelable 20 secondes avant le début de l'emballement thermique. 20 secondes après le début de l'emballement thermique, la tension chute brutalement de 40 V à 0 V, marquant vraisemblablement une déconnexion de l'empilement d'EC des bornes du module.

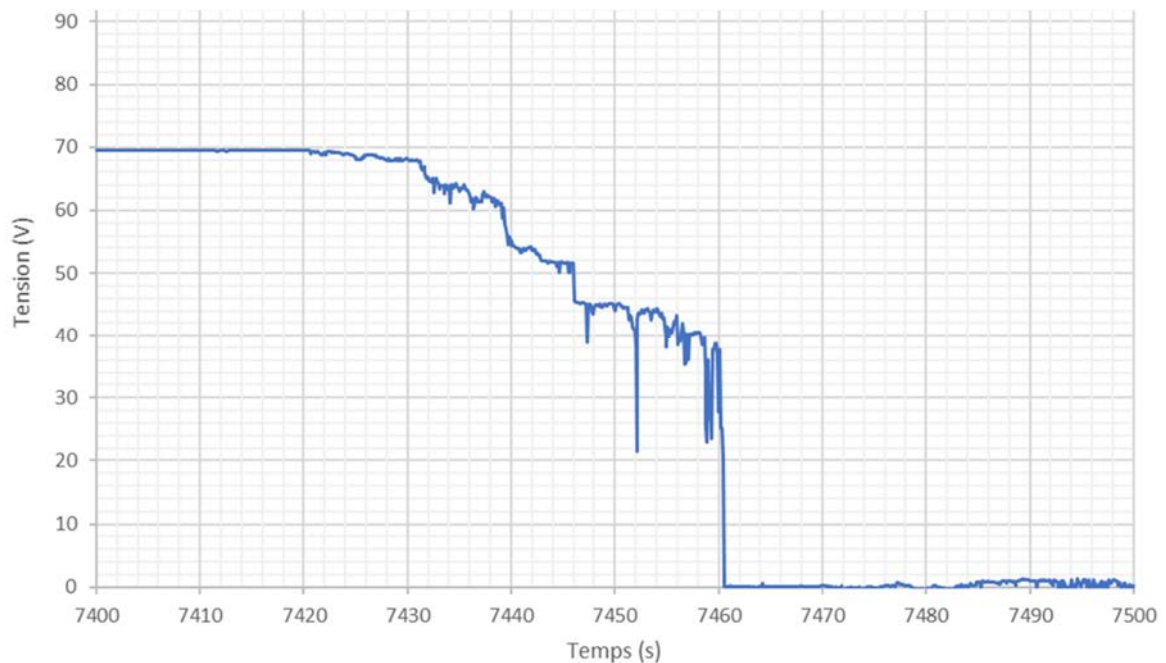


Figure 35 : Tension du module lors de l'essai surchauffe par pad

La Figure 36 présente les flux thermiques rayonnés. Conformément aux autres éléments (thermocouples et vidéo), ils permettent de constater que la réaction dure environ 2 min 20. Un pic proche de 14 kW/m² est enregistré par les deux fluxmètres placés symétriquement de part et d'autre de la face avant, à 2,5 m de l'échantillon. Le fluxmètre 1 enregistre des valeurs inférieures car positionné plus loin (3,5 m). En début de réaction, le fluxmètre 1 enregistre des valeurs encore moindres car il est à l'opposé du côté où la réaction débute. Ces résultats sont plus largement exploités dans le chapitre 12 (Partie 2).

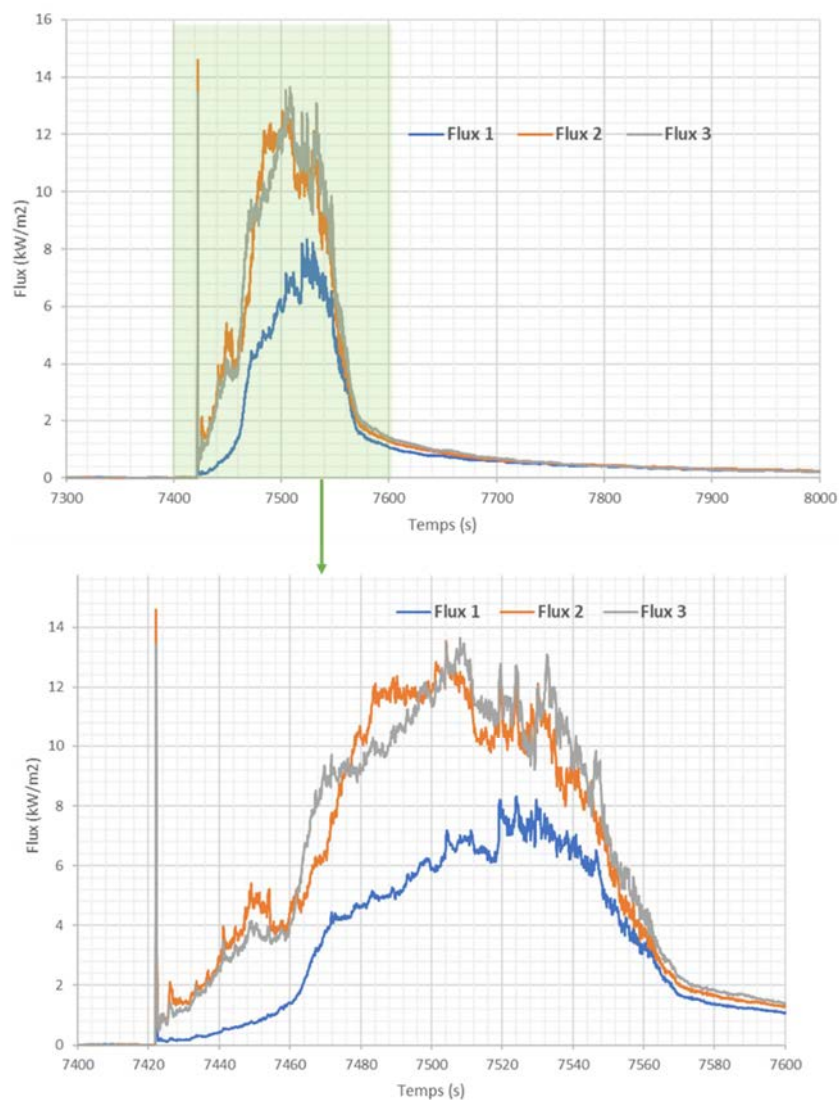


Figure 36 : Valeurs de flux thermiques rayonnés enregistrés lors de l'essai surchauffe par pad module

Enfin, la Figure 37 présente les résidus après essai. De manière similaire aux autres essais ayant conduit à une réaction, l'échantillon est entièrement détruit et des résidus brunâtres sont retrouvés.

La partie 3 de ce rapport est consacré à la caractérisation de ces résidus dans l'optique d'évaluer si les moyens de protection utilisés en phase accidentelle (y compris dans les dernières heures d'extinction) permettent de protéger convenablement les intervenants.



Figure 37 : Photographie après essai

Au final, la chauffe avec un pad de grande dimension et suffisamment puissante a permis de déclencher un emballement généralisé du module. Cette méthode, facile à mettre en œuvre expérimentalement et peu invasive, sera reprise comme moyen de déclenchement pour les essais de propagation (caisse) même si elle n'est pas forcément représentative d'un court-circuit interne localisé.

En revanche, la chauffe rapide localisée n'a pas permis de déclencher d'emballement thermique.

Comme l'électrochimie (EC) est éloignée physiquement de la zone chauffée (casing alu), il est difficile de conclure et un essai sur EC est proposé dans la partie suivante.

6.3 Essai sur EC

6.3.1 Instrumentation et protocole d'essai

Pour cet essai, l'assemblage de 2 EC en série a été équipé de 4 thermocouples tels que décrits en Figure 38.

N° TC	
1	Pad chauffant
2	1 cm du pad chauffant
3	15 cm du pad chauffant
4	Face arrière première cellule en face pad chauffant
5	Face arrière deuxième cellule en face pad chauffant

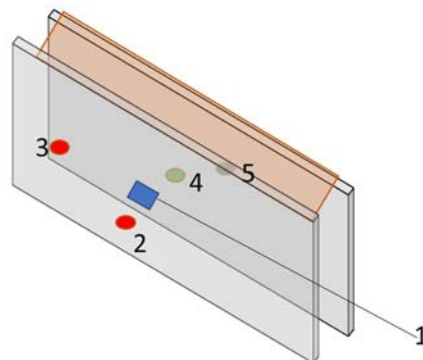


Figure 38 : Positionnement du pad chauffant et des thermocouples pour l'essai sur EC

Le pad est positionné au centre de la face de l'EC et recouvert d'une couche d'isolant souple. Les caractéristiques du pad sont les suivantes :

- o Taille de pad 25 x 25 x 4 mm,
- o Puissance : 600 W (100 W/cm²),
- o Température maximale 800°C.

Afin d'assurer un bon contact entre le pad chauffant et l'EC ainsi qu'une pression sur les EC, le système a été placé entre deux parpaings réfractaires de type siporex de 15 kg chacun.

La Figure 39 présente le dispositif avant essai.



Figure 39 : Montage expérimental de l'essai chauffe rapide localisée sur EC

6.3.2 Résultats

La Figure 40 présente les extraits vidéos de la chauffe avec le premier pad chauffant. 33 s après le début de la chauffe, une légère fumée est visible. 10 s plus tard, une lueur apparaît sous les siporex et de faibles flammes sont visibles l'espace de quelques secondes. Ce moment coïncide avec la perte du pad chauffant (il n'accepte plus de courant). L'hypothèse que nous retenons est une défaillance du pad chauffant. Lors de cette chauffe, aucune donnée n'était enregistrée suite à une erreur d'enregistrement.

Afin de poursuivre le test, le pad chauffant a été remplacé par un second pad du même type, placé au même endroit. Cette fois, par simplicité, aucune couche d'isolant ne sera placée dessus (hormis le siporex). L'essai est relancé dans l'heure qui suit.



Figure 40 : Extraits vidéo de la première chauffe n'ayant pas provoqué d'emballement thermique

Les données de la chauffe avec le second pad ont cette fois été enregistrées et sont présentées ci-dessous en Figure 41. La puissance de l'élément chauffant est progressivement augmentée jusqu'à 300 W, ce qui permet d'obtenir une rampe de température de l'ordre de 17 °C/s au niveau du pad, jusqu'à atteindre 796 °C. A cette température, une rupture de pente est observée et la chauffe s'accélère, probablement portée par une réaction exothermique de l'EC. 50 s après le début de la chauffe, le thermocouple placé sur le pad sature (1200 °C) témoignant de la réaction de l'EC.

On note qu'il reste possible de passer du courant pendant quelques secondes dans le pad, ce qui cette fois permet de conclure à une réaction de l'EC et non une défaillance du pad. 10 s plus tard (80 s), le thermocouple placé à la surface de l'EC abusé enregistre une élévation rapide de température, d'abord jusqu'à 1000 °C puis sature (1200 °C).

La réaction se diffuse sur le premier EC et, 30 s après les premiers signes de réaction, le TC3 placé à 15 cm du pad chauffant enregistre une élévation rapide de température, jusqu'à saturation. C'est à ce moment que la tension du système s'annule une première fois. Il faudra 30 s de plus pour que la réaction se propage au second EC (125 s) (TC 4 et 5).

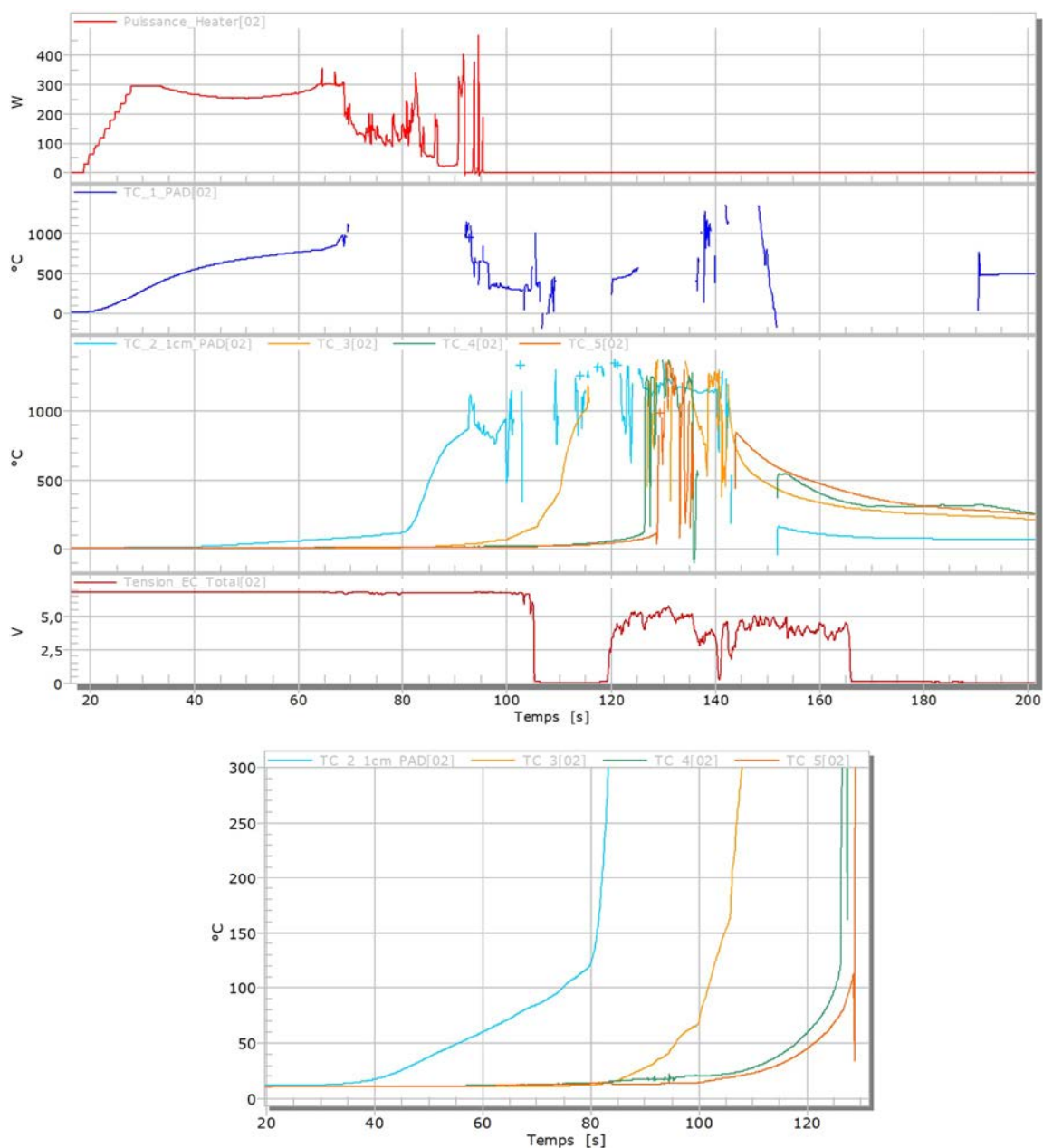


Figure 41 : Données enregistrées lors de l'essai de chauffe externe rapide sur EC

Les extraits vidéos de l'essai présentés en Figure 42 sont en concordance avec la description faite par l'analyse des données. On notera la présence de projections dès les premiers instants de la réaction. Il faut environ 30 s pour que la réaction se développe et devienne intense.

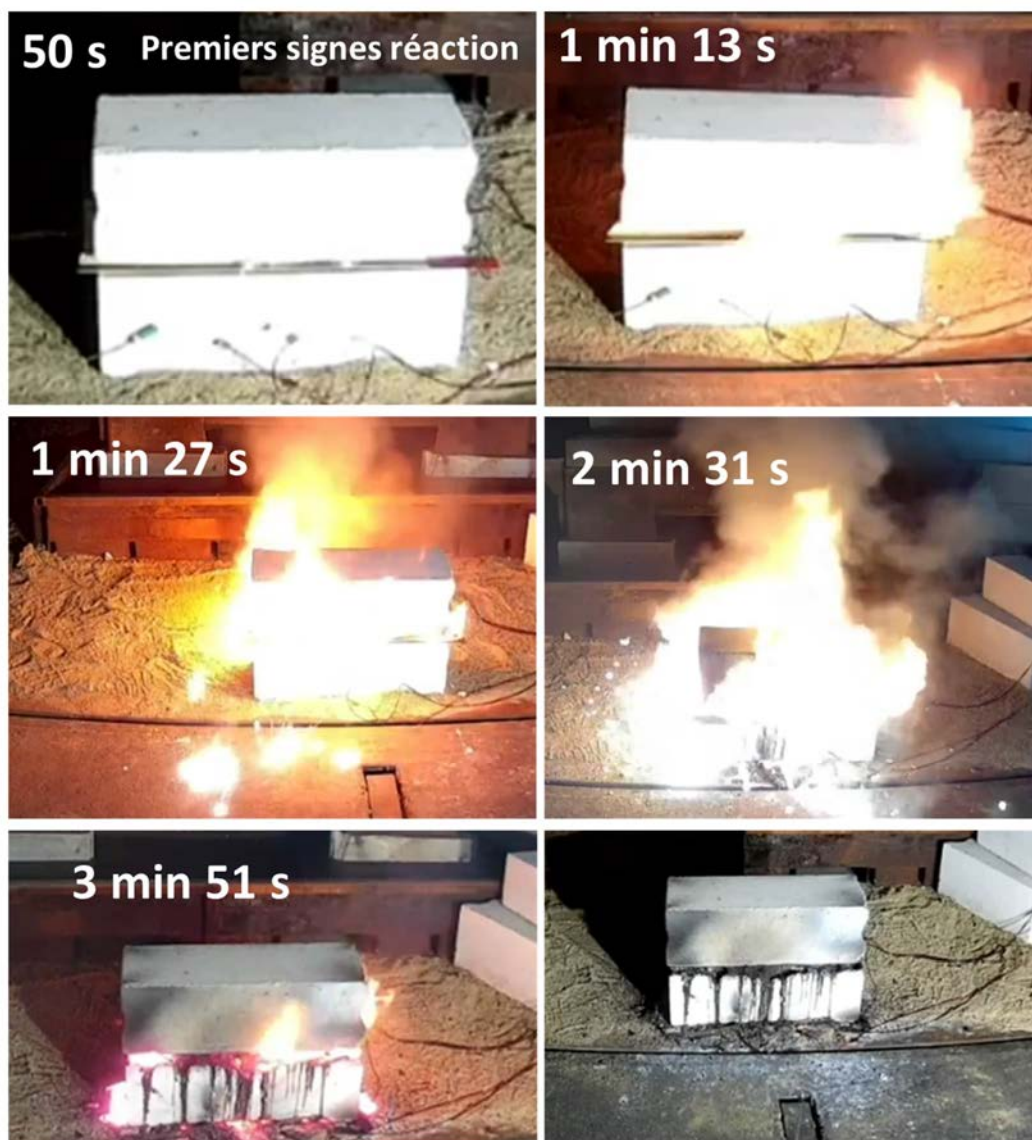


Figure 42 : Extraits vidéo de la seconde chauffe après remplacement du pad chauffant

Une chauffe rapide localisée à la surface d'un EC a donc permis de créer un emballement thermique de l'ensemble de l'EC qui s'est ensuite propagé à l'EC en série placé dessous. En supposant que cet essai soit représentatif de ce qu'il pourrait se passer en cas de défaut interne, il est donc possible de conclure qu'un défaut interne ait pu causer l'emballement thermique d'un EC qui s'est ensuite propagé au module.

7 Comportement d'un module LMP exposé à un flux calibré (essai feu sur module)

7.1 Objectif et description du protocole d'essai

Cette sous-partie a pour objectif de caractériser la réaction d'un module LMP lorsqu'il est en emballage thermique. Cet essai a été réalisé le 18/10/2023.

Plusieurs paramètres importants ont été étudiés :

- o La température à laquelle le module commence à réagir,
- o Le flux thermique dégagé (HRR (Heat Release Rate) et THR (Total Heat Release)),
- o La température maximale atteinte lors de la réaction,
- o Les effets de la réaction (projection, écoulements, ...),
- o La qualification des gaz et particules émises (notamment vis-à-vis des risques toxiques et d'explosion).

Pour cela un module chargé à 100 % est soumis à un flux thermique radiatif, représentatif d'un feu développé. Classiquement, des panneaux radiants sont utilisés pour produire le flux thermique radiatif. La violence de la réaction attendue du module et afin de préserver l'intégrité du moyen d'essai, il a été préféré d'adapter le protocole.

Le module a ainsi été placé au centre d'une virole en acier de 2 mm d'épaisseur, de 40 cm de diamètre et de 80 cm de longueur, elle-même suspendue au-dessus d'un feu de propane. En ajustant la puissance du feu de propane, la puissance thermique radiative reçue par le module a pu ainsi être ajustée. Cet ajustement de protocole empêche une bonne mesure des flux thermiques émis mais permet l'évaluation des autres paramètres recherchés (nb : pour l'étude des flux thermiques émis par un module, se reporter à la partie 6 surchauffe module par pad chauffant).

Le montage expérimental est présenté en Figure 43. Le moyen d'essai est placé au centre d'une chambre d'essai de 300 m³ dotée d'une extraction forcée de 35 000 m³/h s'effectuant verticalement à 7 m de hauteur. Les entrées d'air sont assurées par des ouvertures de 40 x 40 cm² réparties sur tout le pourtour de la chambre.



Figure 43 : Photographies du moyen d'essai

Le module est placé verticalement dans la virole au-dessus d'un lit de sable. Le feu de propane est allumé par un opérateur au moyen d'un chalumeau. L'essai de calibration dont les résultats sont présentés sur la Figure 44 a permis de déterminer que pour un débit de propane fixé à 25 g/s, les températures à l'intérieur de la virole montent progressivement pendant 5 min jusqu'à 400°C environ et le flux absorbé par l'échantillon est alors estimé à un flux compris entre 10 et 15 kW/m² en considérant les effets convectifs et radiatifs.

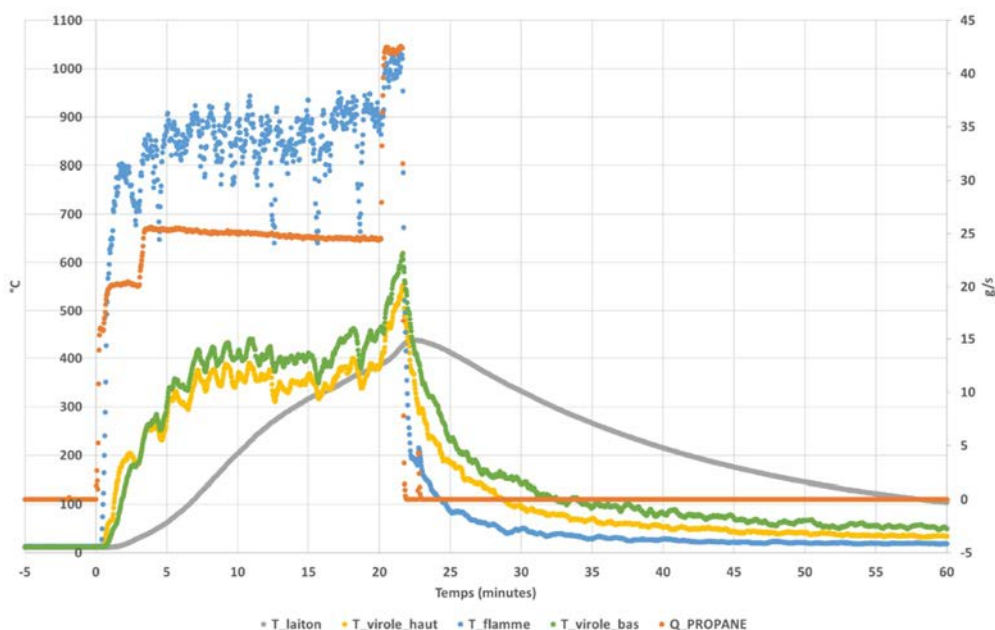
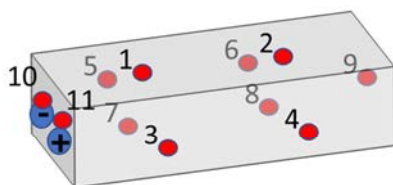


Figure 44 : Paramètres mesurés (températures, flux à l'intérieur de la virole) lors d'un essai à blanc

Le feu est maintenu jusqu'à ce que l'emballement thermique du module soit atteint.

La Figure 45 présente l'implantation des thermocouples.



N° TC	Position
1	Face supérieure
2	Face supérieure
3	Face avant
4	Face avant
5	Face arrière
6	Face arrière
7	Face inférieure
8	Face inférieure
9	Face latérale
10	Face latérale (tabs -)
11	Face latérale (tabs +)
12	Collée intérieur virole haut
13	Collée intérieur virole bas
14	Air intérieur virole
15	Température flamme
16	ambient

Figure 45 : Implantation des thermocouples

Compte tenu des températures élevées attendues, en plus des thermocouples de type K (saturation à 1200 °C), un pyromètre bichromatique pyrospot a été mis en œuvre. Celui-ci permet d'enregistrer des températures allant de 400°C à 1600°C par mesure infrarouge en un point donné (disque de diamètre 2 cm). Lors de cet essai, le pyromètre pointait le centre de la face visible du module (Cf. Figure 46).

Avec ce type de mesure, l'émissivité de la flamme n'étant pas connue (fixée arbitrairement à 0.95), la précision de la valeur de température est de l'ordre de 10 %. A noter que pour une valeur d'émissivité de flamme plus faible, les températures mesurées seraient plus élevées.

Malgré les difficultés posées par la virole pour mesurer le flux thermique émis, un fluxmètre a été positionné à 3,5 m de l'échantillon et à 2 m de haut (hauteur du haut de la virole).

La Figure 46 présente le montage expérimental avant essai.

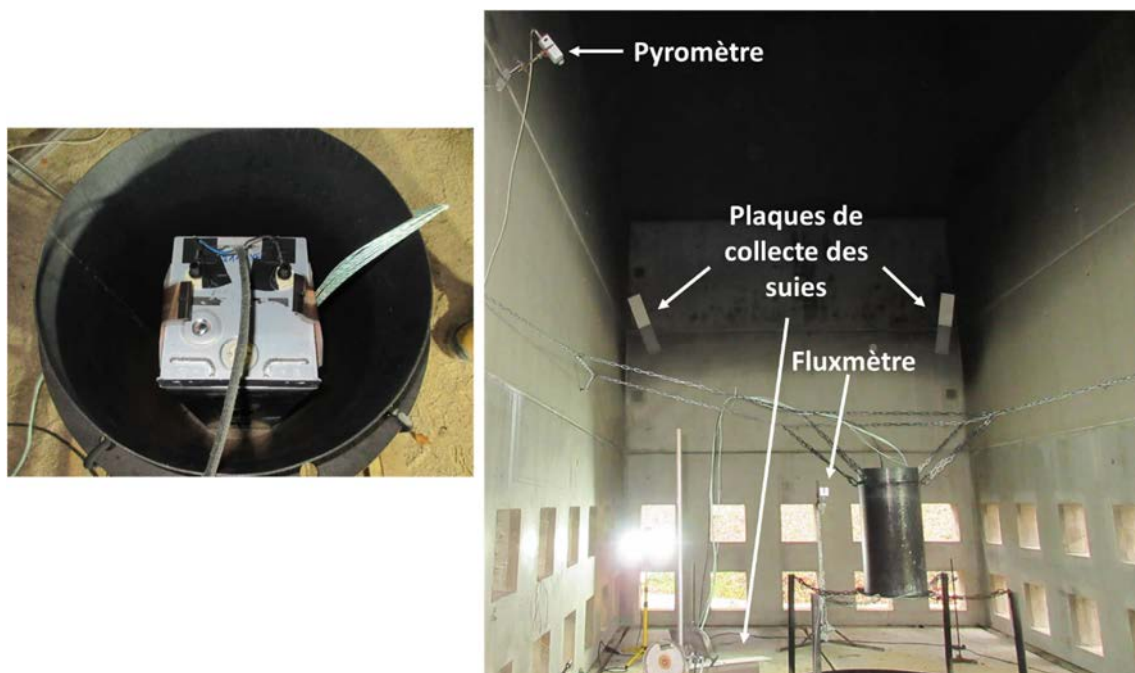


Figure 46 : Montage expérimental de l'essai flux radiatif

7.2 Résultats

7.2.1 Observations

La Figure 47 présente des extraits de la vidéo d'essai. Après allumage du bac feu, celui-ci se stabilise rapidement (30 s). 15 min après l'allumage du bac, une première réaction est observée (projection de gaz, de flammes et de particules incandescentes par le haut de la virole). 6 secondes après ces premiers signes de réaction, l'intensité du feu de propane a drastiquement baissé et la réaction à l'intérieur de la virole semble relativement faible (de légères flammes ressortent). Cette chute d'intensité est marquée par le pic négatif au temps $t_0 + 15,75$ min sur le graphe de débit calorifique (Figure 55). Il faut attendre 30 s pour que la réaction s'intensifie et 36 s pour que des projections importantes de Li en fusion apparaissent. 1 min 20 après le début de réaction, la virole dans laquelle est maintenu le module se perce en deux points au niveau de sa base. 1 min 56 après le début de réaction, la réaction semble atteindre un pic d'intensité, coïncidant avec le pic de flux thermique rayonné mesuré par le fluxmètre et le second pic de débit calorifique mesuré. Environ 2 min 30 s après son initiation, la réaction baisse nettement d'intensité, il faudra ensuite attendre plusieurs minutes pour que la réaction s'arrête.

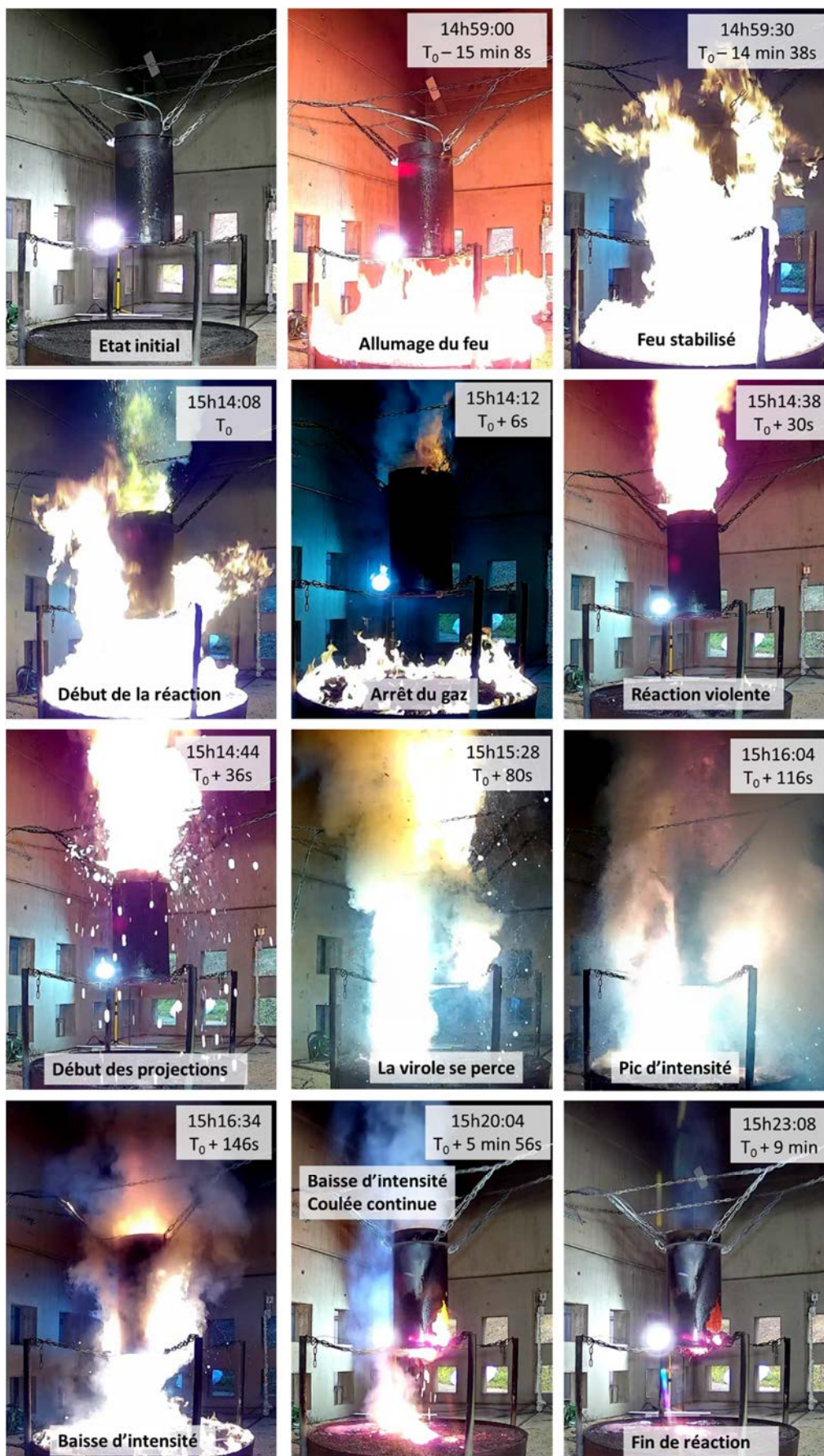


Figure 47 : Extraits de la vidéo de l'essai flux thermique

La Figure 48 présente des extraits de la vidéo enregistrée par caméra infrarouge. Elle permet de constater que, quelques secondes avant la réaction, le bas de la virole a une température de 640 °C.

Dès que la réaction débute, les valeurs maximales de températures dépassent les 660 °C dans les zones blanches et la caméra se sature. Peu d'informations sont exploitables de ces données.

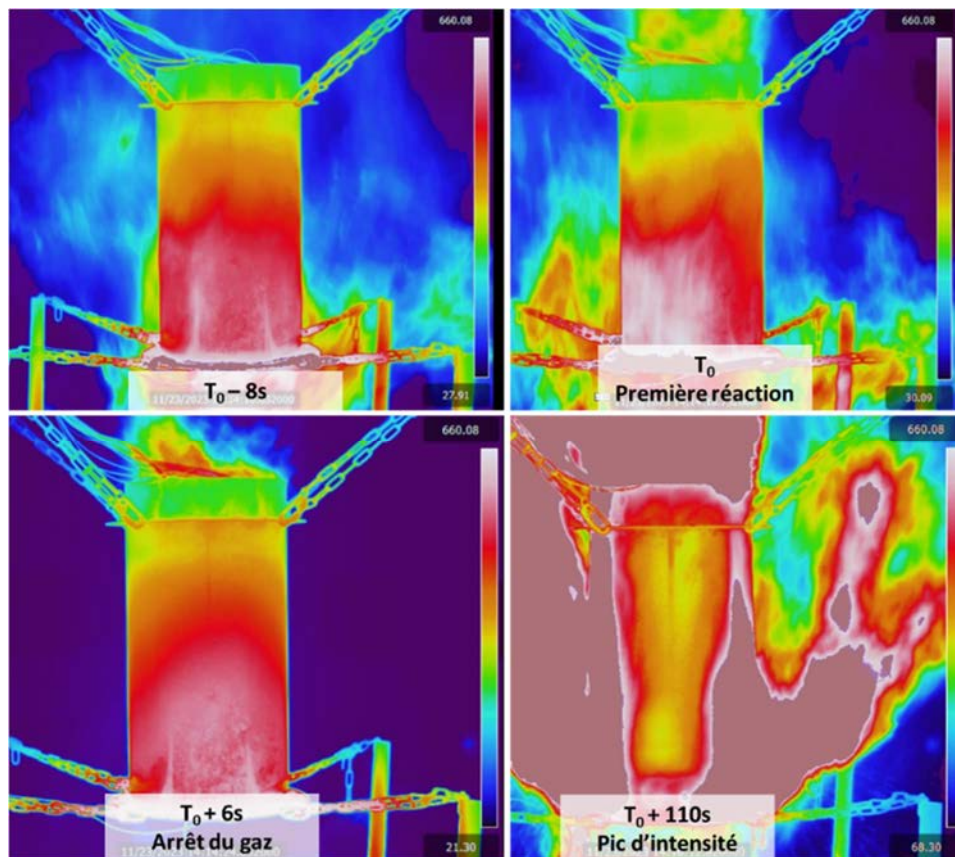


Figure 48 : Captures d'écrans de la caméra infra-rouge lors de l'essai flux radiatif

Les photos après essais sont présentées en Figure 49.

Elles permettent de constater que le module est complètement détruit. Des résidus, rougeâtres sont visibles ainsi que des flaques resolidifiées de métal fondu (probablement l'acier de la virole). La virole en acier (T_{fus} env. 1400 °C) est percée et largement dégradée attestant de températures extrêmement élevées.



Figure 49 : Photographies du montage après l'essai de flux radiatif

7.2.2 Caractéristiques thermiques de l'incendie

La Figure 50 présente les enregistrements de température de l'ensemble des thermocouples. Le thermocouple placé dans les flammes (env. 20 cm sous la virole) enregistre une élévation rapide de température et oscille ensuite entre 800 et 1000 °C en fonction du contact ou non à la flamme. Les autres températures augmentent progressivement. 15 min après l'allumage du feu et que l'échantillon soit soumis à un flux thermique compris entre 10 et 15 kW/m² sur toute sa surface extérieure, le module s'emballe et les températures enregistrées dépassent alors les 1200 °C (limite haute des thermocouples).

La Figure 51 présente une sélection de thermocouples afin de permettre une meilleure visualisation des variations de températures du module. Juste avant l'emballement thermique, les températures maximales enregistrées sur les faces du module sont de l'ordre de 480 °C. Dès lors que la réaction du module débute (1544 s), le feu de propane est stoppé (1550 s) et la température enregistrée par le thermocouple dans le feu décroît. 16 secondes (1560 s) après les premiers signes de réaction, le thermocouple positionné sur la tab (face orientée vers le haut de la virole) dépasse 1200 °C. Il faut 13 secondes de plus (1573 s) pour que des températures supérieures à 1200 °C soient enregistrées sur l'ensemble des faces. Après cela, l'ensemble des thermocouples est saturé et les valeurs enregistrées ne sont plus significatives.

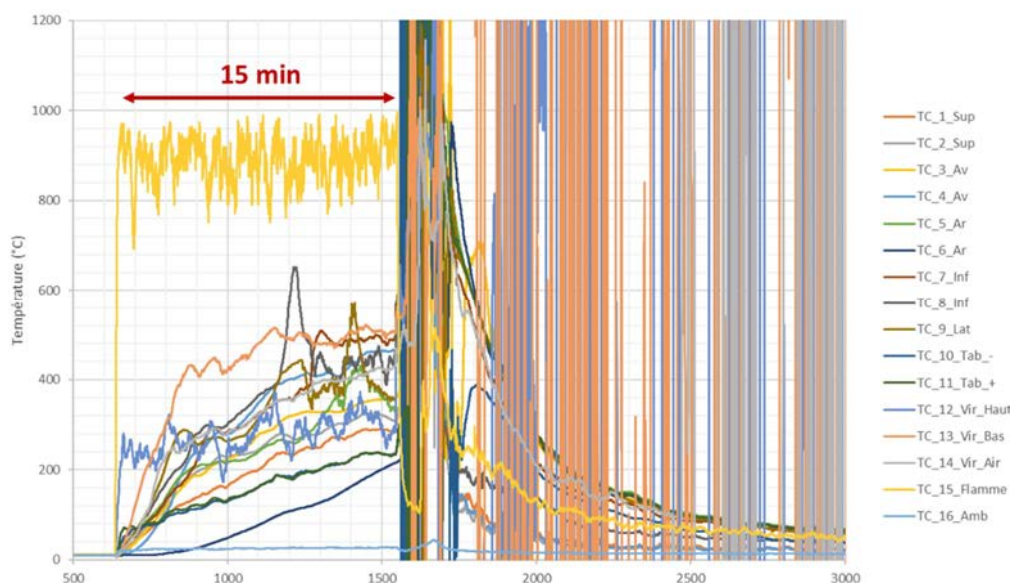


Figure 50 : Enregistrements des températures lors de l'essai flux radiatif

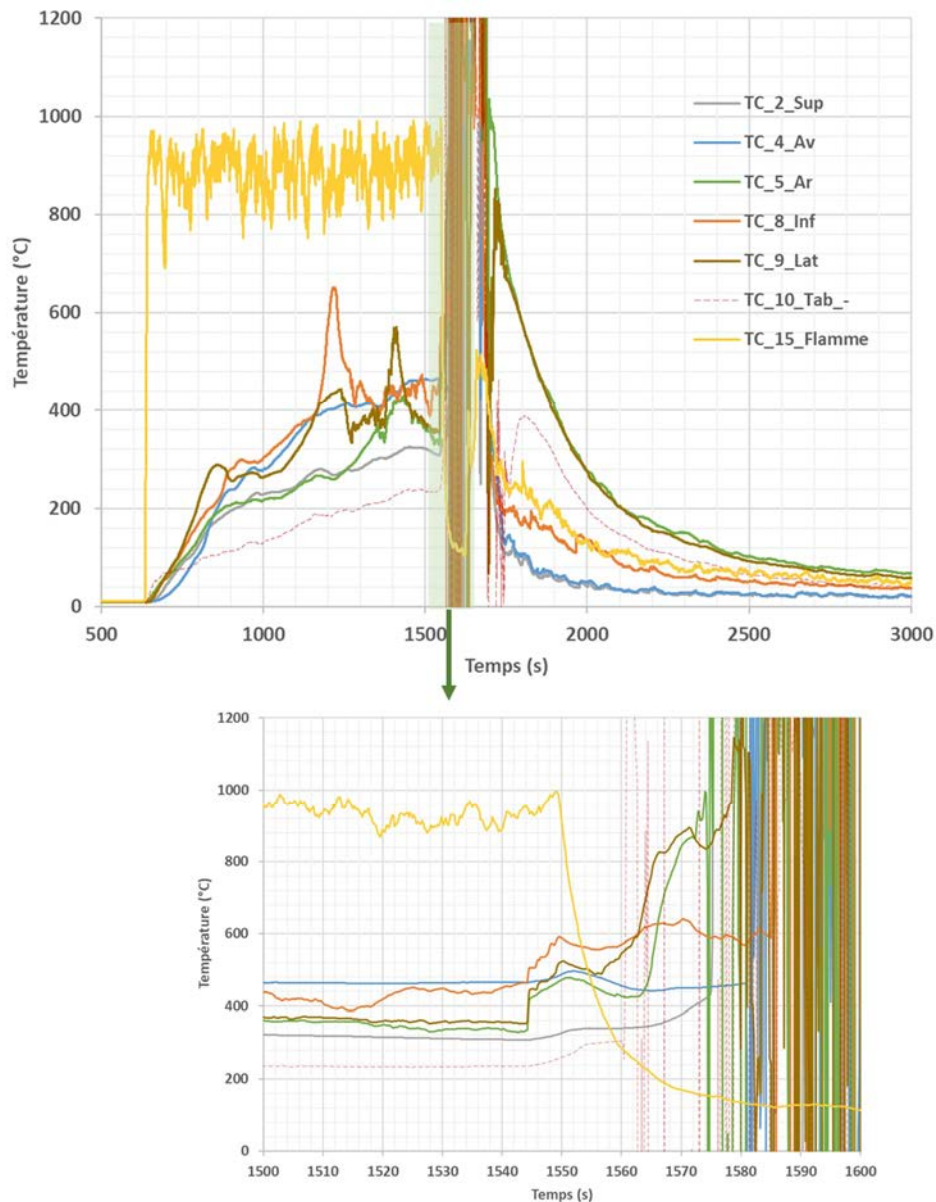


Figure 51 : Enregistrements des températures lors de l'essai flux radiatif (sélection de thermocouples)

La Figure 52 présente l'enregistrement effectué par le pyromètre. Cet enregistrement reflète la température en un point au centre de la face supérieure (proche des bornes). Dès l'allumage du feu, des oscillations très brèves jusqu'à 1400 °C sont enregistrées mais ne sont pas représentatives de la température de la face (perturbation par les flammes). Dès lors que le module réagit (1544 s), la température s'élève jusqu'à osciller entre des températures de 1100 à 1200 °C au plus fort de la réaction. Environ 5 min après le début de la réaction, les températures retombent en dessous de 800 °C.

Il faut noter que les températures ainsi observées n'auraient pas suffi à saturer les thermocouples positionnés sur le module tels que cela a été observé. Les hypothèses les plus probables sont que le montage (avec la virole autour) a gêné la mesure du pyromètre et les valeurs enregistrées ne sont pas celles du module ou le module s'est affaissé en cours d'essai et les valeurs mesurées sont celles de la paroi de la virole.

En conclusion, nous proposons de ne pas retenir ces températures et nous préférons retenir celles qui seront enregistrées lors des autres essais, où le montage sera plus adapté.

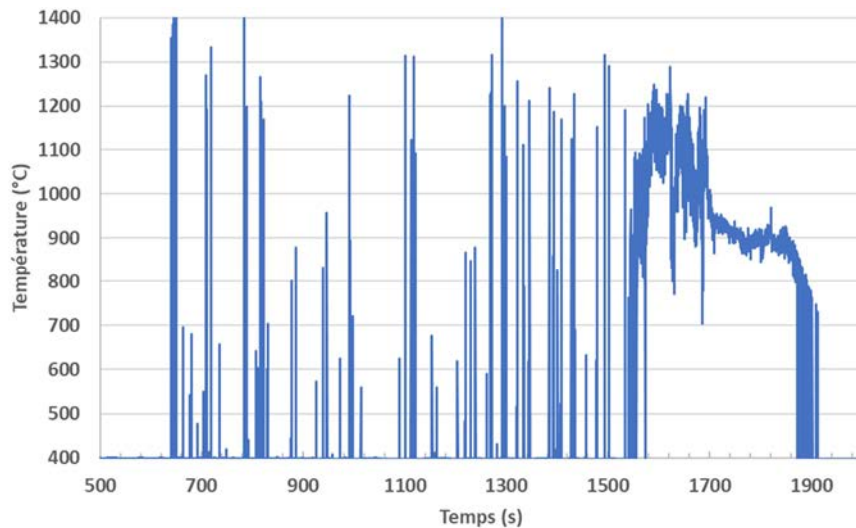


Figure 52 : Enregistrements de la température effectuée par le pyromètre au centre de la face supérieure (proche des bornes)

La Figure 53 présente l'enregistrement de tension effectué lors de l'essai flux radiant. Les premières variations de tension (environ 1 V) se font ressentir à 1542 s, soit 2 secondes avant les premières élévations de températures violentes enregistrées. La tension s'annule environ 1 min après le début de la réaction, ce qui atteste d'une réaction séquentielle des EC à l'intérieur du module.

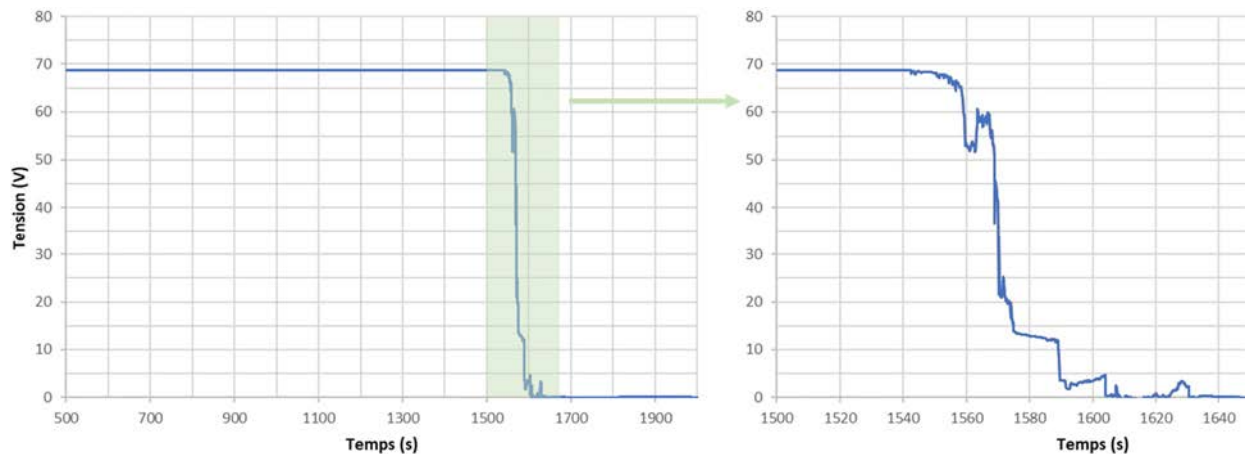


Figure 53 : Enregistrements de la tension du module lors de l'essai flux radiatif.

La Figure 54 présente les flux thermiques enregistrés au cours de l'essai. Conformément aux autres éléments (thermocouples et vidéo), ils permettent de constater que la réaction dure environ 2 min 30.

Un pic proche de 12 kW/m^2 est enregistré par le fluxmètre positionné à 3,5 m de l'échantillon et à 2 m de haut. Ces résultats sont plus largement exploités dans le chapitre 12.

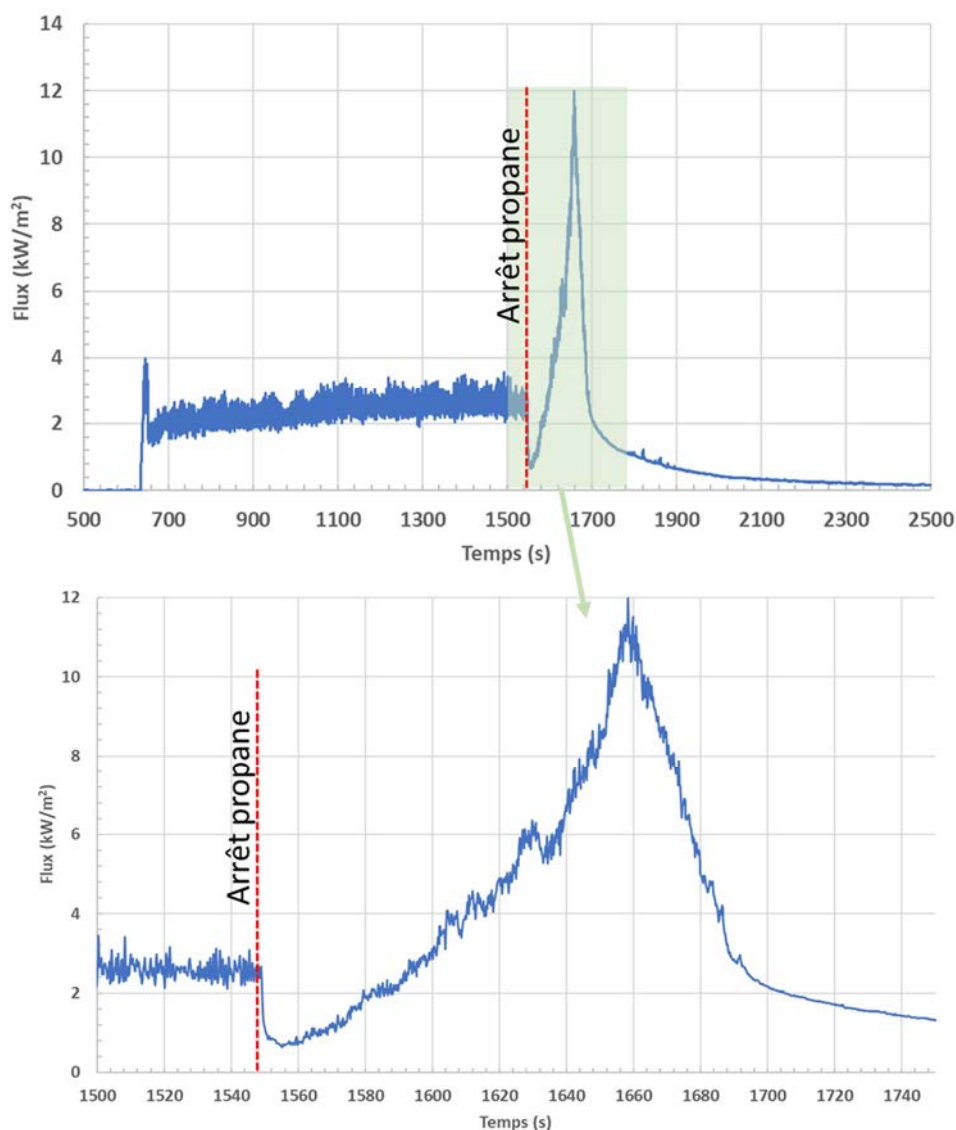


Figure 54 : Enregistrements des flux thermiques

Pour compléter cette mesure, et comme une analyse de gaz a été réalisée lors de cet essai, des valeurs de débit calorifique et de chaleur de combustion ont pu être calculées par CDG et OC. Des détails sur ces méthodes sont donnés en Annexe 4.

La Figure 55 présente ainsi les valeurs de débit calorifique (HRR) calculées par ces méthodes. De l'allumage du feu (T_0) à la réaction du module (15 min), le débit calorifique est entièrement imputable au feu de propane. Celui-ci est stable, entre 1 et 1,3 MW. Dès que la réaction s'amorce (15 min), le feu de propane est stoppé. Un régime transitoire sur une période d'environ 30 s est observé durant lequel il est difficile d'attribuer l'origine de la chaleur de combustion (feu de propane vs module). Après cela, l'entièreté du débit calorifique est attribuée au feu du module.

La réaction augmente progressivement en intensité jusqu'à atteindre un premier pic à 1,8 MW 1 min 30 après les premiers signes de réaction.

Un second pic culminant à 2,4 MW est observé 2 min 10 après le début de réaction. En intégrant ces données, il est possible de calculer l'énergie totale dégagée.

La Figure 56 présente cela. Les valeurs ainsi calculées sont comprises entre 178 MJ et 198 MJ selon la méthode choisie (respectivement CDG et OC).

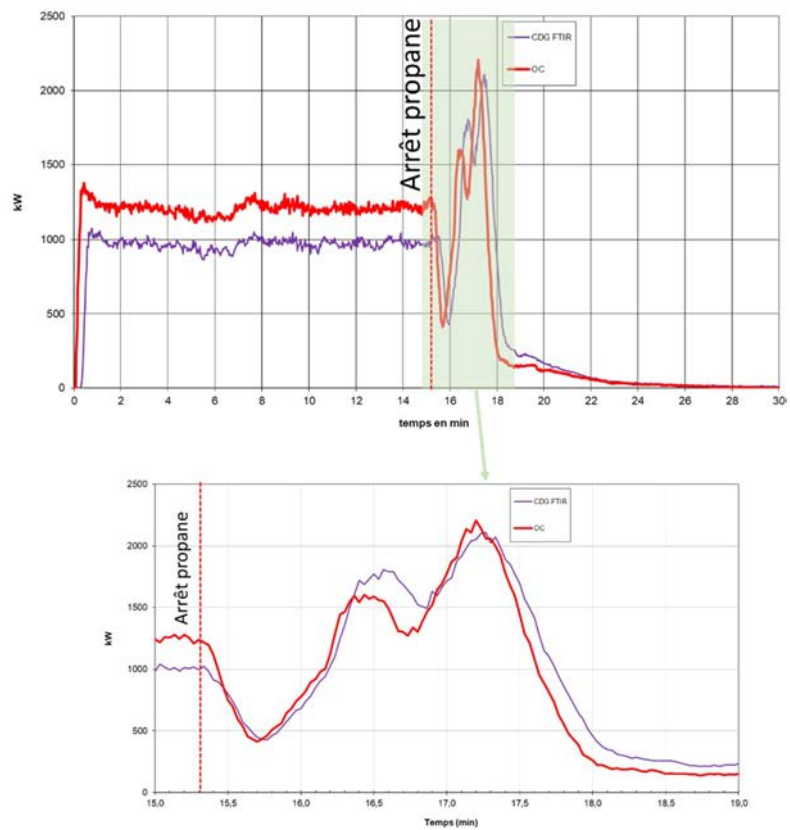


Figure 55 : Débit calorifique (HRR) calculé par CDG et OC lors de l'essai flux radiatif

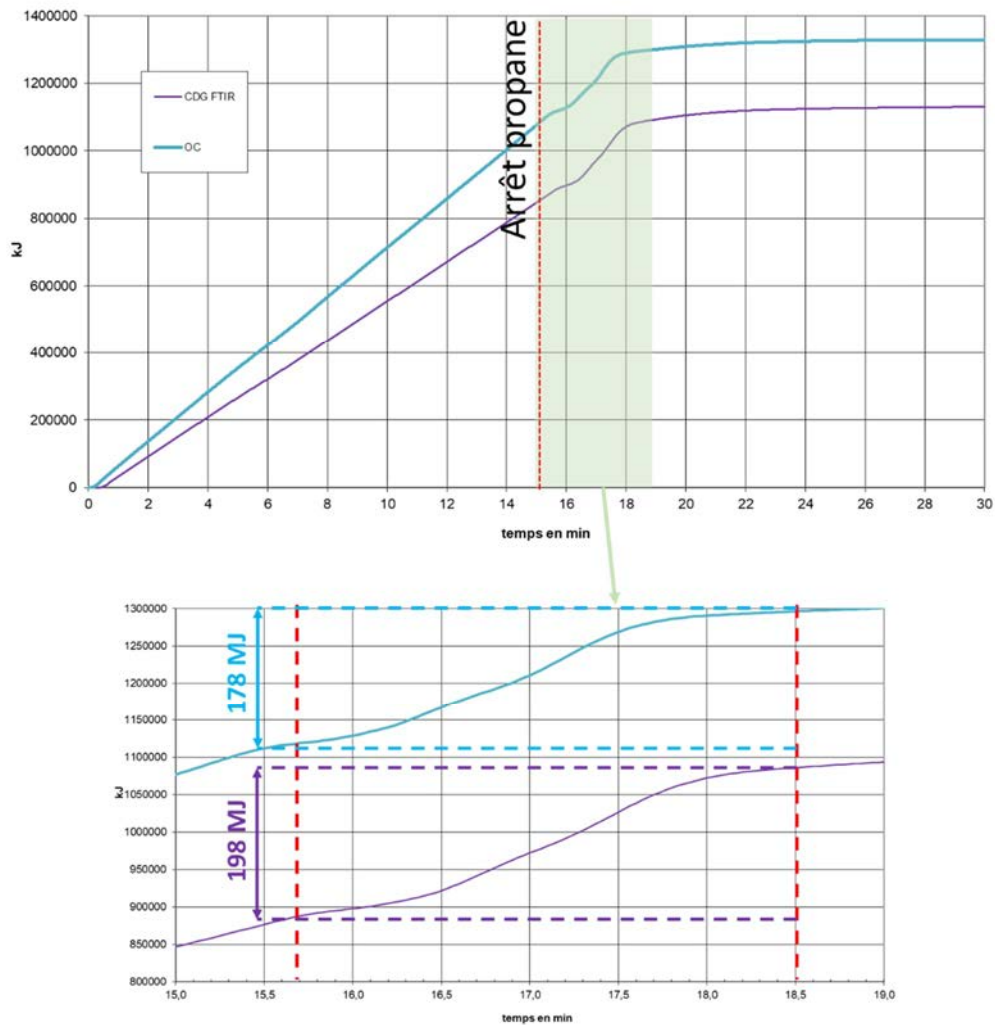


Figure 56 : Chaleur de combustion calculée par CDG et OC lors de l'essai flux radiatif

7.2.3 Estimation de l'émittance de flamme

L'émittance de flamme peut être estimée au moyen du modèle de la flamme solide en postulant que le flux reçu par le fluxmètre suit la formule suivante :

$$\phi_r = \tau FV \phi_0$$

Avec :

- ϕ_r = Flux reçu par le fluxmètre (kW/m²)
- τ = Facteur de transmissivité atmosphérique (-)
- FV = Facteur de vue entre la flamme et le fluxmètre (-)
- ϕ_0 = Emittance de flamme (kW/m²)

Le facteur de vue est l'angle solide entre la flamme et le fluxmètre. Le facteur de transmissivité atmosphérique traduit l'absorption des rayonnements par l'air présente entre la surface radiante et le fluxmètre.

Ce modèle est appliqué au pic de puissance en prenant en compte les hypothèses suivantes :

- une flamme de 2,5 m de hauteur et de 1 m de diamètre,
- un flux rayonné mesuré au niveau du fluxmètre situé à 3 m de la flamme de 11 kW/m²,

L'émittance maximale calculée avec cette méthode est d'environ 170 kW/m². A noter qu'il s'agit uniquement d'une estimation basée sur des observations. Une incertitude forte repose sur la taille de la flamme et la distance entre la flamme et le fluxmètre. Une taille de flamme plus petite conduirait à une émittance plus élevée et inversement. Toutefois, au regard des températures mesurées et des conséquences observées, cet ordre de grandeur d'émittance semble physiquement possible.

7.3 Synthèse

Le Tableau 4 présente une synthèse sur les caractéristiques thermiques observées pendant l'essai.

Type d'agression	Durée de l'agression avant emballage du module (min)	Durée totale de la réaction du module (min)	Débit calorifique maximal (kW)	Energie totale libérée (méthode CDG/OC) (MJ)	Températures maximales mesurées par les TC (°C)	Flux radiatif maximal reçu à 3 m (kW/m ²)	Emittance maximale calculée (kW/m ²)
Flux thermique de 10 à 15 kW/m ²	15	2.5	2400	178/198	> 1200	11	170

Tableau 4 : Synthèse sur les caractéristiques thermiques de l'incendie

Les résultats obtenus permettent de mettre en évidence les points suivants :

- l'emballage du module peut s'amorcer lorsque que ce dernier est soumis à un flux compris entre 10 et 15 kW/m² pendant environ 15 min. Cela laisse supposer qu'un stockage de modules exposé à un feu situé à quelques mètres pendant plus de 10 min est susceptible de s'enflammer ;
- la durée de la réaction est très courte (2,5 min) ;
- l'émittance maximale de flamme issue de cet emballage est de l'ordre de 170 kW/m², caractéristique des feux de métaux.

8 Comportement d'une caisse de modules LMP prise dans un incendie (essai feu sur caisse)

8.1 Objectif et description du protocole d'essai

Cette sous-partie a pour objectif de caractériser la réaction d'une caisse de modules LMP, lorsqu'elle est soumise à un feu externe. Cet essai a été réalisé le 22/03/2024. Plusieurs paramètres importants ont été étudiés :

- o Mesure de la température de début de réaction et de la température maximale de la réaction,
- o Mesure du flux thermique dégagé (HRR et THR),
- o Analyse des effets de la réaction (projection ...),
- o Mesure des gaz et particules émises (traitée dans une partie dédiée).

Lors de l'essai feu, la caisse de modules chargées à 100% était positionnée au-dessus d'un lit de gravier à travers duquel diffusait un débit contrôlé de gaz inflammable (en l'occurrence du propane). Ce système a permis de maintenir une flamme relativement homogène englobant toute la surface de la caisse. Le flux thermique apporté par cette agression à la caisse excède à certains endroits 100 kW/m². L'alimentation en gaz s'est fait sous débit contrôlé et à partir de plusieurs bouteilles de stockage disposées à l'extérieur de la chambre d'essai.

Le montage expérimental est présenté en Figure 57. Le banc d'essai est placé au centre d'une chambre d'essai de 1000 m³ dotée d'une ventilation forcée d'environ 80 000 m³/h.



Figure 57 : Montage expérimental de l'essai feu caisse

La caisse de 7 modules, agencés tels que schématisés en Figure 58 a été placée horizontalement sur deux rangés de parpaing siporex, au-dessus du bac feu. Afin d'améliorer les prises de vues et le suivi de la réaction, la partie supérieure de la caisse ainsi que sa façade ont été retirées. Le feu de propane est allumé jusqu'à l'amorçage de l'emballage thermique.

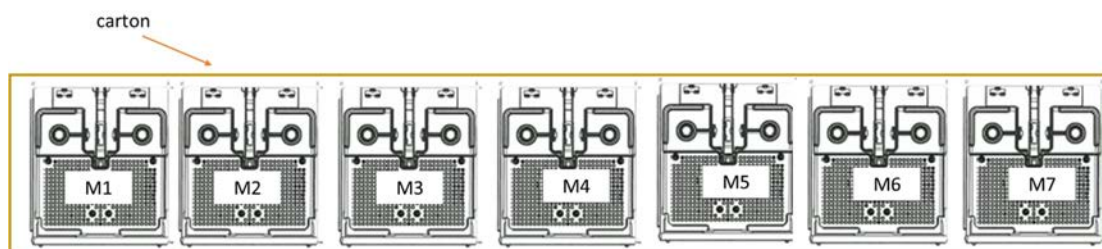


Figure 58 : Agencement des 7 modules dans la caisse

Chaque module était équipé de deux thermocouples de type K, disposés tels que décrits sur la Figure 59. Le positionnement des fluxmètres est détaillé sur cette même figure. La hauteur h_1 est de 135 cm.

Compte tenu des températures élevées attendues, en plus des thermocouples de type K (saturation à 1200 °C), un pyromètre bichromatique pyrospot a été mis en œuvre. Celui-ci a permis d'enregistrer des températures allant de 400°C à 1600°C par mesures infrarouges sur une zone définie. Lors de cet essai, le pyromètre pointait le centre de la face visible (proche des bornes) du module 4 sur une surface circulaire d'environ 2 cm de diamètre.

Il est à noter que, pour cet essai, la caméra thermique utilisée permet un enregistrement des températures jusqu'à 2000 °C et non 660°C comme celle utilisée lors d'autres essais. Comme pour le pyromètre, avec ce type de mesure, l'émittance de la flamme n'étant pas connue (fixée arbitrairement à 0,95), la précision de la valeur de température est de l'ordre de 10 %.

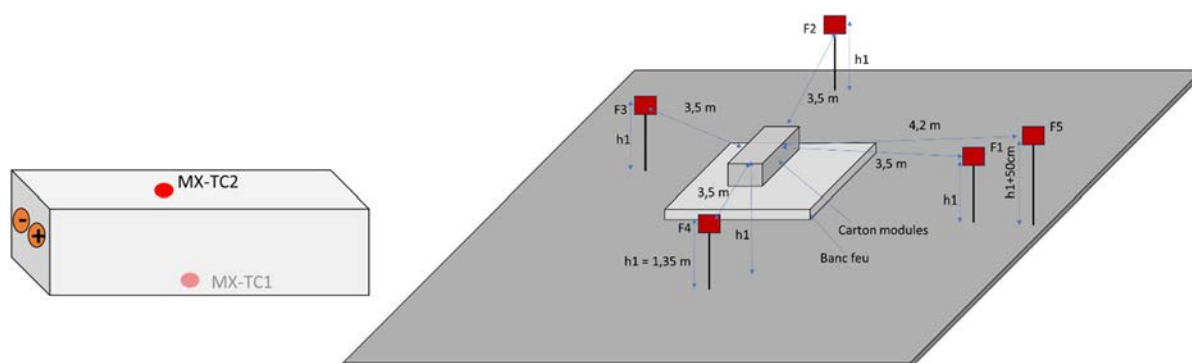


Figure 59 : Disposition des thermocouples et des fluxmètres

8.2 Résultats

8.2.1 Observations

La Figure 60 présente des extraits vidéos enregistrés par la caméra infrarouge et permet de suivre le déroulé de l'essai. Le feu de propane est allumé 11 min avant la première réaction visible d'un module. Il faut noter que du fait de la ventilation forcée et des arrivées d'air pas parfaitement symétriques, le feu de propane tire vers le module 1. Cette asymétrie du feu est assez visible sur les images -3min 52 s et -14 s de la Figure 61. De fait, le module 1 (à gauche de la caisse) réagit en premier. Le gaz est arrêté environ 15 s après les premiers signes de réaction. Le module 2 commence à réagir 2 min 21 s après le module 1. L'ensemble des modules réagiront ainsi de suite, avec des effets comparables à ceux observés lors des essais précédents (projection de métal en fusion, flammes, etc.). Le temps de propagation moyen entre deux modules est de 1 min 30 s tandis que le temps le plus court est de 34 s (module 2 à 3) et le plus long 2 min 21 s (module 1 à 2). Comme la réaction d'un module dure environ 2 min 30 s, le nombre de modules réagissant simultanément ne dépasse pas 2 à 3. 15 minutes après le début de la réaction du premier module, la réaction baisse d'intensité, des flammes restent cependant visibles et les températures sur l'amas de résidus est proche de 1500 °C pendant plusieurs minutes. Une flaque de résidus en fusion reste visible au sol de la chambre d'essai. La température de cette flaque reste au-dessus de 1000 °C plusieurs minutes (3 à 5 min) et dépasse ponctuellement 1200 °C.

A noter que la dynamique de propagation du feu dans cette configuration est plus rapide que celle que l'on observerait en l'absence de feu de propane car ce dernier a contribué dans un premier temps à fragiliser et à chauffer tous les modules. Les temps de propagation observés ici (entre 34 s et 2 min 21 s) sont donc raccourcis par l'agression initiale du feu de propane.

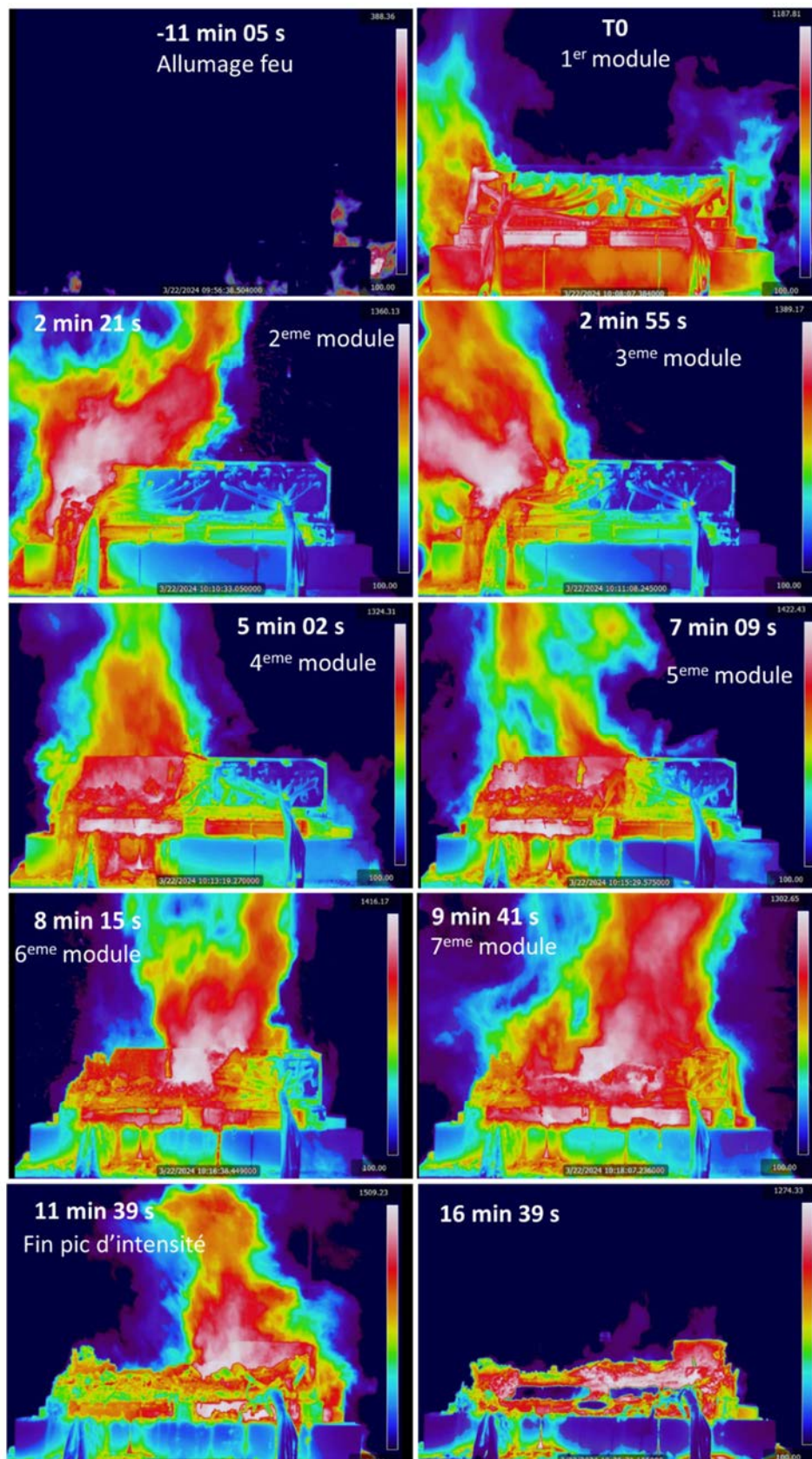


Figure 60 : Captures d'écran de la caméra infrarouge lors de l'essai feu caisse



Figure 61 : Captures d'écran de la vidéo lors de l'essai feu caisse

Les photos après essai sont présentées en figure 62.

De manière similaire aux autres essais, elles permettent de constater que la caisse de modules est complètement détruite. Des résidus rougeâtres sont visibles ainsi que des flaques resolidifiées au niveau du sol.



Figure 62 : Photos prises après l'essai feu caisse

8.2.2 Caractéristiques thermiques de l'incendie

La Figure 63 présente les données enregistrées lors de l'essai. Le TC bac feu permet de constater l'allumage du feu de propane dès lors que des valeurs autour de 900 °C sont enregistrées. Dès que le feu est éteint (11 min 15 s après allumage), les températures enregistrées par ce thermocouple décroissent. La réaction du premier module est marquée par l'augmentation très rapide des thermocouples « M1_TC1 » et « M1_TC2 », dépassant 1200 °C. Dès lors, l'ensemble des thermocouples enregistrent des augmentations brutales et au-delà de 1200 °C, dans un ordre ne correspondant pas à la séquence de propagation observée par caméra infrarouge.

L'ensemble des enregistrements en température est présenté en Figure 64 mais ne sera pas exploité du fait des pertes d'information répétées. En revanche, le pyromètre a pu enregistrer des températures tout au long de l'essai. Durant la phase de feu de propane, le signal est très bruité et ne sera pas exploité.

Dans les premiers moments de la réaction, dès lors que le feu de propane est coupé, le pyromètre enregistre des températures inférieures à 400 °C. Il faut attendre 3 minutes pour que les températures enregistrées dépassent les 400°C sur un signal très bruité. 5 min 25 s après le début de la réaction, le pyromètre enregistre des températures comprises entre 1200 et 1400°C pendant environ 3 minutes.

Cette temporalité coïncide avec ce qui a été observé sur la caméra thermique (réaction du module 4).

Enfin, les tensions enregistrées sont perdues quelques minutes après l'allumage du feu de propane et ne sont donc pas exploitables.

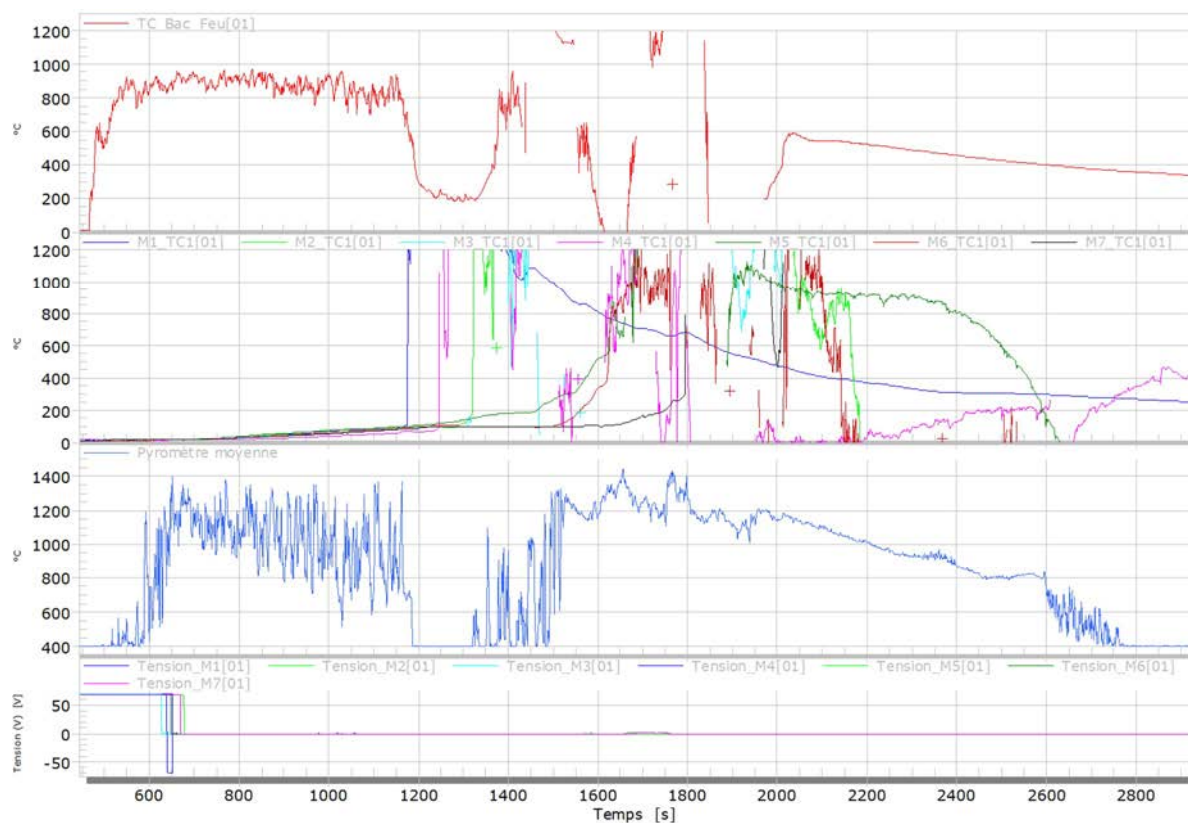


Figure 63 : Données enregistrées lors de l'essai feu caisse

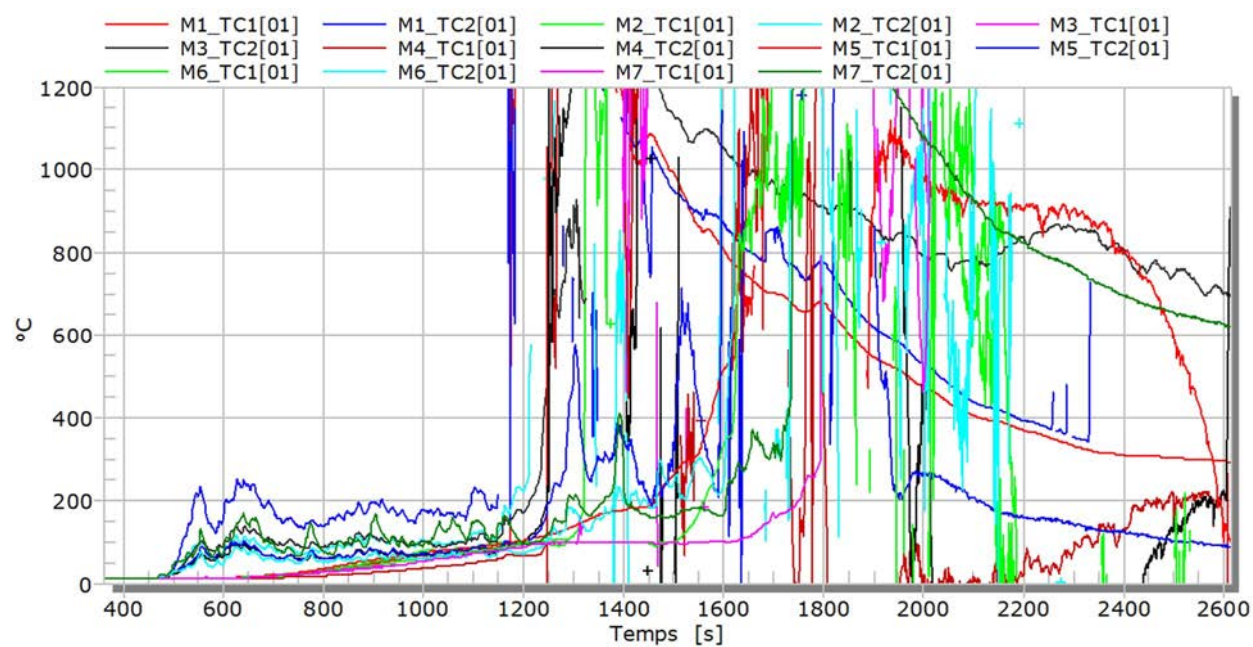
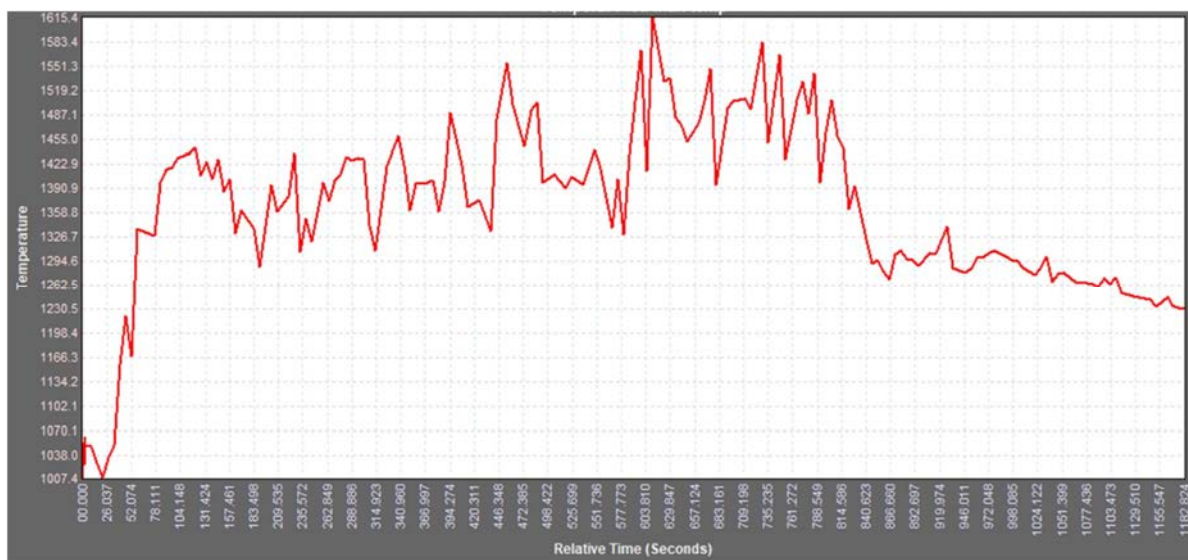


Figure 64 : Enregistrements de températures lors de l'essai feu caisse

En plus des thermocouples et du pyromètre, la caméra thermique permet de collecter des informations sur les températures de surface.

La Figure 65 présente ainsi la température maximale enregistrée par la caméra thermique en fonction du temps. Dès que la réaction des modules a démarré, la température passe en moins de 20 s de 1000 °C (température du feu de propane) à plus de 1300 °C. Tout au long de la réaction, la température oscille entre 1300 et 1615 °C. Cette température est 200 °C plus élevée que la température enregistrée par le pyromètre car la zone concernée (1 pixel soit 0.25 cm²) est plus localisée que la surface moyenne sur laquelle le pyromètre travaille. En confrontant ces deux mesures, il est possible de conclure que la réaction produit des températures de l'ordre de 1400 °C et qui peuvent atteindre très localement 1600 °C.



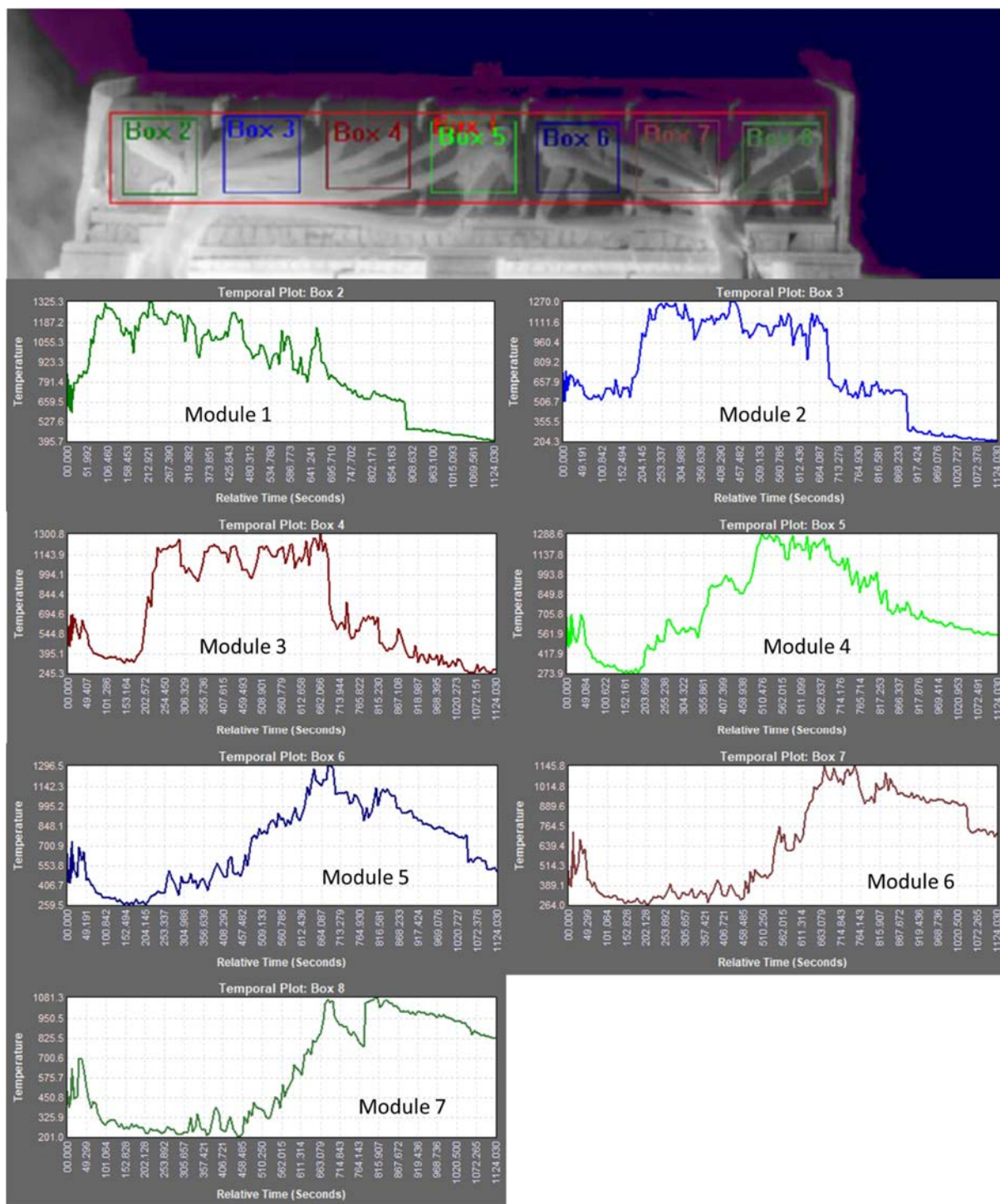


Figure 66 : Extraction des températures moyennes (caméra IR) de chacune des faces des modules

La Figure 67 présente les flux thermiques enregistrés au cours de l'essai. Conformément aux autres éléments (vidéo infra-rouge), ils permettent de constater que la réaction globale dure environ 12 min.

Un pic proche de 22 kW/m^2 est enregistré par le fluxmètre 4 positionné à 3,5 m de l'échantillon et à 2 m de haut. De manière générale, ce fluxmètre enregistre des valeurs de flux supérieures aux autres fluxmètres du fait de son positionnement dans le sens du flux créé par la ventilation forcée orientant les flammes du côté de ce fluxmètre. En fin de réaction, lorsque les modules qui réagissent sont situés à l'opposé, cet écart se réduit. Chacun des pics de cette figure correspond au pic d'intensité d'un module et est cohérent avec les autres analyses effectuées. Ces résultats sont plus largement exploités dans la partie 12.

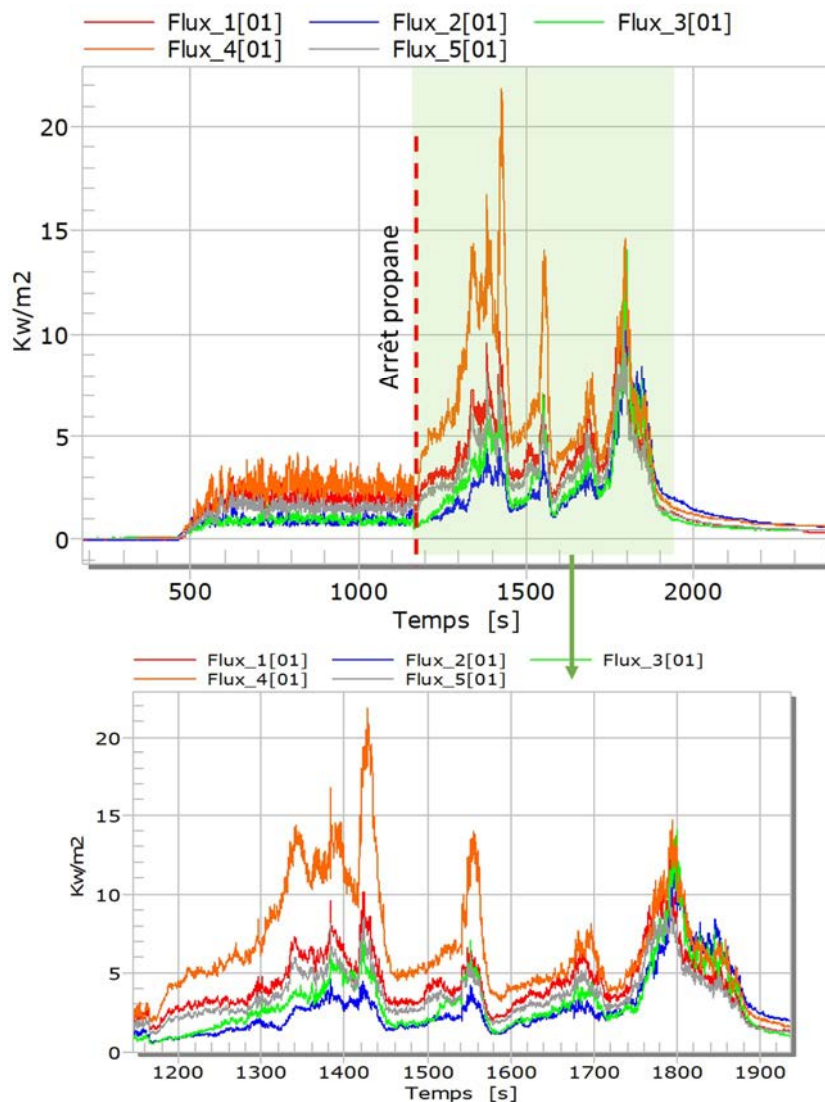


Figure 67 : Flux radiatifs enregistrés par les fluxmètres lors de l'essai feu caisse.

Pour compléter cette mesure, et comme une analyse de gaz a été réalisée lors de cet essai, des valeurs de débit calorifique et de chaleur de combustion ont pu être calculées par CDG et OC. Des détails sur ces méthodes sont donnés en annexe 4. Les deux courbes sont présentées mais nous préférons utiliser les résultats du calcul d'OC pour l'exploitation (moins sujet aux variations de coefficients selon le combustible).

La Figure 68 présente ainsi les valeurs de débit calorifique (HRR) calculés par ces méthodes. De l'allumage du feu (T_0) à la réaction du module (15 min), le débit calorifique est entièrement imputable au feu de propane. Celui-ci est stable à environ 1,5 MW.

Dès que la réaction est observée (12 min), le feu de propane est arrêté. Un régime transitoire d'environ 30 s est observé durant lequel il est difficile d'attribuer l'origine de la chaleur de combustion (feu de propane vs module).

Après cela, l'entièreté de la chaleur de combustion est attribuée au feu des modules. La réaction augmente progressivement en intensité jusqu'à atteindre un premier pic à 4 MW 2 min 30 s après les premiers signes de réaction et correspondant à la réaction simultanée des deux premiers modules. Des pics s'enchaînent ensuite en fonction de la réaction des modules. Le maximum d'intensité est calculé environ 10 min après le début de la réaction et correspond à la réaction quasi simultanée des modules 6 et 7. Ce pic atteint 5,5 MW.

En intégrant ces données, il est possible de calculer la chaleur de combustion correspondante. Les valeurs ainsi calculées sont respectivement 1872 MJ et 2143 MJ selon la méthode choisie, soit une chaleur de combustion d'environ 10,2 MJ/kg, en utilisant la perte de masse mesurée (fig. 69). On rappelle que le PCI du bois est de 18 MJ/kg. Le pouvoir calorifique de la caisse en bois/carton n'est pas pris en compte dans ce calcul car elle a en partie brûlé lors de la phase avant l'emballage du premier module. Ces résultats sont plus largement exploités dans la partie 12.

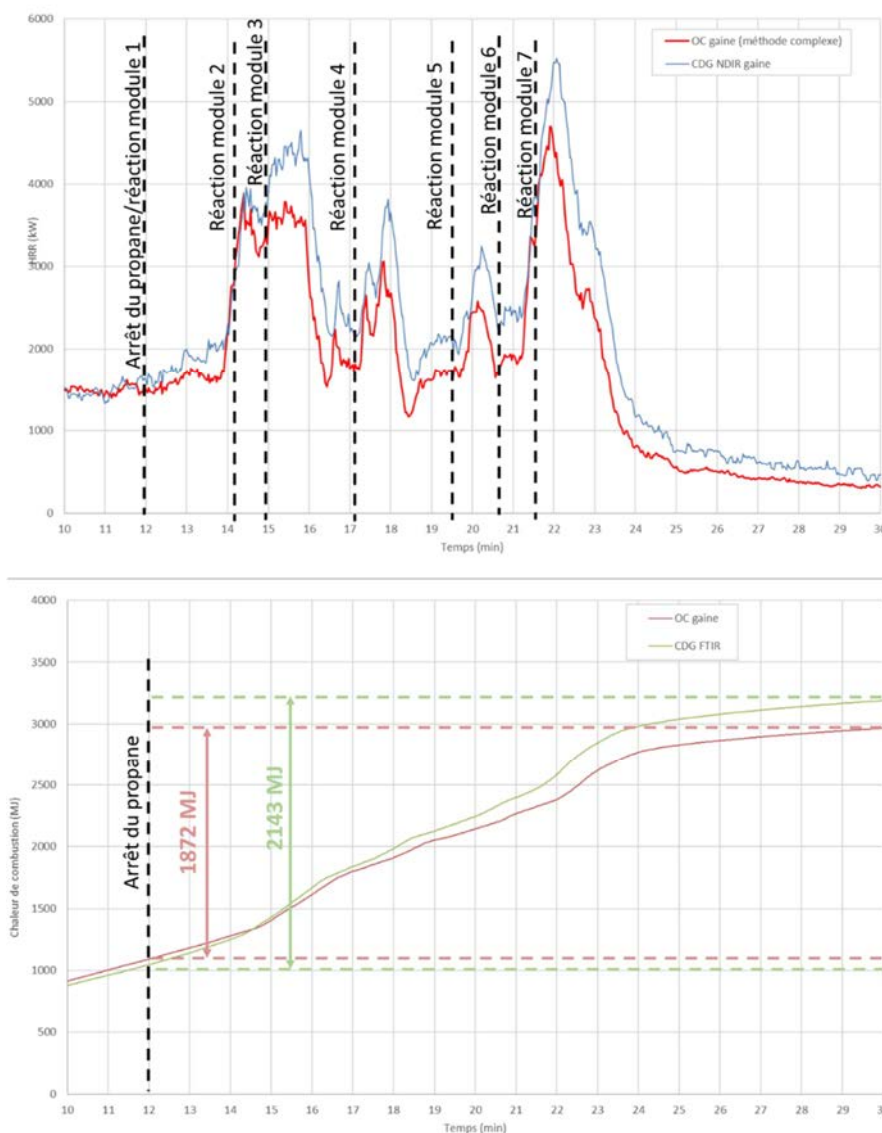


Figure 68 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de feu sur caisse

La Figure 69 présente la perte de masse au cours de l'essai. La perte totale de masse mesurée est de 185 kg soit 2/3 de la masse initiale de l'échantillon. La perte de masse observée pendant les 14 premières minutes est due à l'évaporation de l'humidité présente dans les graviers et le sable disposés au sol et à la combustion partielle de la caisse en carton/bois. La dérivation de cette courbe permet d'obtenir le débit massique qui culmine à 280 g/s 5 min après le début de la réaction. La vitesse de combustion surfacique maximale atteint donc 280 g/m²/s et la vitesse moyenne atteint 185 g/m²/s pendant la durée de réaction des modules (de la 15^{ième} à la 25^{ième} minute). A titre de comparaison, la vitesse de combustion de 2 m² d'heptane (composant de l'essence) atteint 60 g/m²/s.

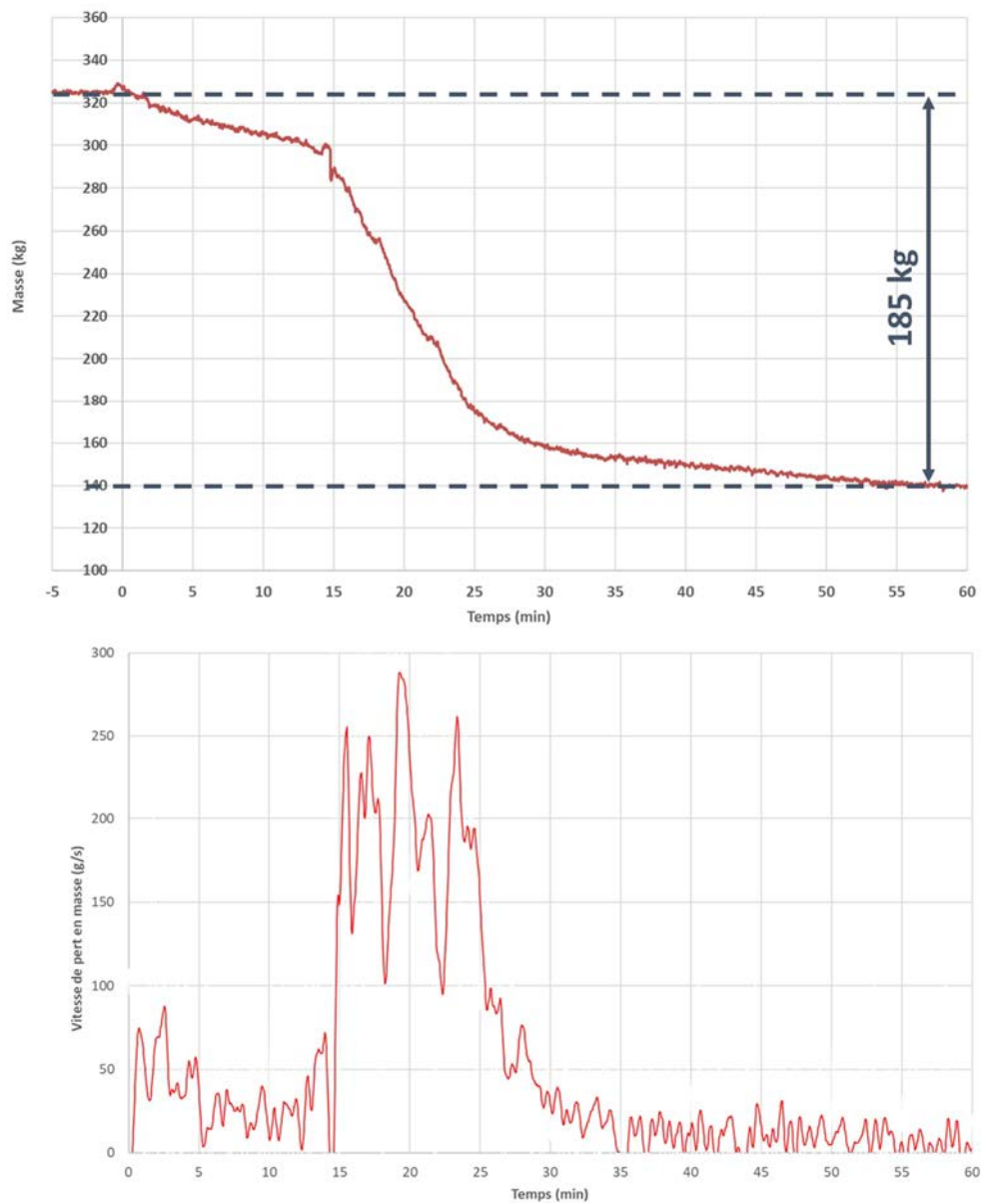


Figure 69 : Perte de masse et débit massique lors de l'essai feu caisse.

8.2.3 Estimation de l'émittance de flamme

Le modèle présenté au paragraphe 7.2.3 est appliqué au pic de puissance en prenant en compte les hypothèses suivantes :

- une flamme de 1,5 à 2 m de hauteur et de 1 m de diamètre,
- un flux maximal mesuré au niveau du fluxmètre F1 situé à 3 m de la flamme de 10 kW/m² (le fluxmètre 4 mesure 22 kW/m² mais l'interprétation de ces résultats est plus difficile car la flamme penche vers ce fluxmètre).

L'émittance maximale calculée avec cette méthode varie entre 165 et 200 kW/m². A noter qu'il s'agit uniquement d'une estimation basée sur des observations à un instant t. Une incertitude forte repose sur la taille de la flamme et la distance entre la flamme et le fluxmètre.

8.3 Synthèse

Le Tableau 5 présente une synthèse sur les caractéristiques thermiques observées pendant l'essai.

Date de l'essai	Nombre de modules testés	Type d'agression	Durée de l'agression avant emballement du premier module (min)	Débit calorifique maximal (kW)	Energie totale libérée (modules seuls) (méthode CDG/OC) (MJ)	Chaleur de combustion (modules seuls) (MJ/kg)	Durée de réaction des modules (min)
22/03/2024	7	feu englobant > 100 kW/m ²	11	5500	1872/2143	10.2	10
Perte en masse (%)	Vitesse de combustion maximale (g/m ² /s)	Vitesse de combustion moyenne (g/m ² /s)	Température maximale mesurées par les TC (°C)	Température maximale mesurée par la caméra thermique (°C)	Température moyenne mesurée par la caméra thermique (°C)	Flux radiatif maximal reçu à 3 m (kW/m ²)	Emittance maximale calculée (kW/m ²)
66	280	185	> 1200	1615	1400	10	165-200

Tableau 5 : Synthèse sur les caractéristiques thermiques de l'incendie

A moyenne échelle, des émittances de flamme élevée ont pu être mesurées dont le maximum a pu être évalué entre 165 et 200 kW/m².

Par ailleurs, les températures observées sont caractéristiques des feux de métaux. L'énergie libérée est environ 10 fois plus élevée que celle mesurée lors de l'essai sur un module. L'énergie libérée lors de cet essai par module est donc plus important. Cela peut s'expliquer par le type d'agression plus intense pour cet essai, un effet d'échelle ou encore la présence de matériaux additionnels (palette, ...).

9 Propagation de l'emballlement thermique d'un module au sein d'une caisse (essai de propagation sur caisse)

9.1 Objectif et description du protocole d'essai

Cette sous-partie a pour objectif de caractériser la possibilité de propagation au sein d'une caisse et entre caisses en cas de réaction d'un module au sein d'une caisse. Cet essai a été réalisé le 07/03/2024. Plusieurs paramètres importants seront étudiés :

- o Analyse de la propagation aux modules et caisses voisines en condition de stockage,
- o Mesure du flux thermique dégagé (HRR et THR),
- o Analyse des effets de la réaction (projection ...),
- o Conclusion sur la possibilité de propagation de l'emballlement thermique d'un seul module au reste de la caisse, voir au reste de l'entrepôt.

Lors de l'essai propagation, deux caisses de modules chargées à 100 % ont été positionnées l'une sur l'autre. Chacune des caisses contenait trois modules devant être chargés à 100 % et 4 boîtiers de modules vides utilisés pour reproduire l'encombrement dans une caisse sans augmenter la charge calorifique (pour assurer la sécurité du moyen d'essai). La disposition des modules et des caisses est présentée en Figure 70.

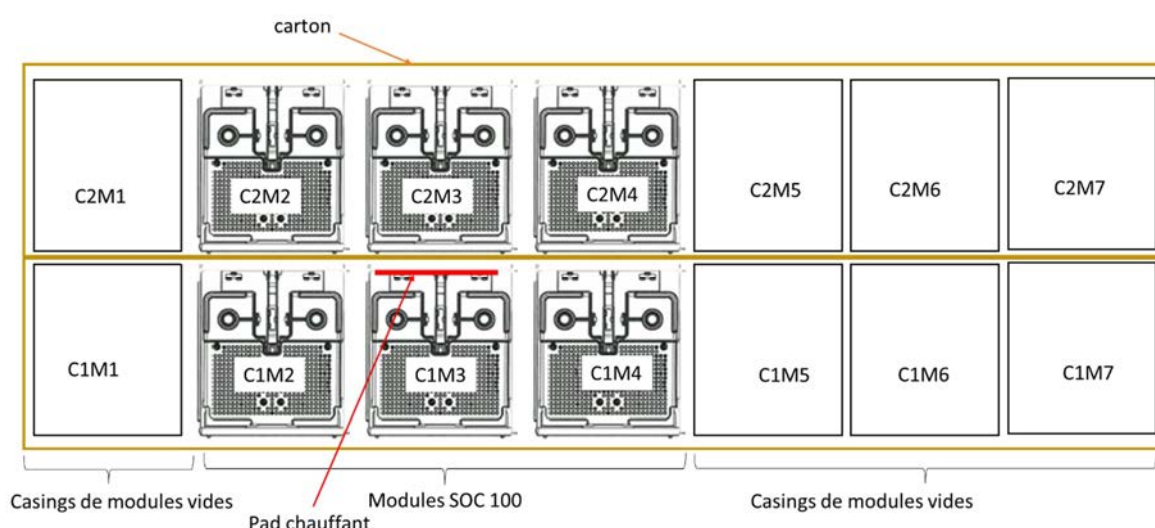


Figure 70 : Disposition des modules dans les caisses.

Le module central de la caisse du bas (C1M3) était équipé d'un pad chauffant ayant les caractéristiques suivantes :

- o Taille de pad : 50 x 15 cm,
- o Puissance : 3 300 W (4,4 W/cm²),
- o Température maximale 600°C.

L'assemblage était placé au centre d'une chambre d'essai de 1000 m³ dotée d'une ventilation forcée de 80 000 m³/h.

Le montage expérimental est présenté en Figure 71.

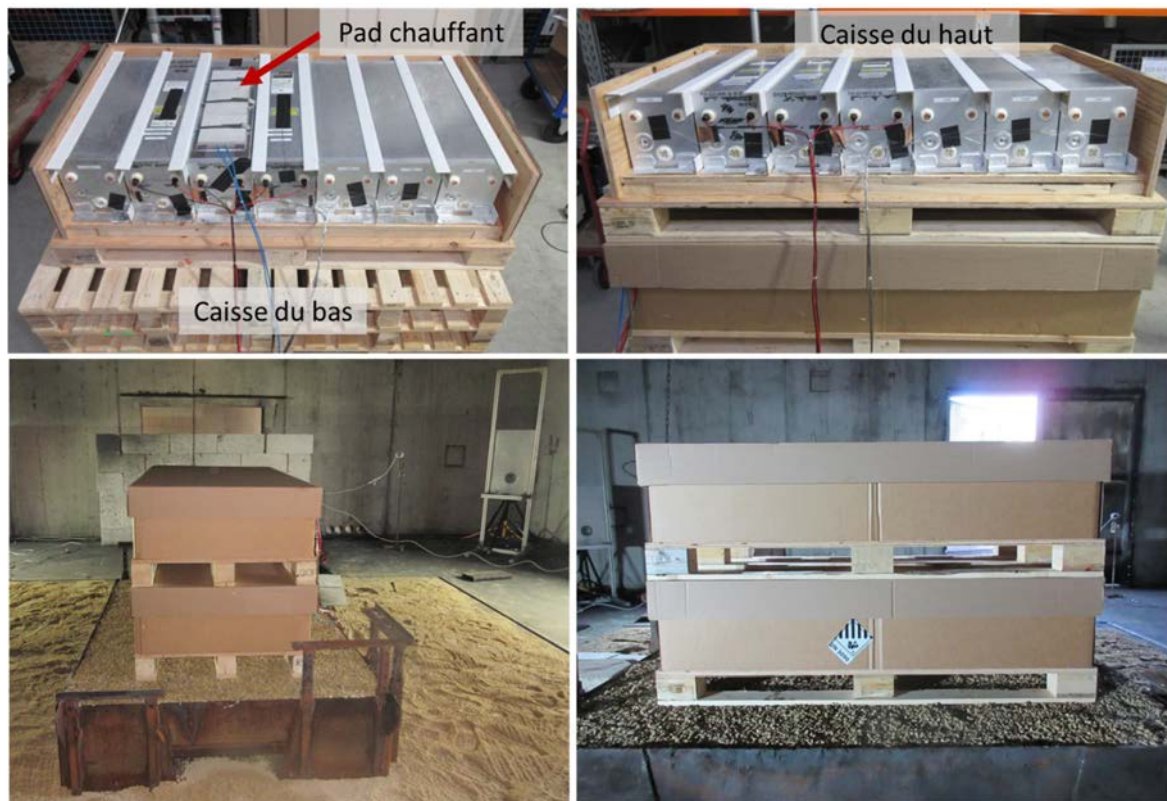


Figure 71 : Montage expérimental de l'essai propagation caisse

Chaque module est équipé de thermocouples de type K, disposés tels que décrits sur la Figure 72. Le positionnement des fluxmètres est détaillé sur cette même figure ($h_1 = 1,35$ m).

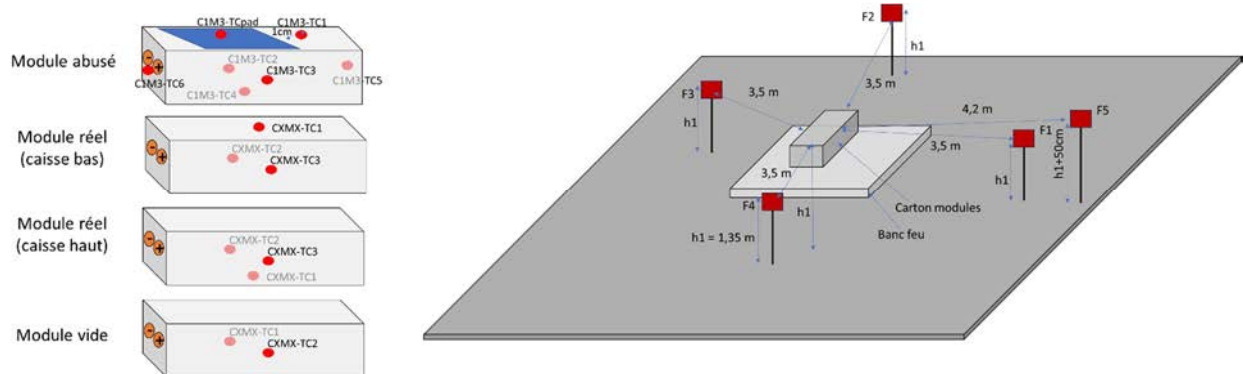


Figure 72 : Positionnement des thermocouples et des fluxmètres lors de l'essai propagation caisse

Il est à noter que, pour cet essai, la caméra thermique utilisée permet un enregistrement des températures jusqu'à 2000 °C et non 660 °C comme pour d'autres essais. Elle a été cependant placée derrière un écran de protection, ce qui affecte les valeurs de températures mesurées et qui ne pourront pas être prises en compte. Cet écran a été utilisé seulement pour cet essai.

9.2 Résultats

9.2.1 Observations

La Figure 73 présente des extraits vidéos enregistrés par la caméra infrarouge et permet de suivre le déroulé de l'essai. Le pad chauffant est allumé 640 s avant la première réaction visible d'un module.

Aucune évolution n'est visible durant ce laps de temps car l'échauffement est masqué par la présence des caisses.

Dès les premiers instants de la réaction, des projections sont visibles. Le pad chauffant est immédiatement arrêté et la réaction s'intensifie rapidement.

1 min après les premiers signes de réaction, la réaction est particulièrement intense. Les images des caméras présentées en Figure 74 permettent de mieux se rendre compte de l'intensité des flammes. Les modules étant placés à l'intérieur de caisses, il est difficile de suivre la propagation de la réaction.

A environ 3 min, une accalmie de la réaction perceptible sur les enregistrements IR et HD est visible. A cet instant, la partie gauche de la façade de la caisse supérieure est tombée et permet de constater que les modules de la caisse supérieure n'ont pour l'instant pas réagi.

Le premier module de la caisse du haut commence à réagir à 3 min 30 sec et les modules suivants commenceront à réagir respectivement 1 min et 2 min 30 sec plus tard. La phase violente de la réaction se termine environ 9 min après le début de réaction mais une réaction lente, correspondant à la combustion des résidus, des casings de modules vides et des caisses en bois se poursuit pendant plusieurs dizaines de minutes.

Les effets sont comparables à ceux observés lors des essais précédents (projection de métal en fusion, flammes, etc.), une flaque de résidus en fusion est visible sur le sol de la cellule d'essai.

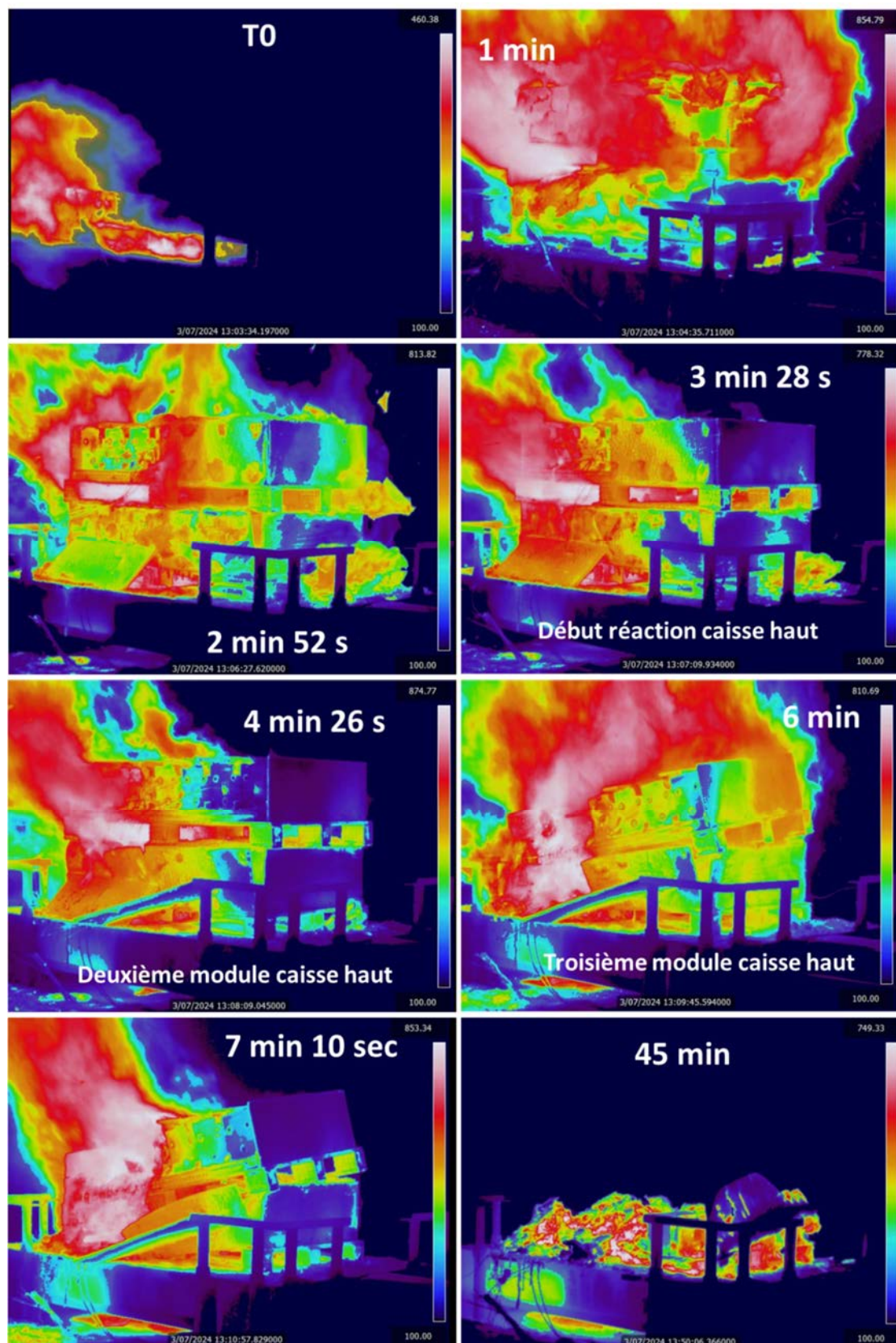


Figure 73 : Captures d'écran de la vidéo infrarouge lors de l'essai propagation caisse. Attention, ne pas tenir compte des températures relevées (effet écran de la protection)



Figure 74 : Captures d'écran des caméras lors de l'essai de propagation caisse

Les photos après essai sont présentées en Figure 75.

De manière similaire aux autres essais, elles permettent de constater que la caisse de module est complètement détruite. Des résidus rougeâtres sont visibles ainsi que des flaques resolidifiées au niveau du sol.



Figure 75 : Photos après l'essai de propagation caisse

9.2.2 Caractéristiques thermiques de l'incendie

La Figure 76 présente les données enregistrées lors de l'essai. Le pad chauffant est allumé 11 min avant que les premiers effets soient observables. Alors que le thermocouple placé sur le pad chauffant enregistre 354°C et que le thermocouple placé à 1 cm du pad (sur le casing du module), censé être plus représentatif de la température interne, atteint 164°C, la réaction débute (788 s).

A cet instant, les modules adjacents enregistrent une température maximale de 32°C et l'ensemble des autres modules ont une température de peau à 10°C (température ambiante). Le pad est immédiatement éteint. Une augmentation progressive de la température est enregistrée par les thermocouples placés sur le module 3 pendant 25 s. Alors que le thermocouple placé sur le pad enregistre 660°C une augmentation brutale de la température est enregistrée (817 s), en quelques secondes l'ensemble des thermocouples placés sur le module 3 sont saturés (1200 °C). 3 secondes plus tard, l'ensemble des thermocouples de la caisse du bas sont saturés. Dans la caisse du haut, une augmentation progressive de température se fait ressentir après une minute de réaction (850 s) et des valeurs aberrantes seront affichées 30 secondes plus tard. Il est très probable que la réaction de la caisse du bas ait affectée l'intégrité des thermocouples, sans que l'on puisse conclure sur les températures de la caisse du haut à partir de cet instant. Dès lors, les mesures de températures ne sont plus exploitables.

La tension du module 3 varie de quelques volts 2 à 3 secondes avant les premiers signes de réaction. Elle décroît ensuite et s'annule 20 secondes plus tard (807 s). Les tensions des modules adjacents s'annulent respectivement 7 et 8 secondes plus tard. Dans la caisse 2, les tensions s'annulent brutalement environ 40 secondes après les premiers signes de réaction, ce qui correspond à l'intensification de la réaction.

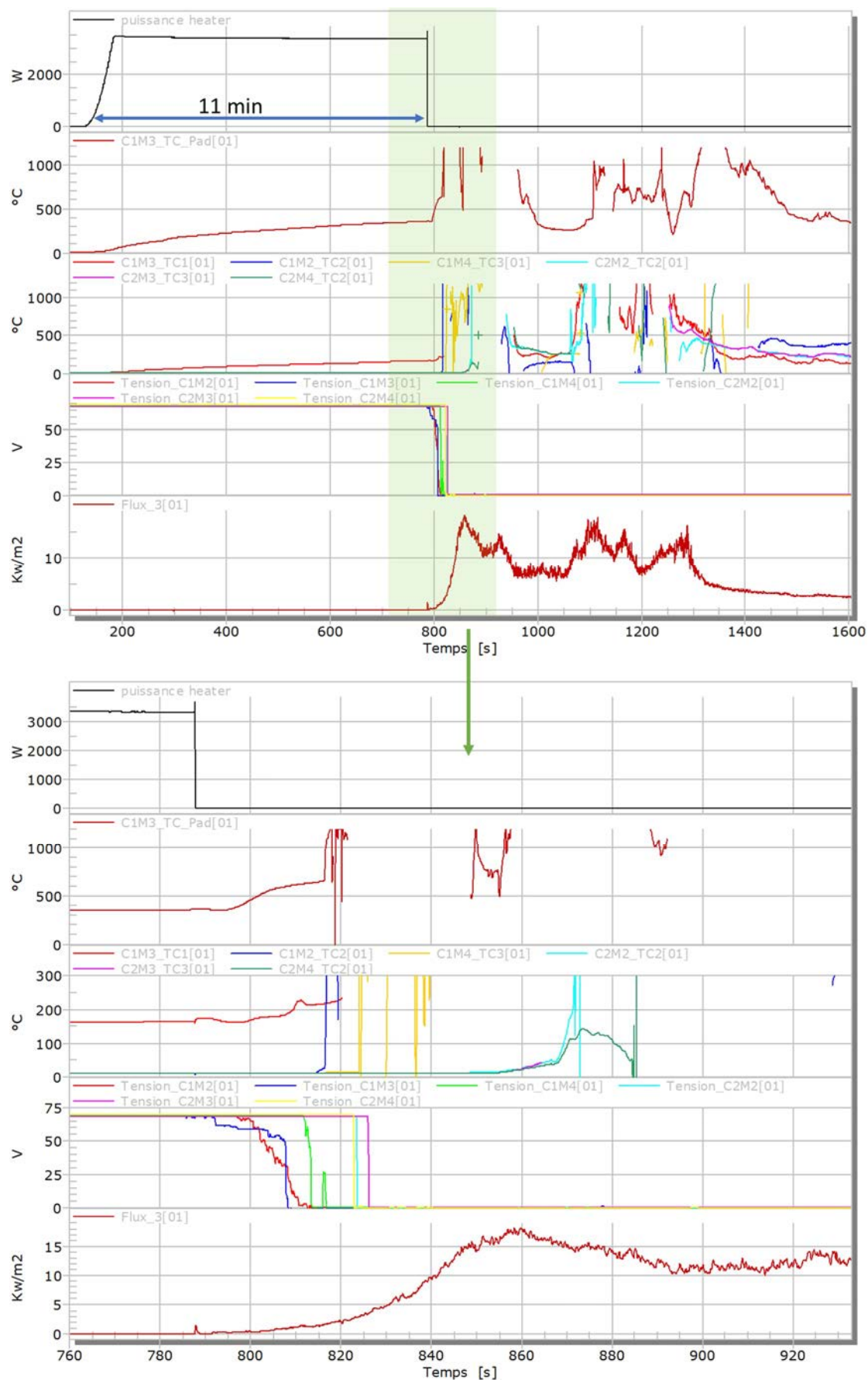


Figure 76 : Données enregistrées lors de l'essai propagation caisse

Le flux thermique à 3,5 m prend des valeurs conséquentes ($> 5 \text{ kW/m}^2$) environ 40 s après le début de la réaction.

La Figure 77 présente les enregistrements réalisés par les 4 fluxmètres lors de l'essai. Le fluxmètre 3 enregistre les valeurs de flux les plus élevées, ce qui est cohérent avec les observations de la vidéo (Figure 74) dans laquelle on constate que les flammes ont tendance à sortir vers l'avant de la caisse, où est positionné le fluxmètre 3. Un pic à 18 kW/m^2 est ainsi enregistré par le fluxmètre 3, 1 min 10 s après les premiers signes de réaction (860 s). Un pic d'intensité plus faible (14 kW/m^2) est enregistré 1 min plus tard. S'en suit une accalmie de la réaction marquant la fin de la réaction de la première caisse (caisse du bas). 4 min 20 sec après les premiers signes de réaction, la réaction se réintensifie, signalant le début de la réaction de la caisse du haut. Cette réaction est marquée par 3 pics correspondant à la réaction des 3 modules. Environ 9 min après le début de réaction, les flux repassent sous les 6 kW/m^2 marquant la fin de la phase intense de réaction. Il faudra environ 30 min pour que le flux 3 repasse en dessous de 1 kW/m^2 .

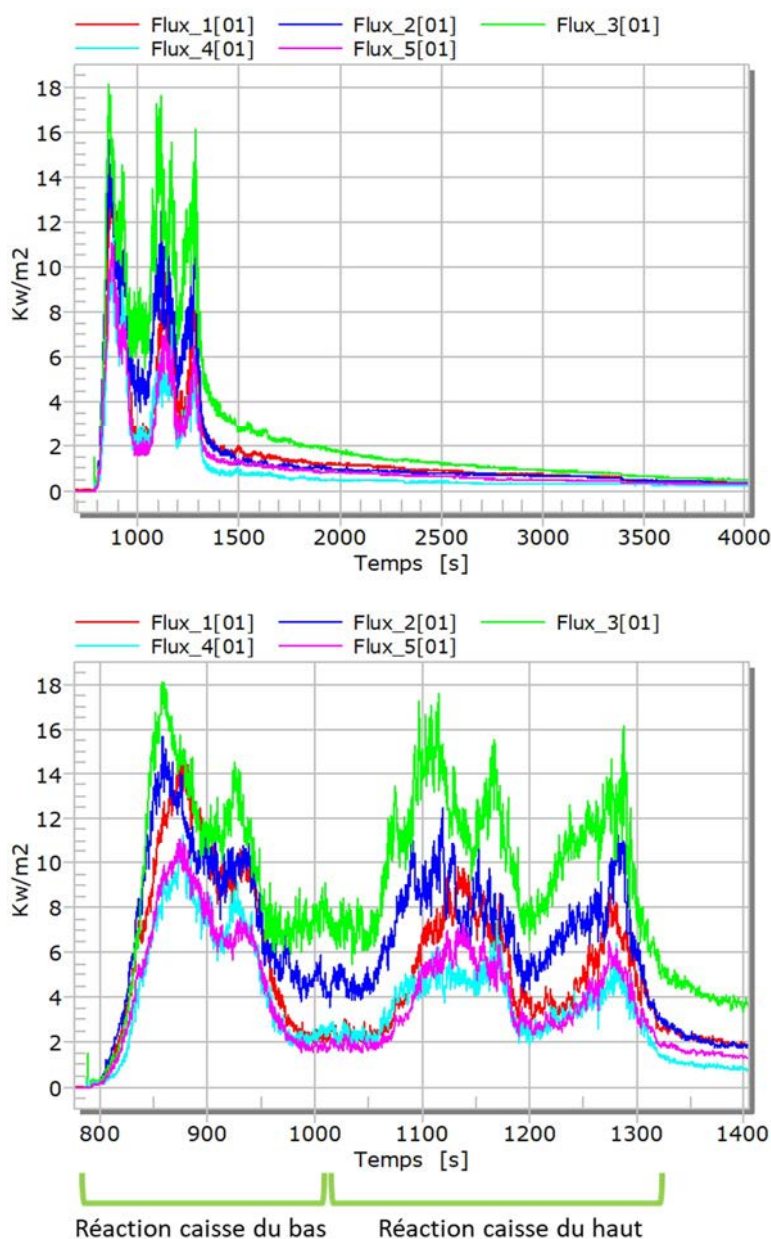


Figure 77 : Flux thermiques enregistrés lors de l'essai de propagation sur caisse

La même dynamique de réaction est observée sur le débit calorifique calculé avec les méthodes calorimétriques OC et CDG détaillées en Annexe 4 et présentées en Figure 78. Les deux courbes sont présentées mais nous préférons utiliser les résultats du calcul d'OC pour l'exploitation (moins sujet aux variations de coefficients selon le combustible). La valeur maximale de HRR calculée est de 9 MW. A l'issue de la réaction violente, un débit calorifique entre 500 et 1000 kW est enregistré pendant plusieurs dizaines de minutes.

En intégrant ces données, il est possible de calculer la chaleur de combustion correspondante. Les valeurs ainsi calculées sont respectivement 1759 MJ et 2086 MJ selon la méthode choisie, soit environ 12 MJ/kg (en utilisant la perte de masse mesurée (fig. 79)). On rappelle que la chaleur de combustion du bois est de 18 MJ/kg. Le pouvoir calorifique de la caisse en bois/carton n'est pas pris en compte dans ce calcul car la combustion du bois, plus lente aura lieu majoritairement après 10 min. Au total (après 90 min), ce pouvoir calorifique spécifique est de 13 MJ/kg, en prenant en compte les matières cellulosiques brûlées. Ces résultats sont plus largement exploités dans la partie 12.

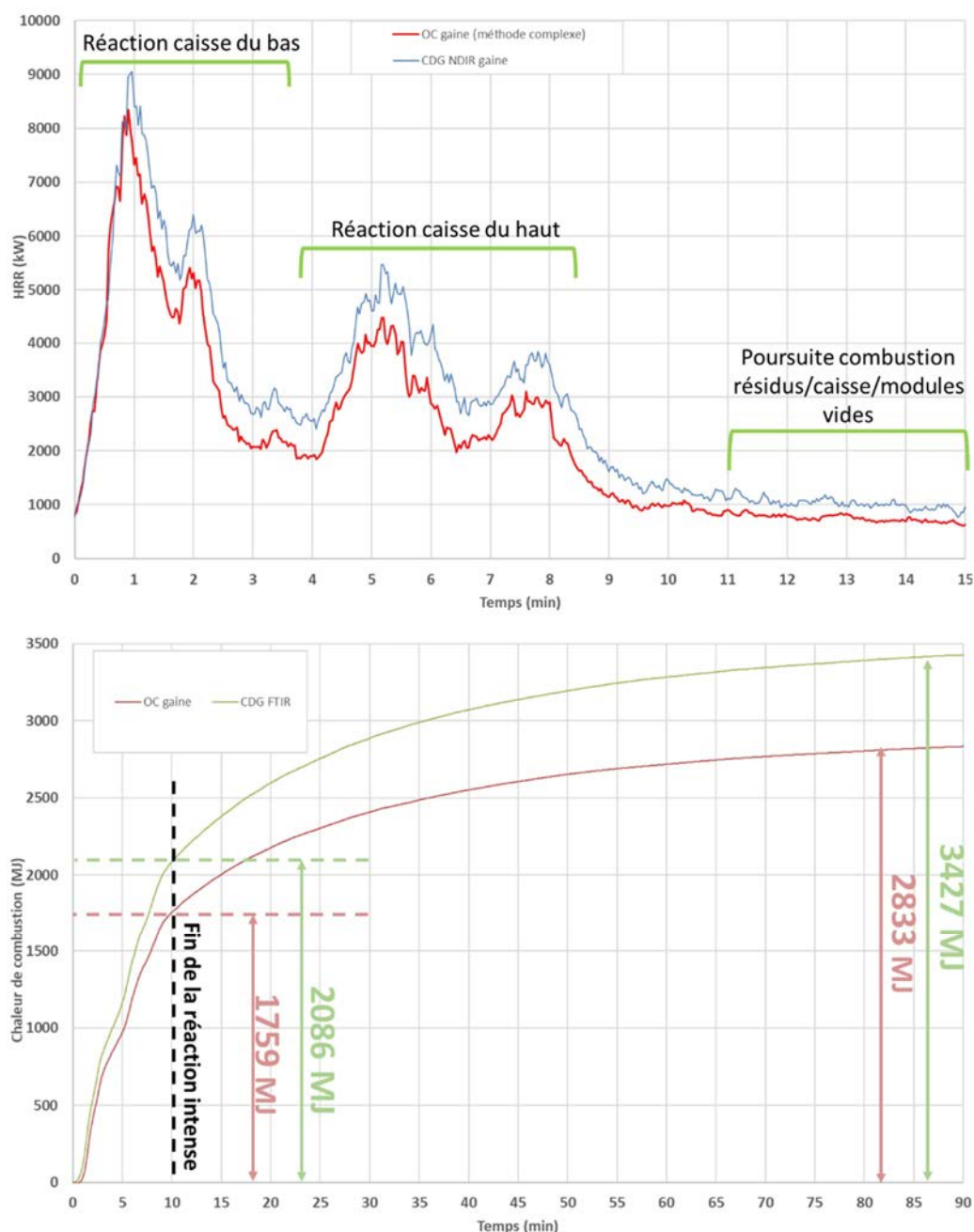


Figure 78 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de propagation caisse

La Figure 79 présente enfin la perte de masse au cours de l'essai. La tare de la balance n'a pas été effectuée avant la mise en place de l'échantillon, et le poids initial n'est donc pas exploitable. La perte de masse à la fin de la réaction violente est de 146 kg, ce qui correspond comme lors de l'essai feu à environ 2/3 de la masse des modules. La perte totale de masse mesurée est de 219 kg. La dérivation de cette courbe permet d'obtenir le débit massique qui culmine à 450 g/s 90 sec après le début de la réaction. La vitesse de combustion surfacique maximale atteint donc 450 g/m²/s et la vitesse moyenne pendant les 9 premières minutes pendant lesquelles les modules réagissent atteint 250 g/m²/s.

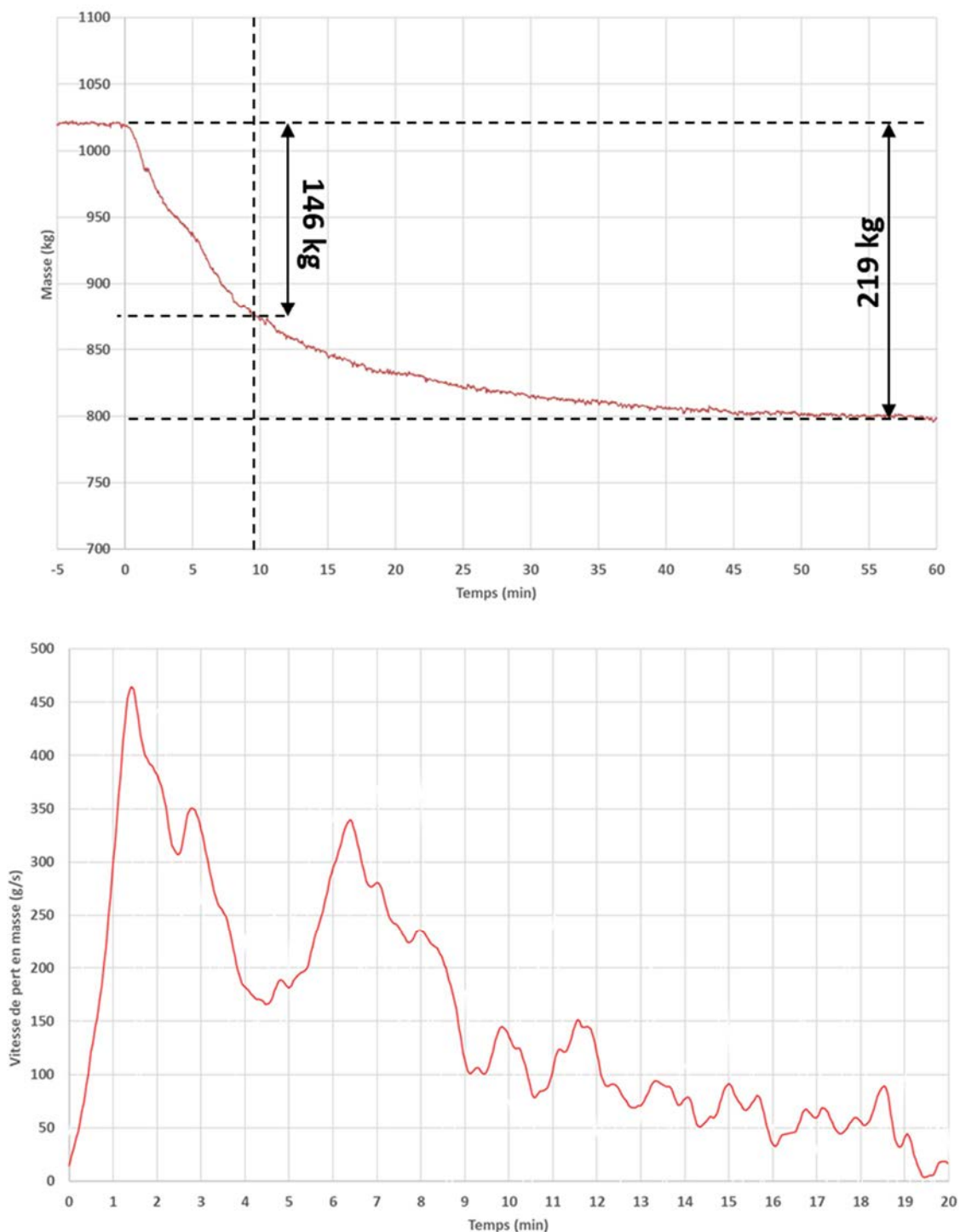


Figure 79 : Evolution de la masse au cours de l'essai

9.2.3 Estimation de l'émittance de flamme

Le modèle présenté au paragraphe 7.2.3 est appliqué au pic de puissance en prenant en compte les hypothèses suivantes :

- une flamme de 2 m de hauteur et de 2 m de diamètre au pic de puissance,
- un flux radiatif mesuré au niveau du fluxmètre situé à 3 m de la flamme de 18 kW/m².

L'émittance maximale calculée avec cette méthode est d'environ 180 kW/m².

Il est à noter qu'il s'agit uniquement d'une estimation basée sur des observations. Une incertitude forte repose sur la taille de la flamme et la distance entre la flamme et le fluxmètre. Une taille de flamme plus petite conduirait à une émittance plus élevée et inversement.

9.3 Synthèse

Le Tableau 6 présente une synthèse sur les caractéristiques thermiques observées pendant l'essai.

Date du test	Nombre de modules testés	Type d'agression	Durée de l'agression avant emballement du premier module (min)	Débit calorifique maximal (kW)	Energie totale libérée (modules seuls) (méthode CDG/OC) (MJ)	Chaleur de combustion (modules seuls) (MJ/kg)	Durée de réaction des modules (min)
07/03/2024	6	Pad chauffant sur un module	11	9000	1759/2086	12	9

Perte en masse (%)	Vitesse de combustion maximale (g/m ² /s)	Vitesse de combustion moyenne (g/m ² /s)	Température maximale mesurée par les TC (°C)	Température maximale mesurée par la caméra thermique (°C)	Température moyenne mesurée par la caméra thermique (°C)	Flux radiatif maximal reçu à 3 m (kW/m ²)	Emittance maximale calculée (kW/m ²)
66	450	250	> 1200	Non mesuré	Non mesuré	18	180

Tableau 6 : Synthèse sur les caractéristiques thermiques de l'incendie

Les résultats obtenus dans le cadre de cette expérimentation corroborent avec ceux obtenus lors de l'essai de feu englobant (chapitre 8), à savoir des émittances de flammes élevées, une durée d'essai très courte liée à la réaction rapide des modules, des débits calorifiques et températures très élevés. L'ordre de grandeur d'énergie totale libérée est conservé.

10 Influence du sprinklage sur l'incendie

Cette sous-partie a pour objectif d'évaluer l'efficacité de l'extinction à eau sur des feux de batteries LMP.

Ce moyen d'extinction équipait l'entrepôt de stockage de Grand-Couronne, et a montré une efficacité relativement modérée. Divers documents de la littérature, y compris émis par l'Ineris, questionne l'efficacité que pourrait avoir de l'eau sur un feu impliquant en partie du Li métallique, hydro réactif, conduisant parfois à déconseiller son usage sur des feux de batteries types LMP. Afin d'apporter des éléments de réponse à ces questions, les essais de propagation dans la caisse et de feu englobant autour d'une caisse ont été reproduits en déclenchant le sprinklage en cours de réaction dans l'objectif d'évaluer son effet sur :

- o Le flux thermique dégagé (HRR et THR),
- o Les effets de la réaction (projection, ...),
- o La propagation de l'emballlement thermique d'un module isolé,
- o Les émissions de gaz (traité au chapitre 11).

Les protocoles expérimentaux sont identiques à ceux des essais décrits aux paragraphes 8.1 et 9.1.

Les seules différences notables sont :

- Pour l'essai propagation caisse + sprinklage :
 - o La face avant de la caisse a été retirée pour permettre une meilleure visibilité,
 - o La caméra infrarouge n'a pas été placée derrière un écran de protection en revanche les mesures de températures durant le sprinklage peuvent être affectées par la présence de gouttelettes d'eau entre le feu et l'objectif de la caméra,
 - o Des gaines de protections thermiques ont été ajoutées sur les thermocouples et fils de mesure de tension,
 - o Le nombre de thermocouples a été réduit. L'implantation est donnée en Figure 80.

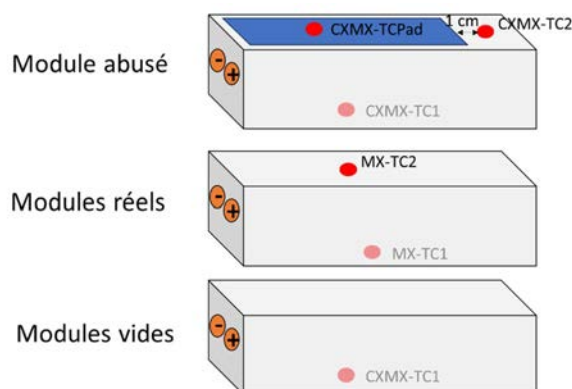


Figure 80 : Implantation des thermocouples pour l'essai propagation caisse avec sprinklage

- Pour l'essai feu caisse + sprinklage :
 - o La face supérieure de la caisse a été conservée pour permettre d'être représentative par rapport à l'influence que cela pourrait avoir sur le sprinklage.

Les modules sont chargés à 100 %.

Les photos des montages avant essai sont présentées en Figure 81.



Figure 81 : Photos des montages « propagation caisse » et « feu caisse » pour les essais avec sprinklage.

Pour ces essais, un système de sprinklage a été mis en œuvre. En l'absence de données disponibles par ailleurs sur l'extinction à l'eau de ce type d'incendie, les conditions de sprinklage ont été choisies en accord avec Blue Solutions. Les conditions de sprinklage de l'entrepôt¹ ont servi de base de réflexion et adaptées dans la mesure où les essais de cette campagne ont lieu sur des caisses isolées et non "protégée" par des racks ou d'autres caisses au-dessus, conduisant à une densité de 7 modules/m².

Ainsi, nous avons adapté le débit en divisant par 3 le débit surfacique de référence, soit 30 l/m²/min.

4 têtes ont ainsi été disposées pour couvrir 9 m² de la chambre d'essai conduisant à un débit total dans la chambre d'essai d'environ 300 l/min. Les limites du montage expérimental (pompes, ...) ont conduit à ajuster ce débit à 400 l/min. Aussi, le déclenchement du sprinklage est ici démarré sur la base d'un temps à partir de la première réaction (1 min 45s et 3 min 10 s) contrairement à l'entrepôt où le déclenchement est fait sur éclatement des têtes.

Des représentations schématiques ainsi que des photos de ce système d'extinction sont représentées sur la Figure 82.

¹ A titre de comparaison dans l'entrepôt de Grand-Couronne, la protection incendie était composée de têtes de sprinklers k14 (en unité impériale, correspondant à k202 en unité S.I) alimentées par une pression de 5,2 bars, correspondant à un débit surfacique de 102 l/m²/min pour une densité de modules estimée à 20 modules/m².

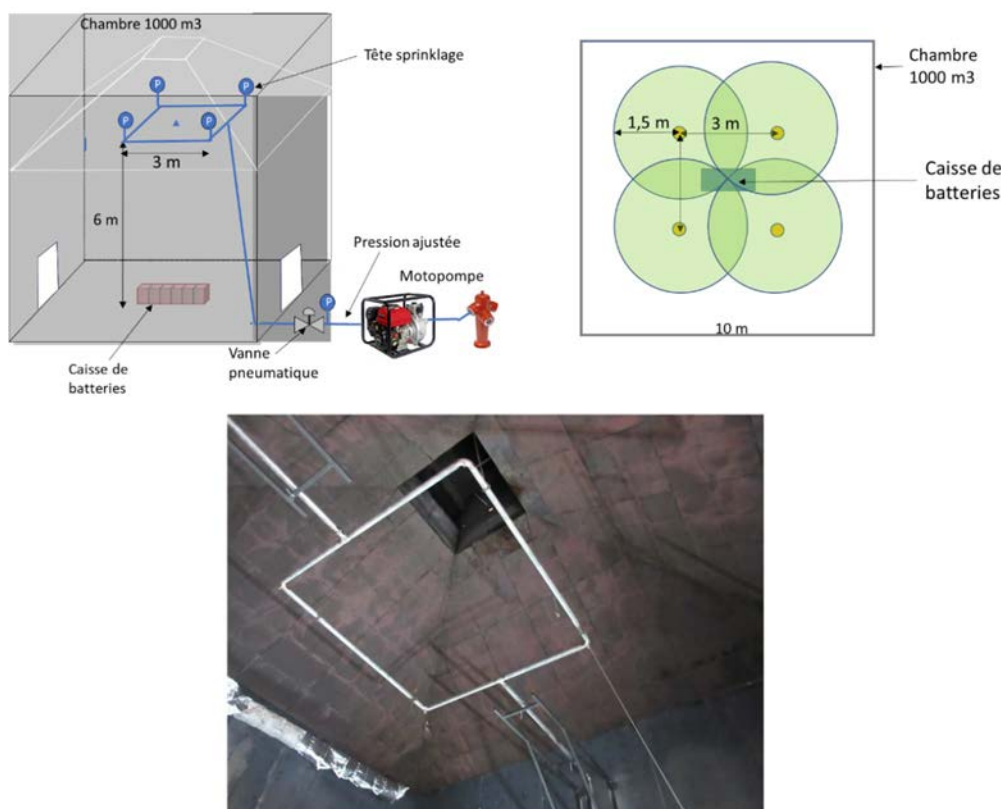


Figure 82 : Schémas et photo du dispositif d'extinction

10.1 Influence du sprinklage : essai de propagation caisse

10.1.1 .Observations

Cet essai a été réalisé le 04/04/2024. Les Figures 83 et 84 présentent des extraits vidéos enregistrés par les caméras classiques et la caméra infrarouge. Cela permet de suivre le déroulé de l'essai. Le pad chauffant est allumé 587 s avant la première réaction visible d'un module.

Hormis la présence de légères fumées, aucune évolution n'est visible durant ce laps de temps. Dès les premiers instants de la réaction, des projections sont visibles. Le pad chauffant est immédiatement arrêté et la réaction s'intensifie rapidement, conformément au premier essai de ce type réalisé.

Environ 1 min 45 s après les premiers signes de réaction, le sprinklage est déclenché à un débit de 400 l/min. La chambre d'essai se remplit rapidement de vapeur d'eau et empêche une bonne visualisation de la réaction par la caméra. La Caméra IR permet cependant de continuer le suivi.

Deux minutes après le début du sprinklage, la caméra IR permet de visualiser qu'aucun des modules de la caisse du haut n'a réagi. Cette réaction aura finalement lieu 6 min 15 s après le début du sprinklage et environ 8 min après les premiers signes de réaction. C'est un gain de plus de 4 min 30 s comparé au premier essai de ce type (le premier module de la caisse du haut avait commencé à réagir à 3 min 30 s après la réaction du premier module). La caisse du haut finit de réagir environ 13 min après le début de réaction du premier module et le sprinklage est arrêté 18 min après son déclenchement (cuves de rétention pleines).

A l'issue de l'essai, l'ensemble des modules « réels » ont complètement réagi (de manière similaire à l'essai sans extinction) mais certains des casings vides placés sur le côté gauche des caisses semblent avoir subi un impact thermique limité, ce qui indique un impact positif du sprinklage.

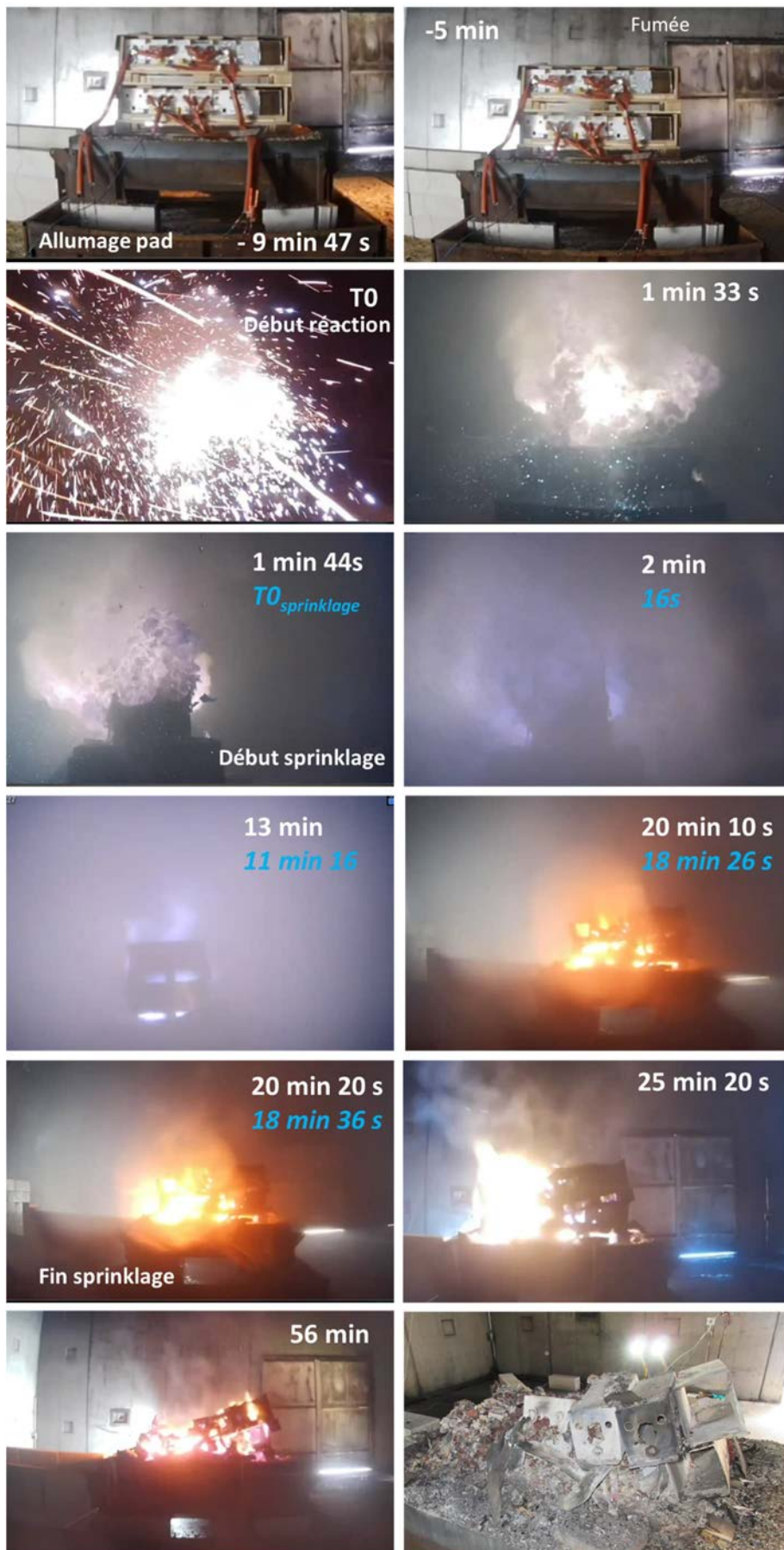


Figure 83 : Extraits de l'enregistrement vidéo lors de l'essai propagation caisse + sprinklage

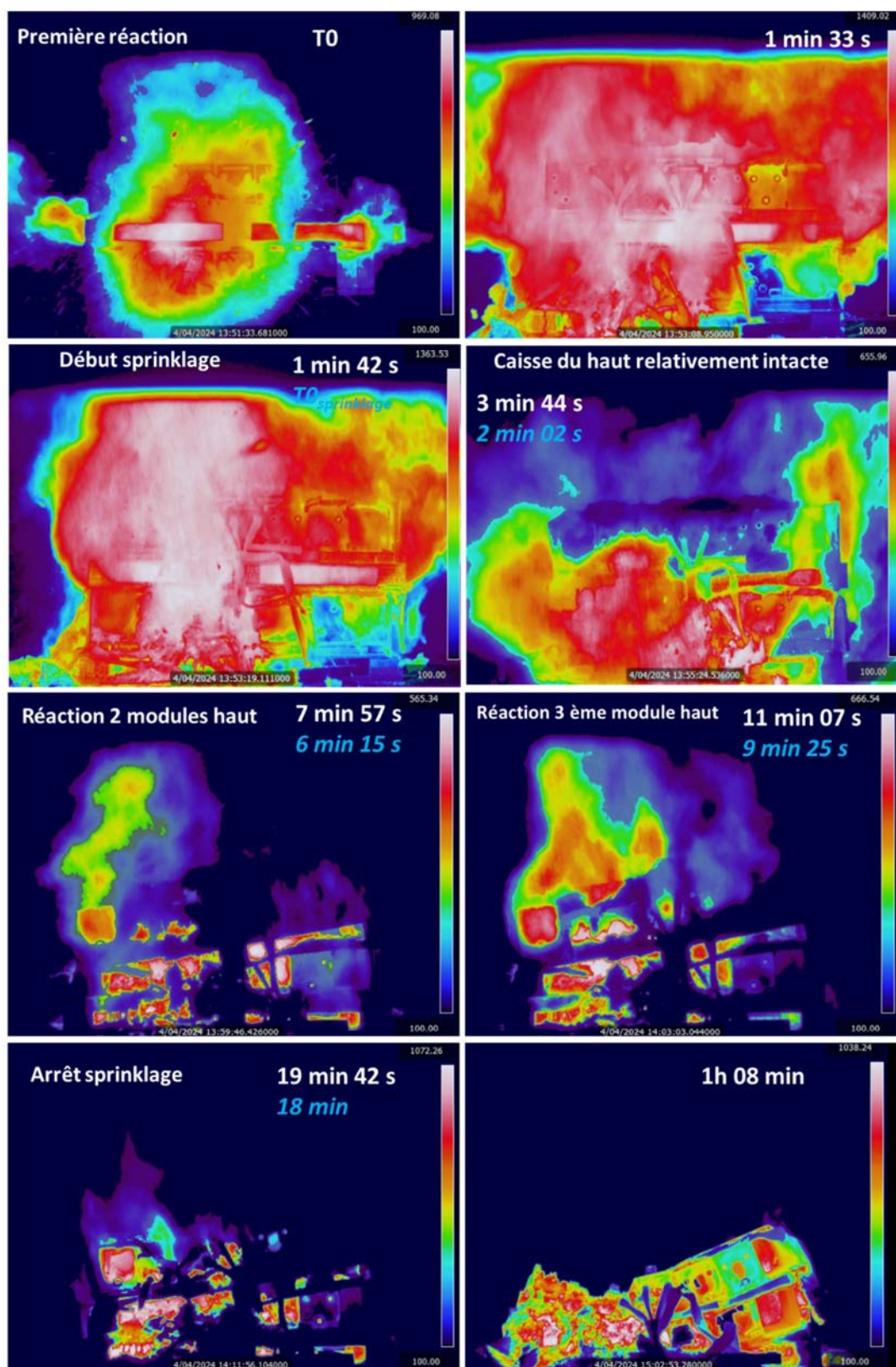


Figure 84 : Extraits de l'enregistrement de la caméra IR lors de l'essai propagation caisse + sprinklage

10.1.2 Caractéristiques thermiques de l'incendie

La Figure 85 présente les données enregistrées lors de l'essai. Le pad chauffant est allumé 9 min 50 s avant que les premiers effets ne soient observables. Alors que le thermocouple placé sur le pad chauffant enregistre 740 °C et que le thermocouple placé à 1 cm du pad (sur le casing du module), censé être plus représentatif de la température interne, atteint 172 °C, la réaction débute (750 s). A cet instant, les autres modules enregistrent une température d'environ 15 °C.

Dès l'amorçage de la réaction, le pad est immédiatement éteint et en quelques secondes, l'ensemble des thermocouples placés sur les modules de la caisse 1 sont saturés (1200 °C). Une centaine de secondes plus tard, les thermocouples de la caisse 2 placés à proximité des modules en réaction sont aussi saturés. Dès lors, les mesures de températures de la caisse 1 ne sont plus exploitables.

Le sprinklage est déclenché à 950 s, 1 min 40 après le début de réaction, sans que cela n'ait un effet sur la température enregistrée par le TC C2M6, l'un des rares thermocouples de la caisse du haut encore fonctionnels à cet instant.

Au moment du déclenchement du sprinklage, toutes les tensions sauf celles du module 4 de la caisse 2 sont nulles, qui s'annulera brutalement 10 s plus tard (perte de la mesure).

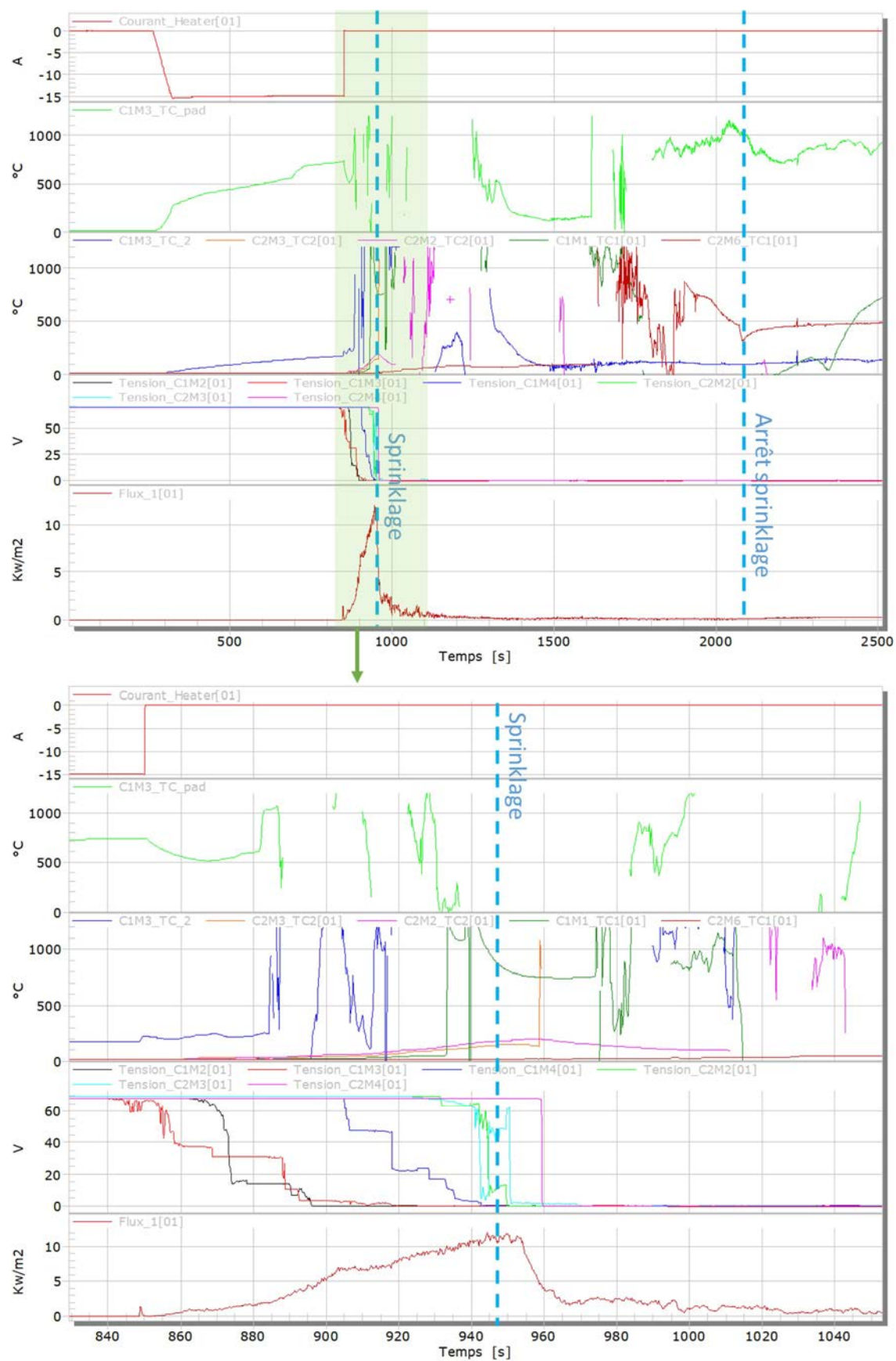


Figure 85 : Données enregistrées (sélection) lors de l'essai propagation caisse + sprinklage

La Figure 86 présente les températures enregistrées par le thermocouple placé au niveau du dispositif d'extinction (au-dessus des caisses, dans l'air à 6 m de hauteur) et au niveau du bac feu. Le premier permet de constater que le sprinklage est déclenché alors qu'il enregistre une température de 120 °C, compatible avec la valeur seuil d'un système de déclenchement classique. Au moment du déclenchement, une élévation importante et subite de la température est enregistrée. Elle est probablement attribuable au fait que l'arrivée d'eau froide sur la partie basse de la chambre provoque un mouvement des masses d'air chauds vers les parties supérieures. Passée cette élévation brutale, la température refroidit et se stabilise autour de 50°C en une centaine de secondes. Le thermocouple placé sur le bac feu (qui n'est pas allumé lors de cet essai) permet de détecter assez clairement le début de la réaction de la caisse 2. Celle-ci a lieu 650 s après le début de réaction de la caisse 1 qui a lieu environ 7 min après le début de réaction (conformément aux observations faites par la caméra IR).

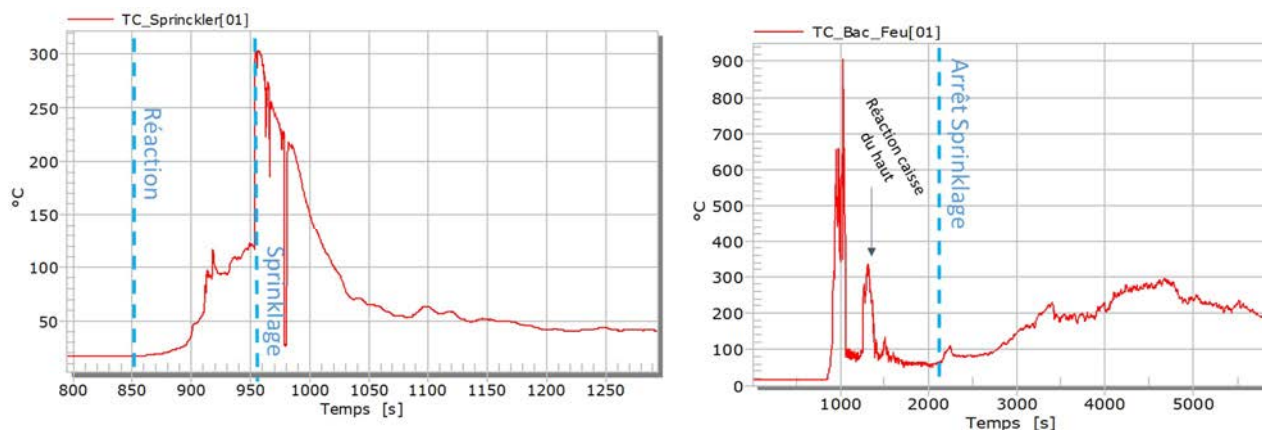


Figure 86 : Températures enregistrées par le thermocouple « sprinkler » (positionné à 5 m de haut) et par le thermocouple « bac feu » (positionné à 5 cm du bac feu, sous les caisses de modules)

En plus des thermocouples, le pyromètre et la caméra thermique permettent de collecter des informations sur les températures de surface.

La Figure 87 présente ainsi la température maximale enregistrée par ces deux instruments, en fonction du temps. Dès que la réaction des modules a démarré, la température atteint en moins d'une minute des valeurs supérieures à 1400 °C. Au déclenchement du sprinklage, la température maximale de la réaction chute rapidement puis se stabilise autour de 500-600 °C.

Dès l'arrêt du sprinklage, la température maximale enregistrée par la caméra thermique remonte à des valeurs proches de 1300 °C (au niveau des résidus en fusion). On notera que le pyromètre ne mesure pas cette remontée en température car, suite à l'effondrement des caisses, il pointe la paroi de la chambre d'essais.

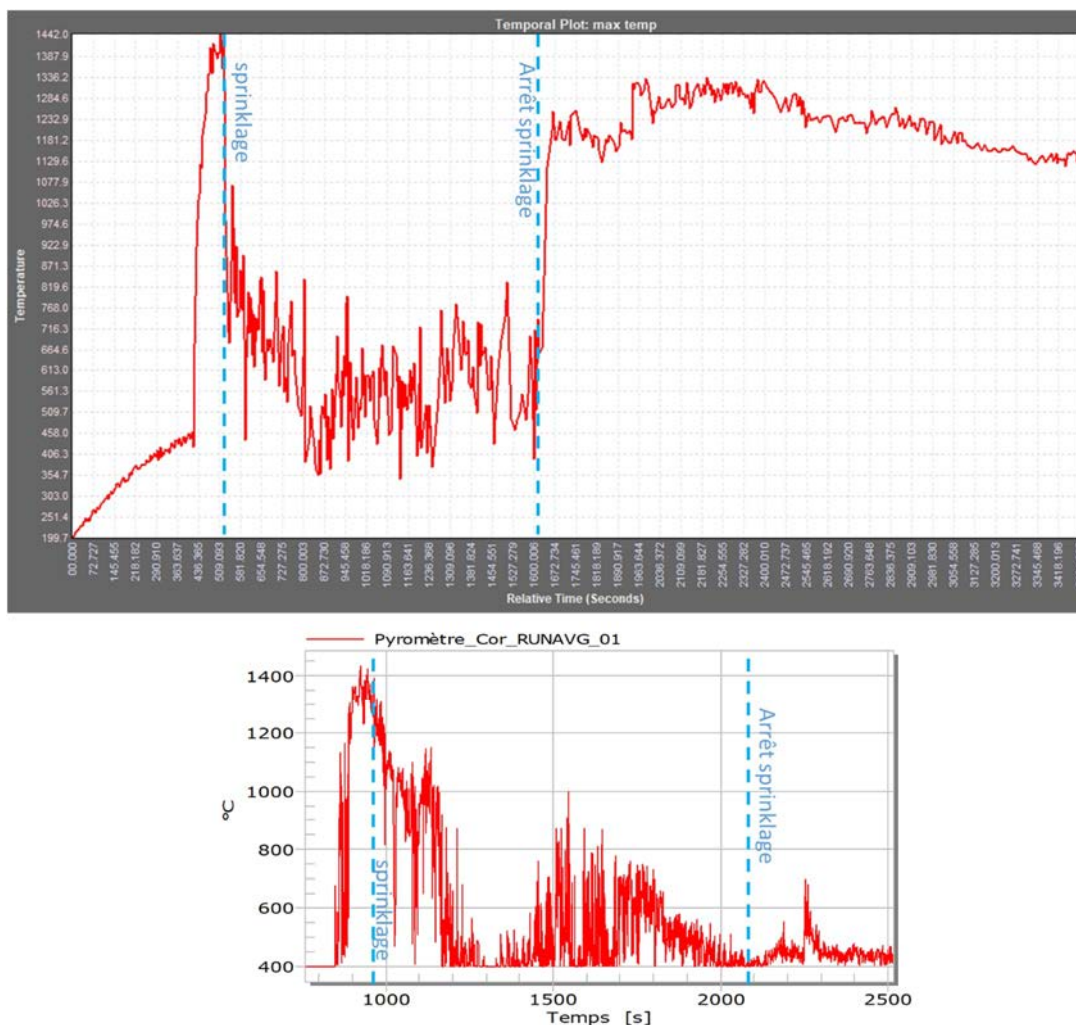


Figure 87 : Température maximale (sur un pixel) enregistrée par la caméra thermique (haut) et température enregistrée par le pyromètre (bas). Les mesures de températures durant le sprinklage peuvent être affectées par la présence de gouttelettes d'eau entre le feu et l'objectif de la caméra.

La Figure 88 présente les tensions enregistrées lors de l'essai.

La tension du module 2 (module abusé) est logiquement la première à varier et met environ 1 min à s'annuler.

Les tensions des modules 1 et 3 varient dans la minute suivante montrant que ces modules sont rapidement affectés par la réaction de leur voisin.

Pour les modules 4, 5 et 6 (caisse du haut), les variations sont ressenties 1 min 30 après le début de réaction (chutes brutales, remontées, ...).

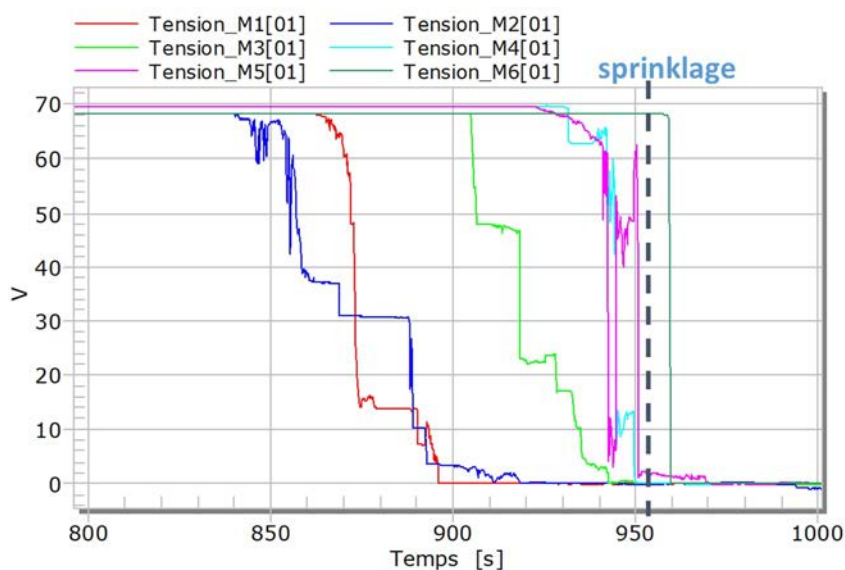


Figure 88 : Enregistrements des tensions lors de l'essai propagation caisse + sprinklage

La Figure 89 présente les mesures des fluxmètres lors de cet essai. En début de réaction, un pic à 12 kW/m^2 est observé, assez conforme à ce qui a été observé lors des essais précédents pour des fluxmètres placés de manière similaire. A peine quelques secondes après l'allumage du sprinklage, cette valeur est, sans surprise, divisée par 5. Il faut noter, que dans ces conditions, cette mesure est affectée par la vapeur et les gouttelettes d'eau formant un écran entre la source et le fluxmètre. Le sprinklage est arrêté 18 min après son allumage et les valeurs de flux radiatifs ne remonteront que très peu (inférieures à 0.5 kW/m^2), potentiellement à cause de la fin de l'écrantage des gouttes d'eau.

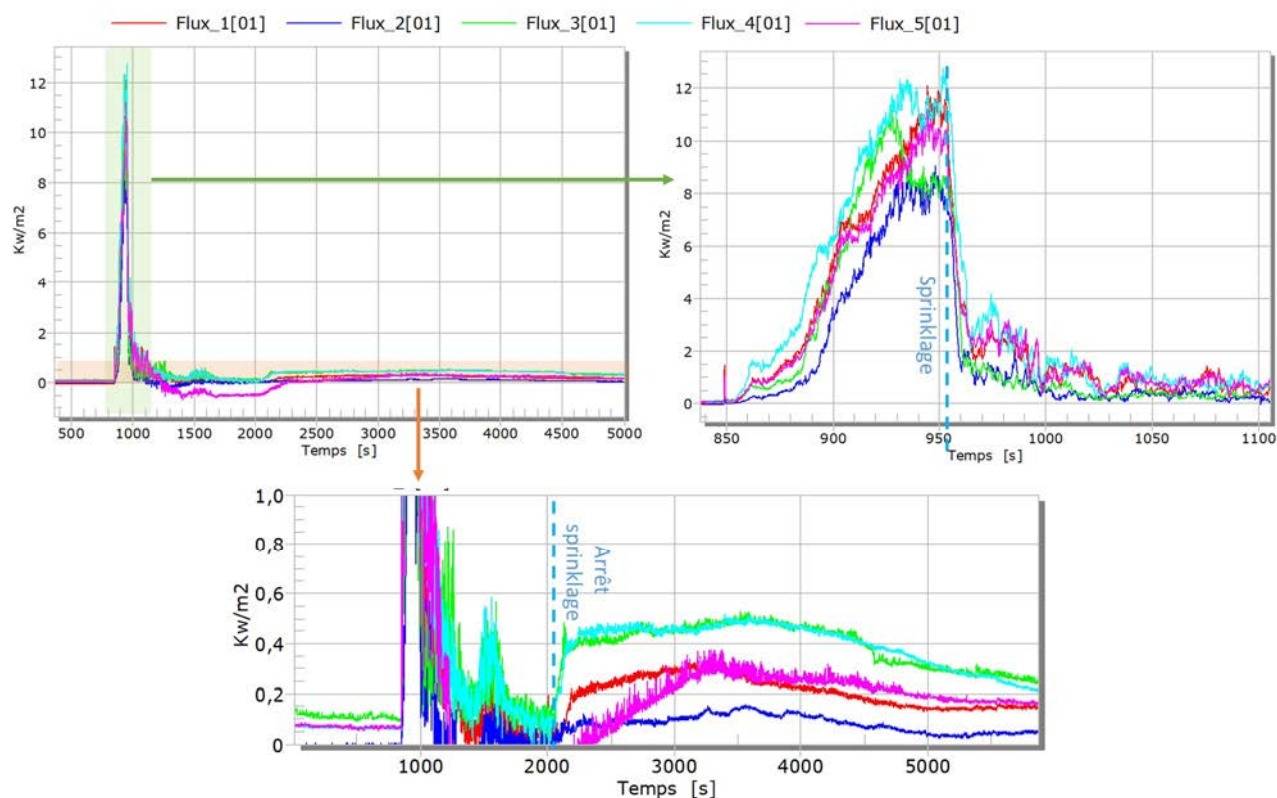


Figure 89 : Flux radiatifs enregistrés lors de l'essai propagation caisse + sprinklage

Le débit Calorifique (calculé par OC), présenté en Figure 90, suit la même évolution. Un pic à 9 MW est atteint (identique à l'essai sans sprinklage) et, dès que le sprinklage est activé, les valeurs chutent. La chute est cependant moins marquée car ici la mesure n'est pas affectée par l'écrantage des gouttes d'eau ce qui montre que des réactions de combustion ont lieu. Ainsi une minute après le début du sprinklage, un pic à 6,5 MW est observé correspondant probablement à la réaction du troisième module de la caisse du bas (profil assez similaire à l'essai sans sprinklage (Cf. Figure 78)). Le débit calorifique conserve ensuite une tendance décroissante malgré la présence de quelques pics à 4 MW. 10 min après le début du sprinklage, le débit calorifique remonte et stagne à 2 MW pendant 1 min. Cela correspond probablement à la réaction de la caisse du haut, qui est semble-t-il globalement moins violente (lors de l'essai sans sprinklage, des valeurs de HRR allant de 4 à 5 MW étaient atteintes lors de la réaction de la caisse du haut). En ce sens, le sprinklage semble bénéfique.

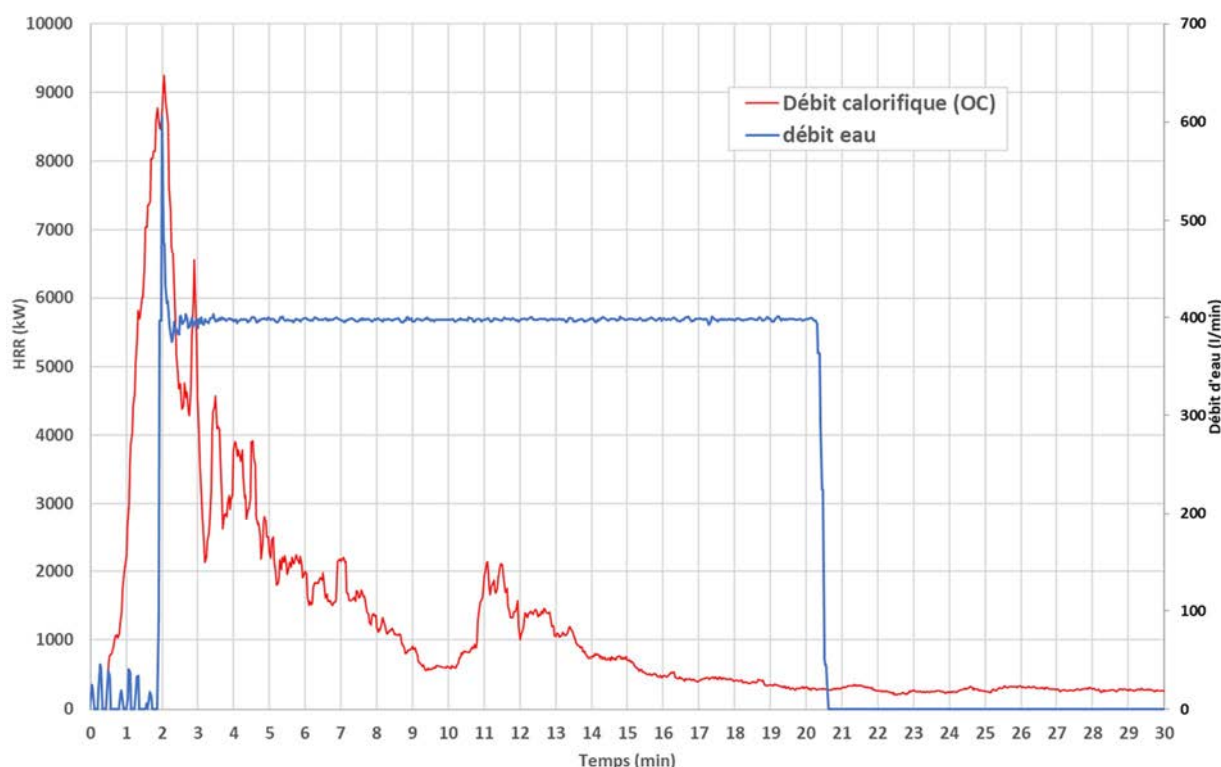


Figure 90 : Débit calorifique (calculé par OC) et débit d'eau appliqué lors de l'essai propagation caisse + sprinklage

En intégrant ces données, il est possible de calculer la chaleur de combustion correspondante. Celle-ci est présentée en Figure 91. Seule la courbe OC est analysée, la courbe CDG présentant des dérives liées à l'incertitudes sur les coefficients calorimétriques. Au déclenchement du sprinklage, la valeur de l'énergie dégagée est de 470 MJ. Celle-ci, en prenant comme référence l'essai feu sur module (Figure 56), correspond environ à la réaction de deux à trois modules. Finalement, après extinction, lorsque la réaction des modules est terminée, 1900 MJ auront été émis, ce qui est très similaire à la valeur obtenue sans sprinklage (1800 MJ). Le pouvoir calorifique de la caisse en bois/carton n'est pas pris en compte dans ce calcul car la combustion du bois, plus lente aura lieu majoritairement après. Au total (après 90 min), l'énergie totale émise est de 2800 MJ, là aussi très similaire à l'essai sans extinction. Il peut être déduit de ces résultats que l'extinction n'influe pas sur la chaleur totale dégagée par la réaction. Elle influe sur le temps de libération de cette chaleur qui est prolongée. Ces valeurs ne peuvent pas être rapportées à la masse perdue car la perte de masse est totalement faussée par l'aspersion puis l'évaporation d'eau sur le peson.

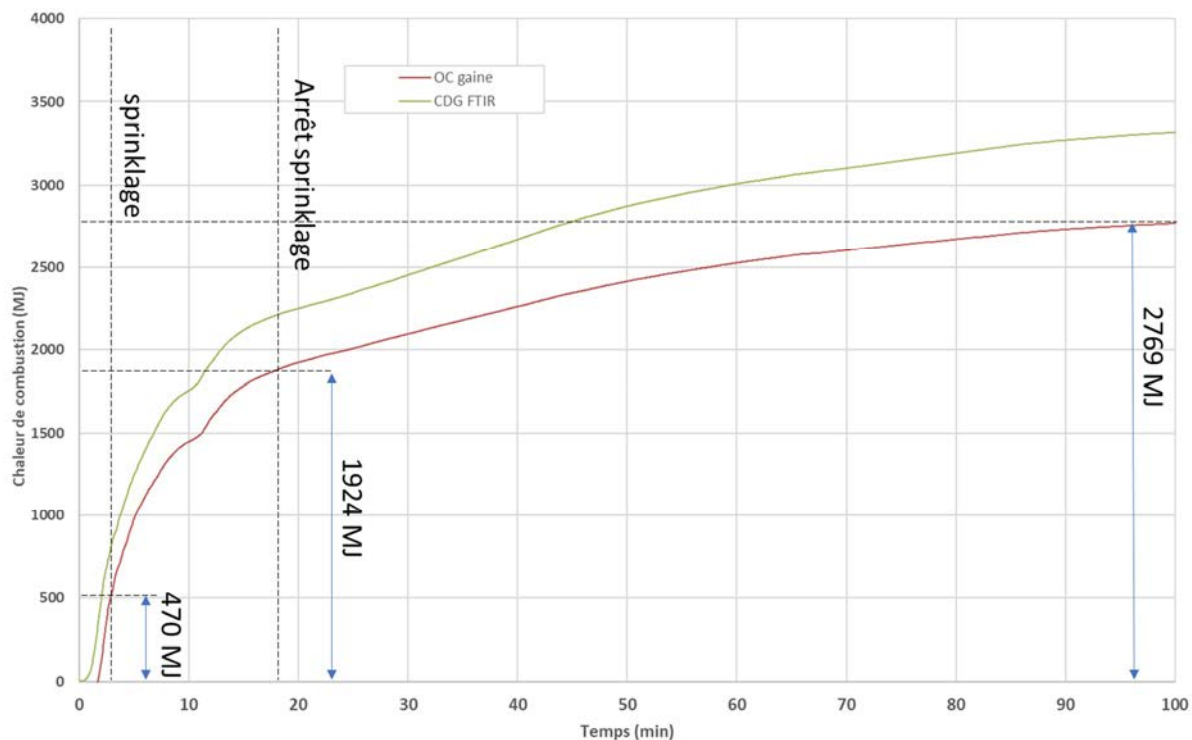


Figure 91 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de propagation caisse + sprinklage

10.1.3 Synthèse

Le Tableau 7 présente une synthèse sur les caractéristiques thermiques observées pendant l'essai.

Nombre de modules testés	Type d'agression	Durée de l'agression avant emballement du premier module (min)	Débit calorifique maximal (kW)	Energie totale libérée (modules seuls) (méthode OC/CDG) (MJ)	Chaleur de combustion (MJ/kg)	Durée totale de réaction des modules (min)
6	Pad chauffant sur un module	9.8 min	9000	1924/2300	Non mesuré	14

Perte en masse (%)	Vitesse de combustion maximale (g/m ² /s)	Températures maximales mesurées par les TC (°C)	Température maximale mesurée par la caméra thermique avant le sprinklage (°C)	Température moyenne mesurée par la caméra thermique pendant le sprinklage (°C)	Flux radiatif maximal reçu à 3 m (kW/m ²)	Emittance maximale calculée (kW/m ²)
Non mesuré	Non mesuré	> 1200	1400	600	12	Non mesuré

Tableau 7 : Synthèse sur les caractéristiques thermiques de l'incendie

L'émittance maximale n'a pas été calculée car le flux radiatif maximal reçu par le fluxmètre est mesuré à un instant où le sprinklage est activé. Ces résultats nous montrent que le sprinklage a influé légèrement sur la durée totale de réaction des modules (on passe de 9 min à 14 min). Il a également permis de faire chuter les températures autour du foyer. A noter que la température reste élevée et montre que le sprinklage n'a pas contrôlé le feu.

10.2 Influence du sprinklage sur l'incendie : essai feu englobant sur caisse

10.2.1 Observations

Cet essai a été réalisé le 16/04/2024. Le feu de la caisse est initié par un feu de propane englobant.

Les Figures 92 et 93 présentent des extraits vidéos enregistrés par les caméras classiques et la caméra infrarouge. Cela permet de suivre le déroulé de l'essai. Le feu est allumé 10 min avant la première réaction visible d'un module.

Dès les premiers instants de la réaction, des projections sont visibles. La réaction se propage alors au second module (1 min 30 s) puis au troisième module (2 min 20 s), dans un tempo similaire à l'essai feu caisse sans extinction. Le feu est arrêté 2 min 33 s après que les premiers effets aient été observés, soit quelques secondes après le début de réaction du 3^{ème} module.

Environ 3 min après les premiers signes de réaction, le sprinklage est déclenché à un débit de 400 l/min. La chambre d'essai se remplit rapidement de vapeur d'eau et empêche une bonne visualisation de la réaction par la caméra. La caméra IR permet cependant de continuer le suivi.

Une minute après le début du sprinklage, la caméra IR permet de visualiser la réaction du 4^{ème} module. Cette réaction sera la dernière et les modules 5, 6 et 7 ne réagiront pas. L'extinction a stoppé la propagation horizontale au sein d'une même caisse. A l'arrêt du sprinklage, 14 min après son déclenchement, des flammes restent visibles sur la zone impactée (combustion des résidus, du bois ...) mais la réaction est lente. Les modules n'ayant pas réagi ne réagiront pas dans les heures suivant la réaction (destruction des modules 18 h après essai).

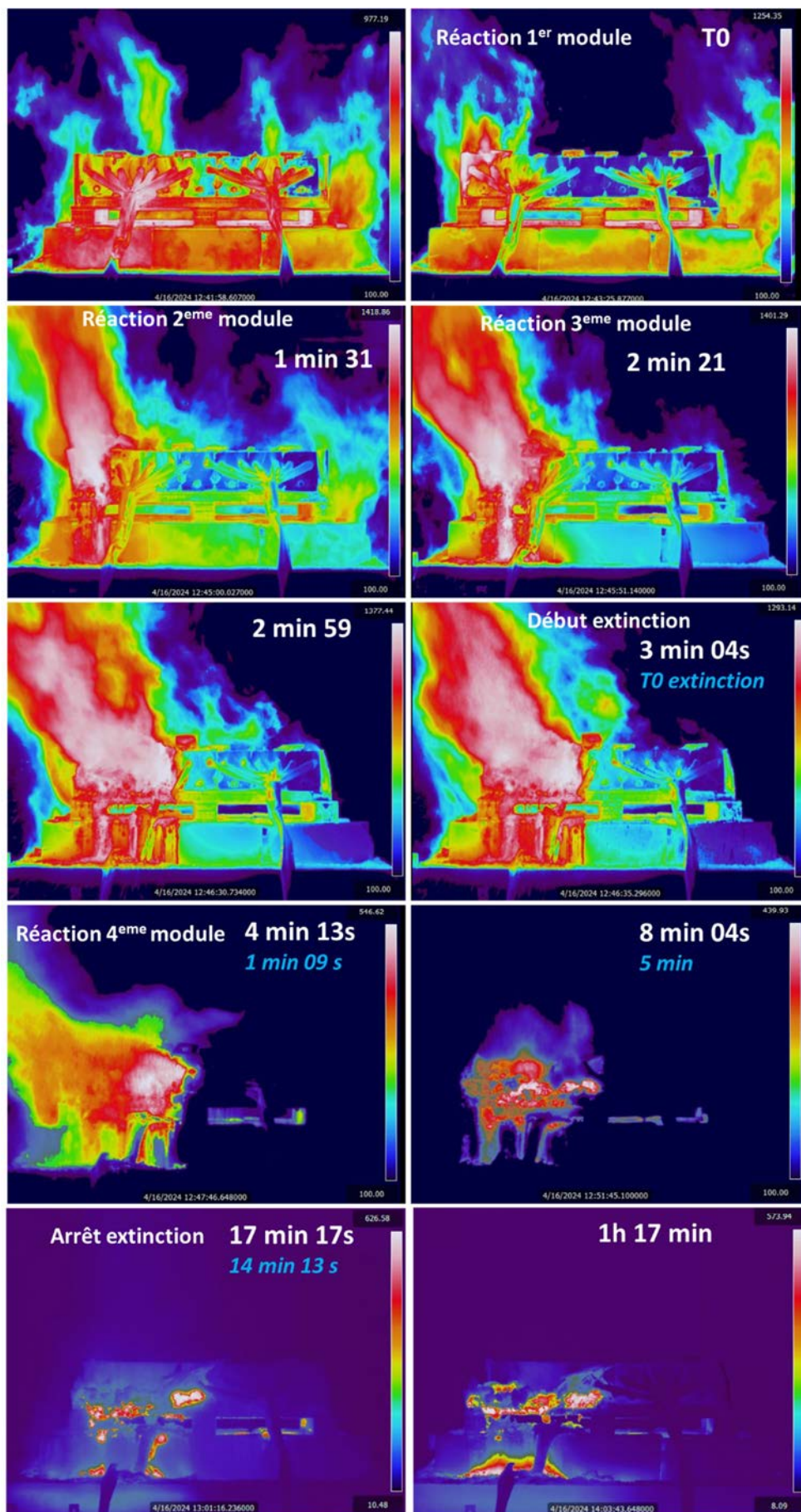


Figure 92 : Extraits de l'enregistrement de la caméra IR lors de l'essai feu caisse + sprinklage

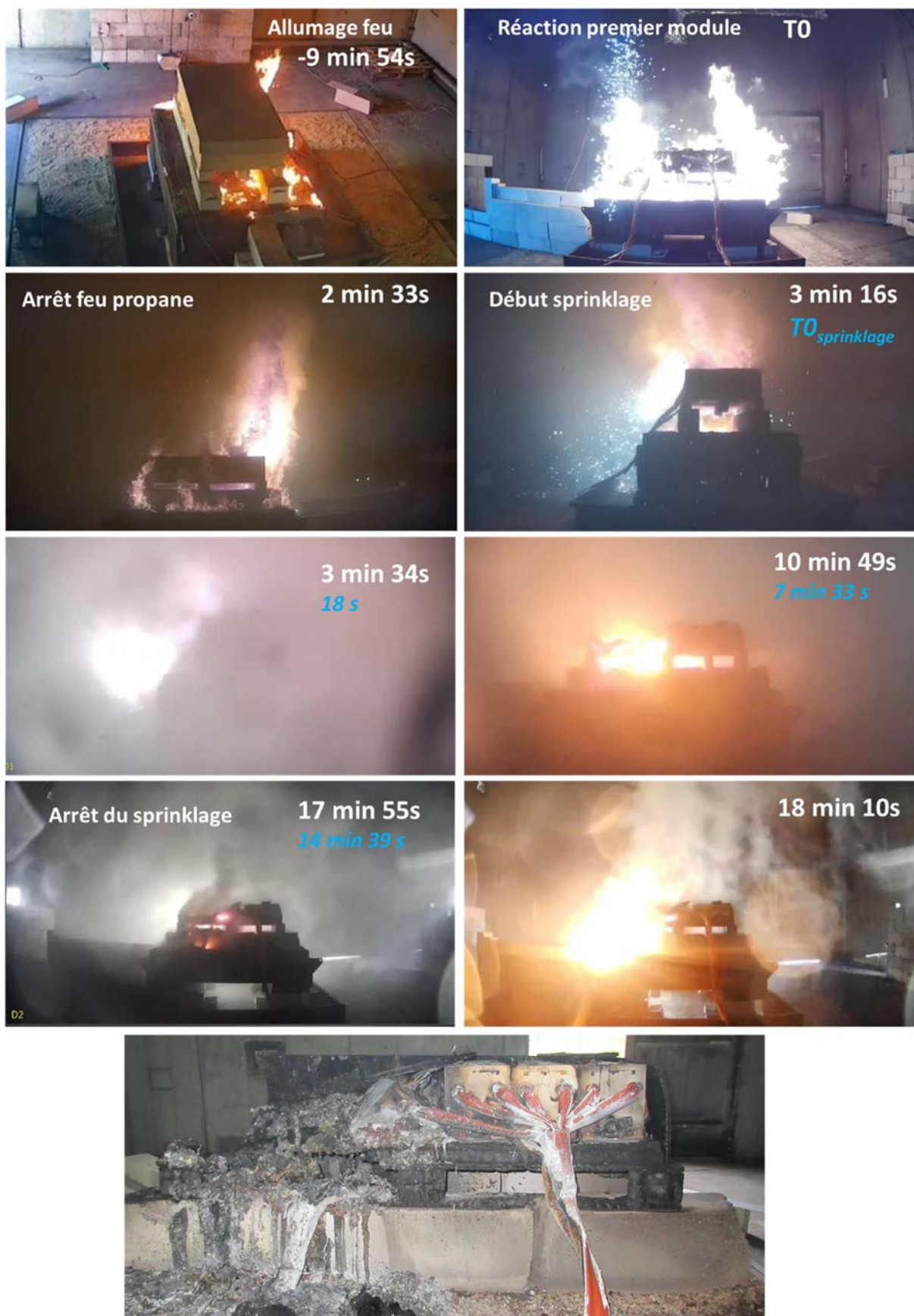


Figure 93 : Extraits de l'enregistrement vidéo lors de l'essai feu caisse + sprinklage

10.2.2 Caractéristiques de l'incendie

La Figure 94 présente les données enregistrées lors de l'essai. La Figure 95 permet de mieux visualiser les observations faites au moment de la réaction sur les tensions et les thermocouples placés sur les modules. Le feu est allumé 10 min avant que les premiers effets soient observables et est éteint 12 min 40 s après son allumage. La réaction débute alors que le thermocouple au-dessus du module enregistre 93 °C et celui en dessous 154 °C (ayant vu des pointes à 413 °C) (707 s). A cet instant, les autres modules ont une température du dessous (TC2, plus exposés aux variations de la flamme) allant de 280 °C (M7) à 60 °C (M4) et au-dessus (TC1) autour de 100 °C. En quelques secondes, l'ensemble des thermocouples placés sur le module 1 sont saturés (1200 °C). Un peu moins de 2 min plus tard, les thermocouples placés sur le module 2 sont à leur tour saturés (835 s), attestant de la réaction du second module. A 872 s, soit 2 min 45 s après le début de réaction, le module 3 réagit, indiqué par la saturation des thermocouples positionnés dessus. Le sprinklage est déclenché à 895 s, 3 min 10 après le début de réaction. Malgré le sprinklage, 4 min 30 après les premiers signes de réactions et 1 min 20 après le début du sprinklage (978 s), le module 4 réagit. Les thermocouples placés sur le dessus des modules 5, 6 et 7 ne seront jamais saturés et indiquent une température maximale de 100 °C avant déclenchement de l'extinction et autour de 90 °C après déclenchement de l'extinction (pic très court à 105 °C), confirmant la non-réaction de ces modules.

Ces observations sont en accord avec les observations faites en analysant les films de l'essai.

Au moment de la réaction, toutes les tensions sauf celle du module 4 sont nulles, car les câbles de mesures ont été détruits par le feu de propane. La tension du module 4 commence à décroître à 905 s, 10 s après le début du sprinklage, marquant le début de réaction. Elle s'annule à 960 s quand la réaction s'intensifie, en bonne corrélation avec la perte du thermocouple.

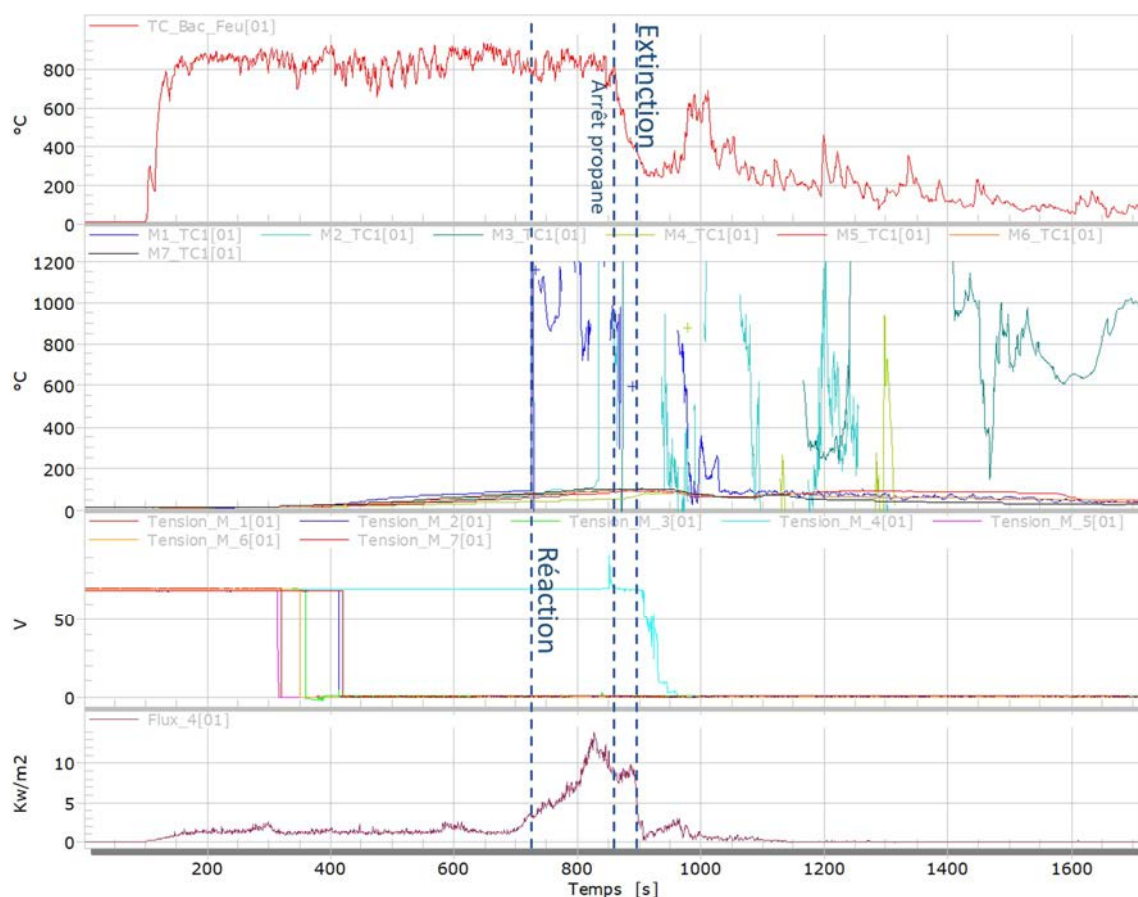


Figure 94 : Données enregistrées (sélection) lors de l'essai propagation caisse + sprinklage

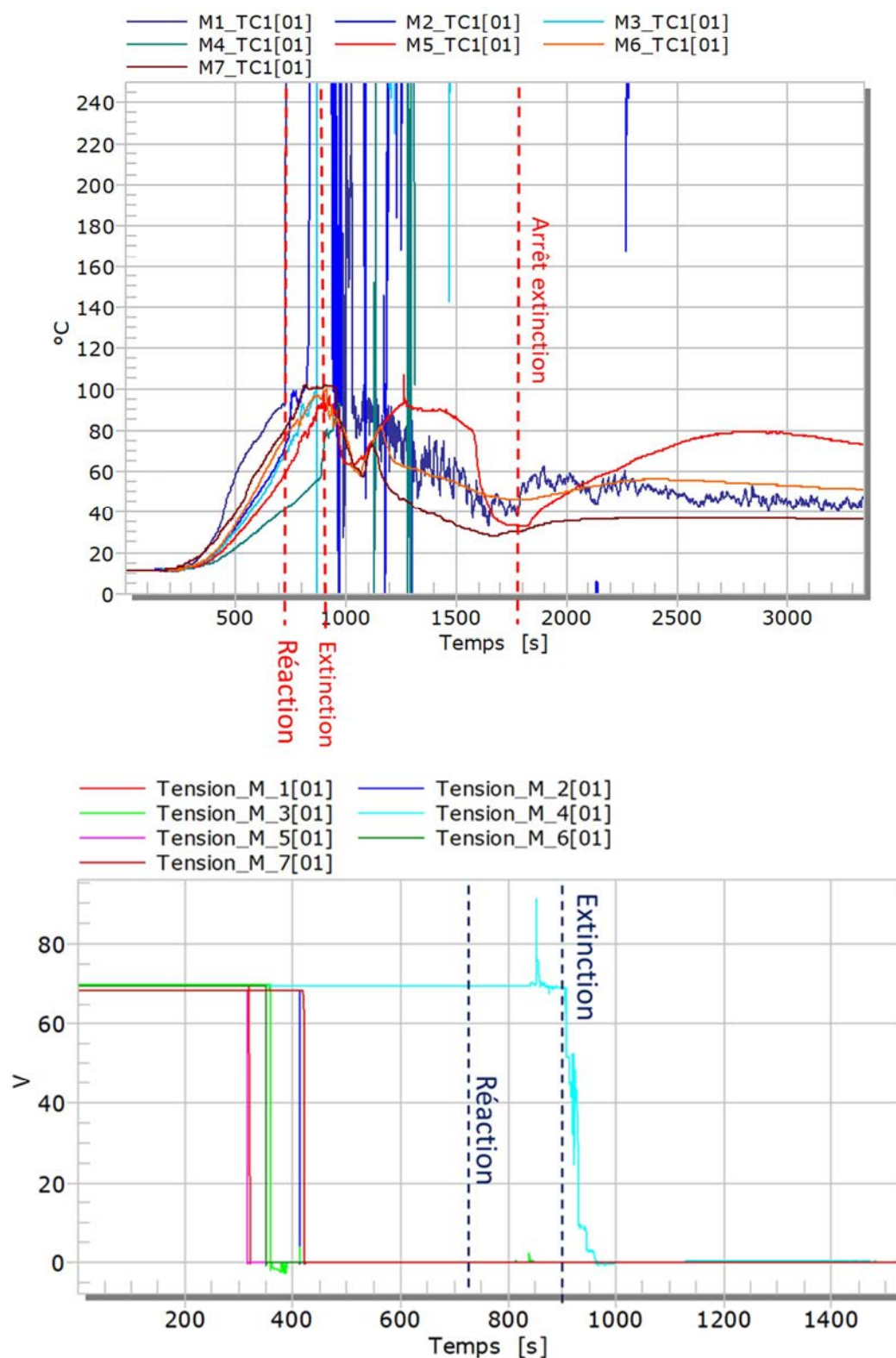


Figure 95 : Températures enregistrées par les thermocouples positionnés sous chacun des modules lors de l'essai feu caisse + sprinklage et Tensions enregistrées.

En plus des thermocouples, le pyromètre et la caméra thermique permettent de collecter des informations sur les températures de surface. La Figure 96 présente ainsi la température maximale enregistrée par ces deux instruments, en fonction du temps. Dès que la réaction des modules a démarré, la température atteint en moins d'une minute des valeurs supérieures à 1400 °C. De manière similaire à l'essai de propagation + sprinklage, au déclenchement du sprinklage, la température maximale de la réaction chute rapidement puis se stabilisent autour de 500-600 °C.

Dès l'arrêt du sprinklage, la température maximale enregistrée par la caméra thermique remonte à des valeurs proches de 900 °C (au niveau des résidus en fusion). Le pyromètre ne mesure pas les réactions des premiers modules (il pointe le module 4) et enregistre des valeurs maximales de réaction de ce module, qui a lieu sous extinction, autour de 900 °C. Ces valeurs sont largement inférieures à celles atteintes lors des essais sans extinction. Après réaction du module 4, le pyromètre pointe dans le vide et les valeurs ne sont plus représentatives.

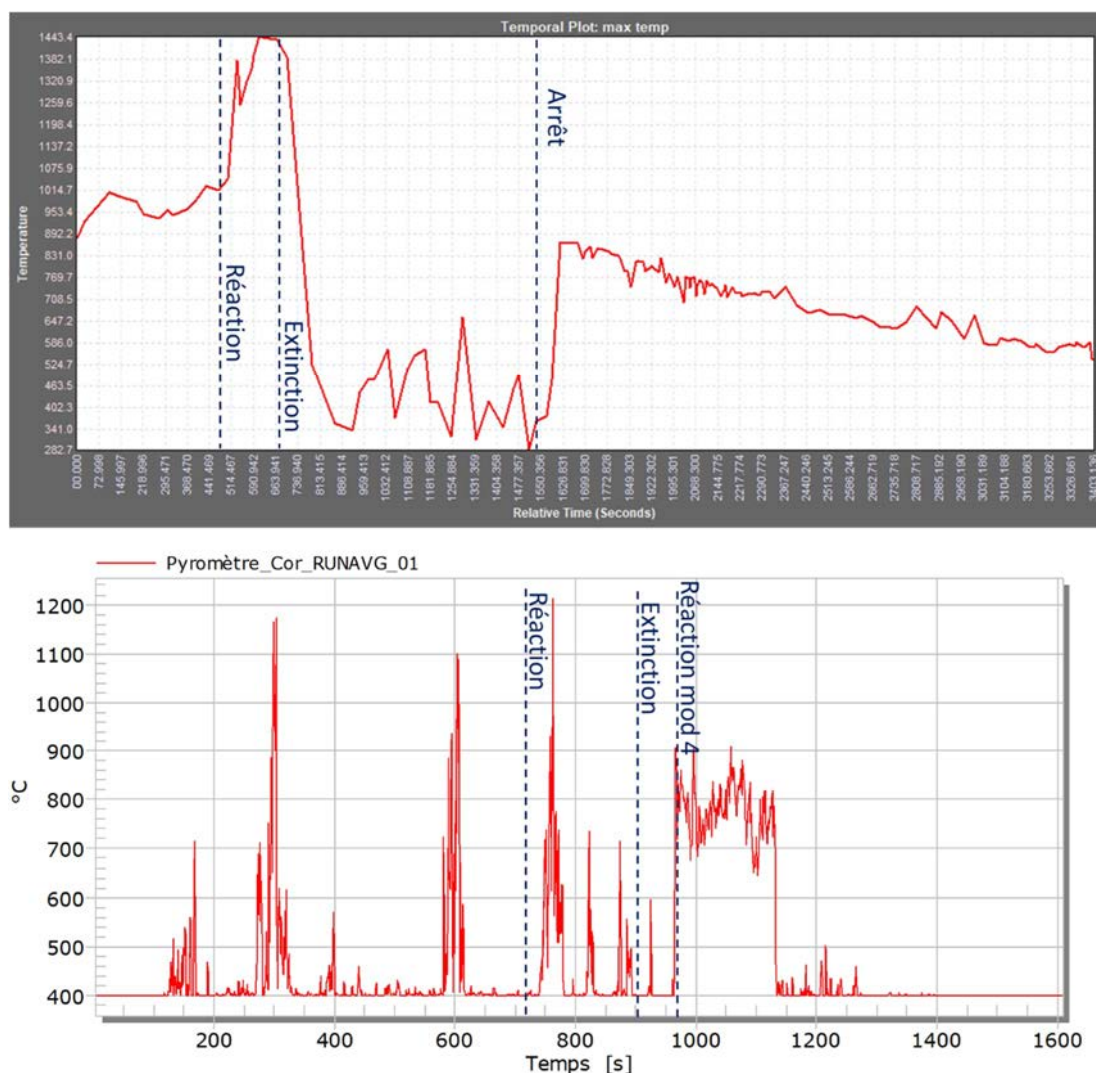


Figure 96 : Température maximale (sur un pixel) enregistrée par la caméra thermique (haut) et température enregistrée par le pyromètre (bas)

La Figure 97 propose une extraction des températures moyennes (caméra IR) de chacune des faces des modules. Les numéros des box correspondent aux numéros des modules. De manière générale, la température moyenne sur la face au cours de la réaction est de 1200-1300 C. Cette extraction permet d'estimer les temps de réaction de chaque module, et de visualiser la dynamique de la propagation d'emballement thermique. A partir de l'extinction, les températures ne dépassent pas les 800°C. Sur ces données, la réaction du module 4 est difficilement perceptible.

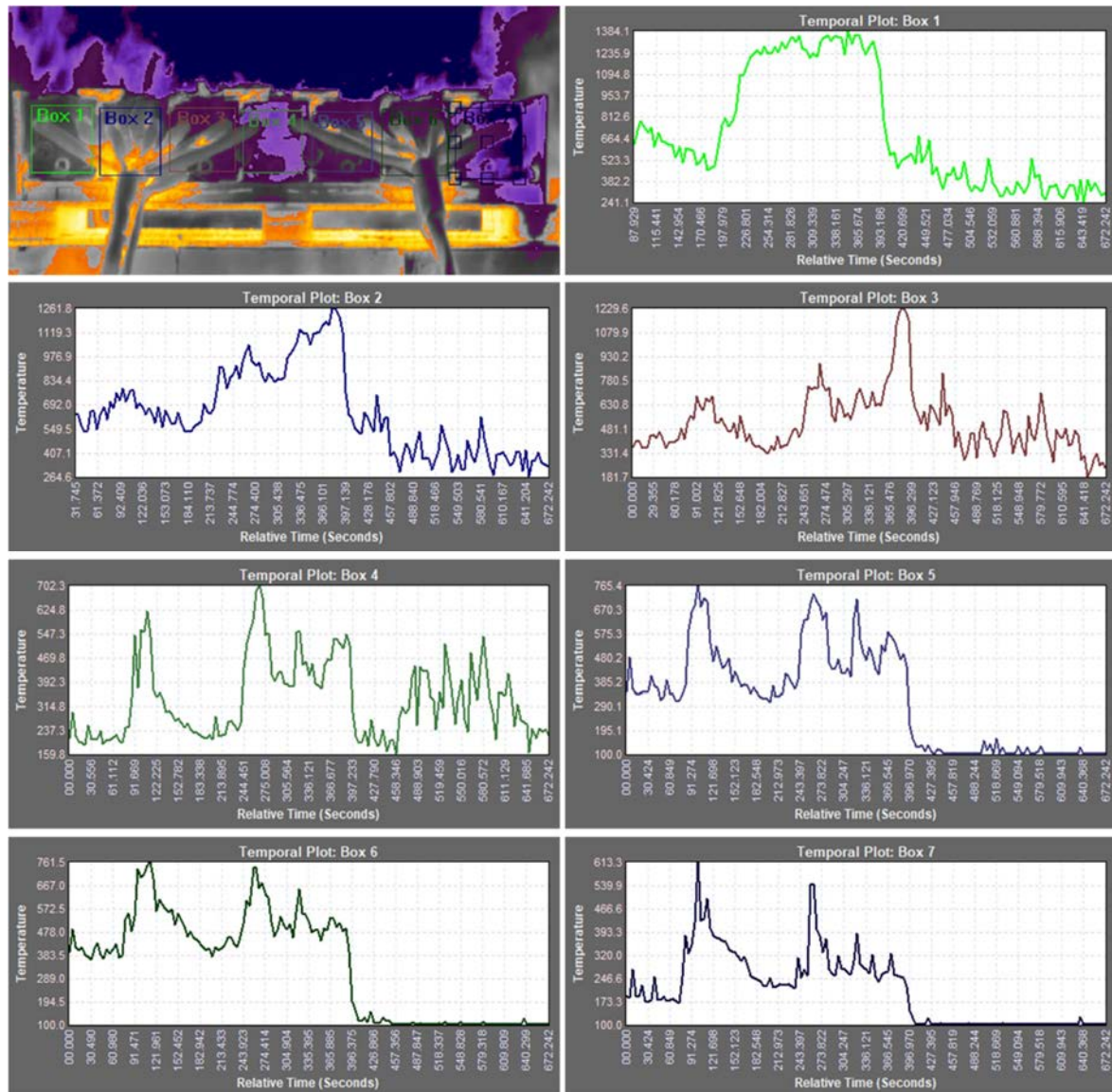


Figure 97 : Extraction des températures moyennes (caméra IR) de chacune des faces des modules

La Figure 98 présente les mesures des fluxmètres lors de cet essai. En début de réaction, un pic à 13 kW/m² est observé, assez conforme à ce qui a été observé lors des essais précédents pour des fluxmètres placés de manière similaire. A peine quelques secondes après l'allumage du sprinklage, certains fluxmètres enregistrent une nette baisse des flux radiatifs (notamment par l'effet d'écran des gouttelettes d'eaux évoqué sur l'essai précédent) mais deux fluxmètres (2 et 5) enregistrent des valeurs croissantes et un pic à plus de 20 kW/m².

Ce comportement est incohérent avec les autres mesures effectuées et il est possible que les fluxmètres n'aient pas supporté l'arrosage abondant. Nous préférons ne pas prendre en compte ces mesures pour la suite des interprétations.

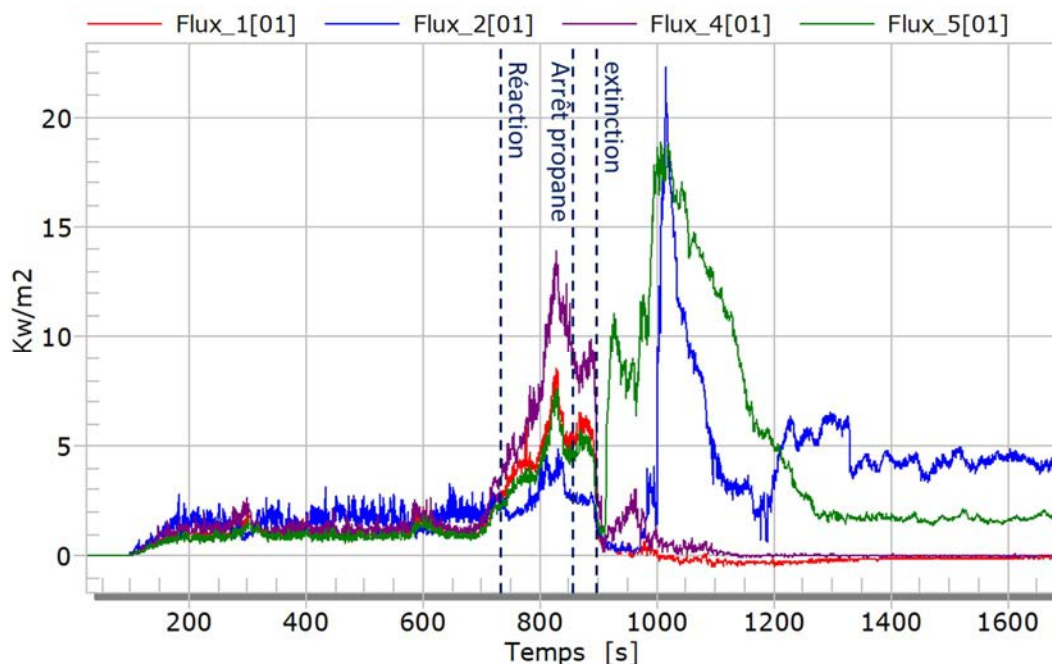


Figure 98 : Flux radiatifs enregistrés lors de l'essai feu caisse + sprinklage

Le débit calorifique (calculé par la méthode calorimétrique OC) est présenté en Figure 99. Cette mesure, reposant sur l'analyse des gaz produits de la combustion ne peut pas être biaisée par le sprinklage. Un pic à 5 MW est atteint (identique à l'essai sans sprinklage si l'on retranche les 1.8 MW imputables au feu de propane).

Suivant ce pic, deux chutes successives sont observables. La première d'environ 1,8 MW, imputable à l'arrêt du feu de propane et la seconde d'1 MW au moment du sprinklage. La réaction du module 4 qui a lieu après l'extinction, provoquera une remontée du HRR à 4 MW, valeur similaire aux essais sans extinction (Figure 68). Après ce pic, les valeurs calculées chutent en quelques minutes et atteignent des valeurs relativement faibles durant le reste de l'essai.

En intégrant ces données, il est possible de calculer l'énergie de combustion émise pendant l'essai. Celle-ci est présentée en Figure 99. Au déclenchement du sprinklage, la valeur de l'énergie dégagée par la combustion imputable aux batteries est de 217 MJ (500 MJ – 283 MJ imputable au feu de propane). Celle-ci, en prenant comme référence l'essai flux radiatif sur module (Figure 56), correspond à la réaction d'un peu plus qu'un module. Au final, après extinction, lorsque la réaction des modules est terminée, 1100 MJ imputables auront été émis (1342 MJ – 283 MJ imputable au feu de propane), ce qui correspond à environ 6 modules en prenant la même référence. Cet écart, par rapport aux quatre modules ayant réagi s'explique car la présence des caisses en bois/carton participant à la réaction. Au final, comme dans le cas de l'essai propagation caisse, l'extinction n'influe pas sur l'énergie totale dégagée par la réaction. Elle influe sur le temps de libération de cette énergie qui est prolongée. Les valeurs de chaleur de combustion en MJ/kg ne peuvent pas être évaluées car la mesure de masse est totalement faussée par l'aspersion puis l'évaporation d'eau sur le peson.

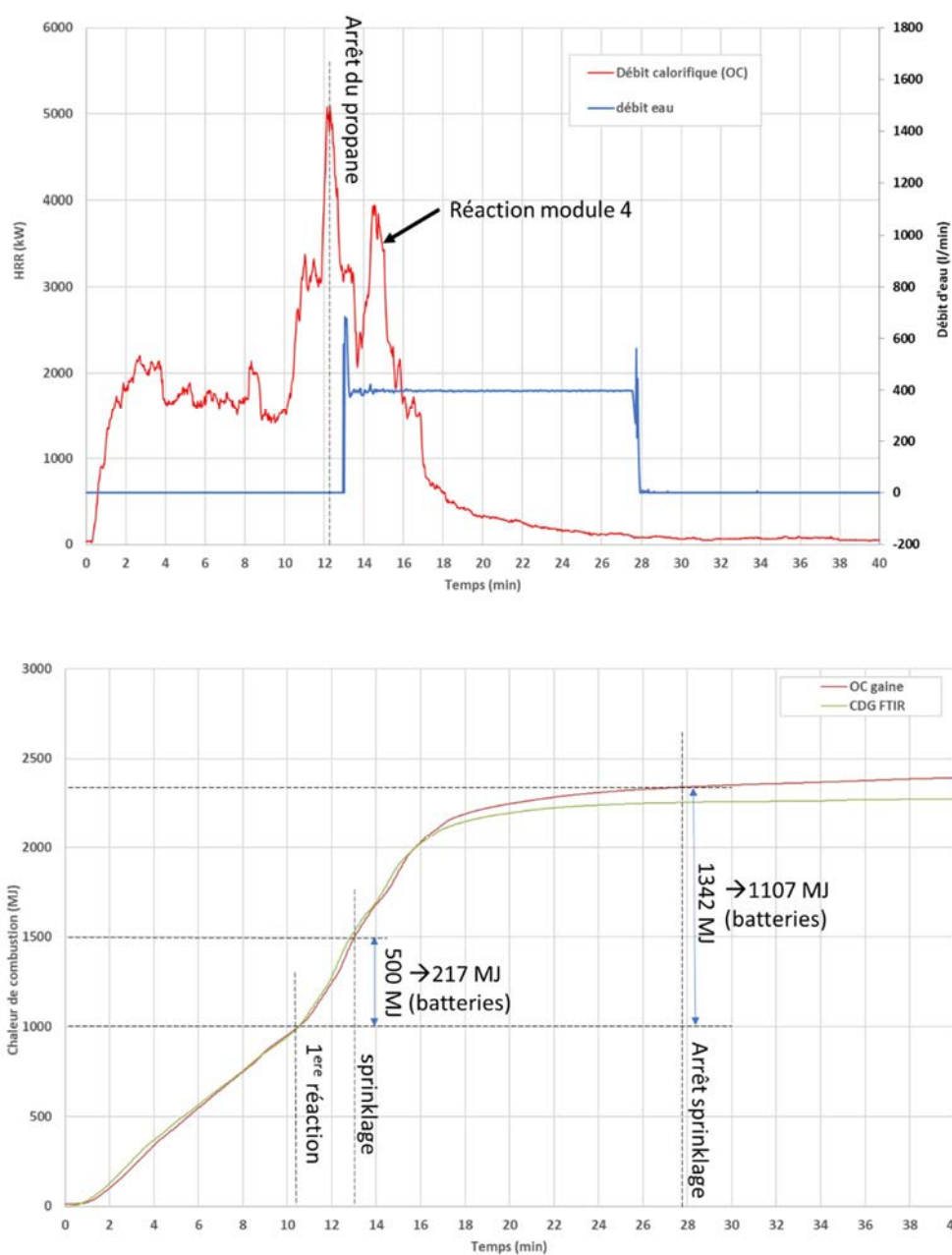


Figure 99 : Débit calorifique et chaleur de combustion calculés lors de l'essai de feu caisse + sprinklage

10.2.3 Synthèse

Le Tableau 8 présente une synthèse sur les caractéristiques thermiques observées pendant l'essai.

Nombre de modules testés	Type d'agression	Durée de l'agression avant emballement du premier module (min)	Débit calorifique maximal (kW)	Energie totale libérée (modules seuls) (méthode OC/CDG) (MJ)	Chaleur de combustion (MJ/kg)	Durée totale de réaction des modules (min)
7	Feu englobant > 100 kW/m ²	9.9	5000	1107	Non mesurée	18

Perte en masse (%)	Vitesse de combustion maximale (g/m ² /s)	Températures maximales mesurées par les TC (°C)	Températures maximale mesurée par la caméra thermique avant le sprinklage(°C)	Températures maximale mesurée par la caméra thermique pendant le sprinklage(°C)	Flux radiatif maximal reçu à 3 m (kW/m ²)	Emittance maximale calculée (kW/m ²)
Non mesurée	Non mesurée	> 1200	>1400	600	18	Non mesurée

Tableau 8 : Synthèse sur les caractéristiques thermiques de l'incendie

L'émittance maximale n'a pas été calculée car le flux radiatif maximal reçu par le fluxmètre est mesuré à un instant où le sprinklage est activé. Les flammes ne sont alors plus visibles à cet instant.

Le sprinklage a permis de réduire l'intensité du feu et ralentir la propagation du feu, la durée totale de réaction des modules ayant passé de 10 min lors du feu sans sprinklage (chapitre 8) à 18 min. Les températures du foyer ont également été atténuées par le sprinklage. Il a de plus permis de stopper la propagation de l'incendie étant donné que dans ce cas, seulement 4 sur 7 modules ont réagi. A noter que la température reste élevée et que le feu n'est pas contrôlé.

10.3 Conclusions sur le sprinklage

Le Tableau 9 synthétise les principaux résultats obtenus lors des 5 essais feu. Les températures moyennes pendant le sprinklage sont issues de la caméra thermique qui peut être perturbée par la présence des gouttelettes d'eaux.

Paramètres	Unité	Essai				
		Feu sur module	Feu sur caisse	Feu sur caisse avec sprinklage	Propagation sur caisse	Propagation sur caisse avec sprinklage
Chapitre de référence	-	6	7	9.2	8	9.1
Date de l'essai	-	18/10/2023	22/03/2024	16/04/2024	07/03/2024	04/04/2024
Nombre de modules testés	-	1	7	7	6	6
Nombre de modules qui ont réagi	-	1	7	4	6	6
Type d'agression	-	Flux thermique de 10 à 15 kW/m ²	Feu englobant > 100 kW/m ²	Feu englobant > 100 kW/m ²	pad chauffant sur un module	pad chauffant sur un module
Température d'emballlement (ordre de grandeur)	°C	NM*	<200	154	164	172
Durée de l'agression avant emballlement du premier module	min	15	11	9.9	11	9.8
Débit calorifique maximal	kW	2400	5500	5000	9000	9000
Energie totale libérée (modules seuls) méthode OC/CDG	MJ	178/198	1872/2143	1107	1759/2086	1924/2300
Chaleur de combustion	MJ/kg	NM	10.2	NM	12	NM
Perte en masse	%	NM	66	NM	66	NM
Durée totale de réaction des modules	min	2.5	10	18	9	14
Vitesse de combustion maximale	g/m ² /s	NM	280	NM	450	NM
Vitesse de combustion moyenne	g/m ² /s	NM	185	NM	250	NM
Températures maximales mesurées par les TC	°C	>1200	>1200	>1200	>1200	>1200
Températures maximale mesurée par la caméra thermique	°C	NM	1615	>1400	NM	1400
Températures moyenne	°C	NM	1400	NP	NM	NP
Températures moyenne pendant le sprinklage	°C	NP	NP	600	NP	600
Flux radiatif maximal reçu à 3 m	kW/m ²	11	10	18	18	12
Emittance maximale calculée (ordre de grandeur)	kW/m ²	170	165-200	NM	180	NM

*NM: Non Mesuré

Tableau 9 : Synthèse des principaux résultats sur les 5 essais feu.

Les résultats sont très cohérents d'un essai à l'autre. La température d'emballement du premier module est, dans tous les cas, inférieure à 200°C. Les durées d'agression avant emballement sont d'une dizaine de minutes pour les essais sur caisse et de 15 min pour l'essai en virole, le module ne subissant pas directement l'action de l'agression ce qui explique le temps de chauffe supplémentaire.

Les débits calorifiques maximaux sont en accord selon le mode d'agression imposé. De l'ordre de 5000 kW pour le feu englobant correspondant à la réaction quasi-simultanée de 2 modules et de 9000 kW pour le pad chauffant correspondant à la réaction simultanée de 3 modules. Le débit calorifique maximal mesuré pour les essais avec feu englobant est plus faible que celui mesuré pour les essais avec pad chauffant car dans le deuxième cas, les modules sont disposés sur 2 niveaux ce qui favorise leur emballement simultané.

L'énergie totale libérée est, dans tous les cas, en accord avec le nombre de modules brûlés sachant que pour l'essai feu sur caisse avec sprinklage, le refroidissement à l'eau a interrompu la propagation horizontale du feu. Les chaleurs de combustion mesurées dans les cas feu sur caisse et propagation sur caisse sans sprinklage sont en bon accord.

Les températures maximales mesurées de l'ordre de 1400-1600 °C mettent en évidence une réaction très violente caractéristique de feux de métaux, éloignées de celles des feux d'hydrocarbures qui culminent entre 1000 et 1200 °C. Les émittances évaluées à partir des flux radiatifs maximaux mesurés par les fluxmètres mettent en évidence également des flammes très rayonnantes, les émittances étant supérieures encore une fois à celles des flammes de feu de nappe d'hydrocarbures (comprises entre 50 et 100 kW/m² selon l'échelle et la nature de l'hydrocarbure enflammé).

De l'essai propagation avec sprinklage sur deux caisses empilées, nous concluons que le sprinklage semble avoir permis de ralentir la propagation entre caisses superposées sans toutefois l'empêcher. Le sprinklage semble aussi avoir un impact positif sur la propagation horizontale au sein d'une même caisse (ce que l'essai suivant confirmera). Cet essai ne permet pas de conclure formellement sur la possibilité de propagation vers une caisse située au-dessous de la caisse en emballement mais les coulées de métal en fusion restant plusieurs dizaines de minutes à plus de 1000 °C laissent penser que le risque de propagation n'est pas à exclure. En termes de violence de la réaction, les calculs de HRR permettent de justifier d'une puissance thermique réduite. En revanche, l'énergie totale dégagée reste identique.

De l'essai feu avec sprinklage sur une caisse, nous concluons que le sprinklage a permis d'arrêter la propagation au sein de la caisse. Les valeurs de HRR et d'énergie totale libérée ne semblent en revanche pas être modifiées par rapport à un essai sans extinction.

L'extinction à eau, semble donc pouvoir être recommandée sur ce type de feu. Même s'il est clair que cela ne permettra pas d'éteindre un module en cours de réaction, si elle intervient dans les premiers instants, qu'elle est correctement dimensionnée et que les caisses sont disposées dans une configuration adaptée (pas plus de deux rangées empilées par exemple), elle peut permettre de ralentir la propagation de l'incendie mais pas forcément de le contrôler. Si elle intervient dans un délai plus long, l'arrêt de la propagation ne peut pas être garanti par les essais réalisés mais elle sera vraisemblablement bénéfique en ralentissant la propagation, diminuant le débit calorifique et refroidissant les alentours. Il y a cependant des contreparties à prendre en compte : la projection de métal en fusion ; la production de gaz toxiques et inflammable (CO, H₂, ...).

Aussi, une fois la phase intense de l'incendie terminée, il faut limiter les apports d'eau car ceux-ci contribuent à entretenir la réaction des résidus de combustion des batteries qui sont hydro réactifs et émettent des gaz toxiques et inflammables (cf. partie 3 : tableau 16, fig. 111 et 112). Il est également recommandé de retenir les eaux d'extinction qui sont contaminées (cf. chapitre 11).

11 Analyse des effluents gaz, particules et eaux d'extinction

11.1 Méthodes

Pour une sélection de 3 essais (flux radiant module, feu caisse et feu caisse + sprinklage), des analyses de gaz et/ou de particules ont été réalisées. Deux types de mesures ont été mises en œuvre : une analyse en continu par analyse infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR) et analyseurs via un piquage direct dans la gaine de ventilation et un prélèvement dans un canister (contenant initialement sous vide) à un instant donné pour une analyse complémentaire des composés organiques volatils (COV) et des composés soufrés.

Le schéma de principe de cette analyse de gaz et d'aérosols est présenté sur la Figure 100.

Des prélèvements de particules présentes dans les fumées émises ont également été réalisés dans la gaine de ventilation sur filtre et directement sur des grilles en or, adaptées à l'observation par microscopie électronique en transmission (système Mini-Particle Sampler, MPS). Deux types d'analyses ont été réalisées : par impacteur basse pression à détection électrique ELPI+ pour le comptage et la distribution granulométrique des particules en nombre et par Xact 625i Cooper pour l'analyse par rayons X des éléments-traces métalliques dans les particules. Afin d'éviter la survenue de phénomènes de condensations et une éventuelle saturation des moyens de prélèvement ou d'analyse, un diluteur Dekati à double étage de type E-diluter Pro a été déployé en sortie du piquage dans la gaine comme illustré sur la Figure 100 (suivant les essais, le facteur de dilution a été fixé à 25 ou 40) et en amont des moyens de prélèvement ou d'analyse.

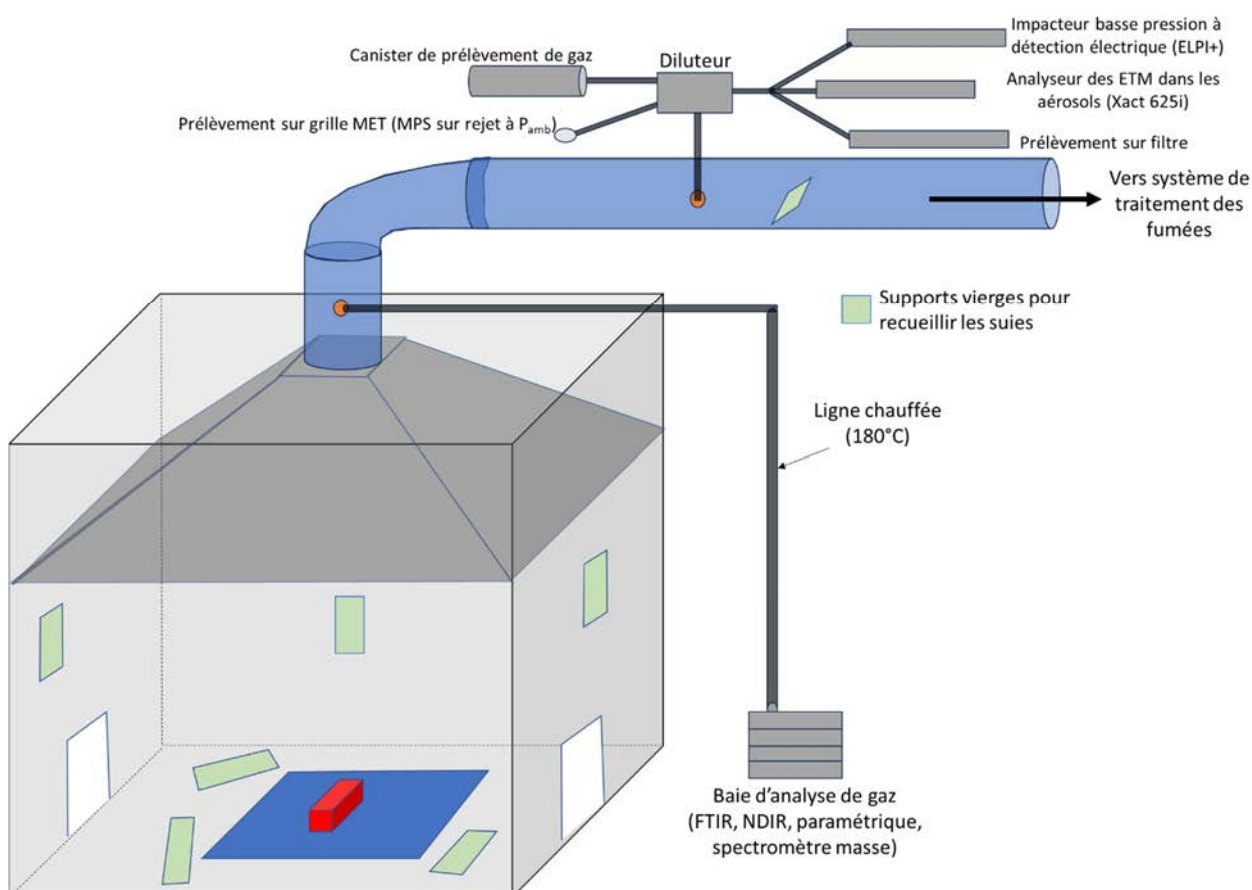


Figure 100 : Schéma de principe de l'analyse de gaz/particules

Pour les différents essais, les conditions de prélèvement sont sensiblement différentes et sont récapitulées en Tableau 10.

Tableau 10 : Conditions de prélèvement des gaz

Essai	Débit d'aspiration (m ³ /h) (analyse en continu)	Facteur de dilution (analyse canister)
Module	35 000	25
Caisse	80 000	50
Caisse + sprinklage	80 000	1

Les limites de quantification pour l'analyse des gaz en continu ont été estimées en partant de la limite basse de détection de l'espèce puis extrapolée en suivant les conditions d'analyses (débit, temps d'échantillonnage, ...).

En plus de l'analyse des gaz et aérosols, une analyse des suies à proximité de la source a été mise en œuvre via le placement de plaques de prélèvements de vierges, en inox et en eterboard (mélange homogène de ciment, de sable et de cellulose), placés dans la chambre avant l'essai (cf. Figure 101) sur 3 types d'emplacements : au sol, sur les murs de la chambre et dans la gaine d'extraction. Les prélèvements de suie ont été effectués à l'aide de lingettes ensachées imprégnées sur des surfaces définies par des gabarits 10 x 10 cm² (conformément à la note de l'Ineris sur le choix des lingettes de prélèvements surfaciques²). Seules les suies visibles ont été prélevées, les gros débris présents au sol ont été évacués en renversant délicatement les plaques.

Les lingettes ont ensuite été dissoutes par acidification puis l'analyse des métaux a été réalisée en sous-traitance au laboratoire Micropolluants Technologie SA :

- les éléments-traces métalliques par spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) et le brome par spectrométrie de masse en tandem avec plasma à couplage inductif (ICP-MSMS),
- les éléments S et P par spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif (ICP-AES),
- les HAP chromatographie en phase liquide haute performance (HPLC) équipés d'un détecteur UV-visible à barrettes de diodes (DAD) et d'un détecteur de fluorescence (FLD),
- les PCDD/F et PCB par chromatographie en phase gazeuse haute résolution (HRGC) couplée à la spectrométrie de masse haute résolution (HRMS).

Les résultats sont exprimés en ng par échantillon (i.e. par lingette) et en pg par échantillon en quantité équivalente toxique (TEQ) OMS 2005³ dans les rapports d'analyses. A noter que, étant donné les fluctuations de limites de quantification sur la méthode analytique propre aux PCDD/F et PCB, les résultats sont toujours donnés sous la forme d'un intervalle pour ces composés (une valeur minimale supposant l'absence des composés dont la concentration est inférieure à la LQ et une valeur maximale supposant une concentration égale à la LQ).

De plus, le prélèvement par lingette dépend significativement de la composition et des pollutions éventuelles présentes sur le support, ce qui justifie la nécessité de les comparer à des « blancs de surface ». Toutefois, les suies ne sont pas nécessairement réparties de manière homogène sur la surface prélevée et le rendement de prélèvement peut varier significativement en fonction du support et de la substance déposée. Les résultats obtenus sont donc qualitatifs et, bien qu'ils constituent de bons marqueurs de la signature chimique des suies, ils sont à considérer avec prudence.

² Institut national de l'environnement industriel et des risques, Choix des lingettes à utiliser pour la réalisation de prélèvements surfaciques lors des accidents industriels, Verneuil-en-Halatte : Ineris 206743 - v1.0, 25/05/2023.

³ Fiche sur les Polychlorodibenzo-p-dioxines et les polychlorodibenzo-p-furanes (PCDD/F), Ineris - 213434 - 2783847 - 0.1

Dans ce but, ils sont comparés entre eux à travers un indicateur numérique calculé comme suit :

$\text{Indicateur}_i = \log_{10} \left(\frac{C_i}{LQ_i} \right)$ où C_i est la concentration du composé i et LQ_i est sa limite de quantification



Figure 101 : Support de prélèvement des particules à proximité de l'échantillon

Enfin, lors de l'essai d'extinction, des réceptacles vierges ont été positionnés comme indiqués par les cercles rouges sur la Figure 102 afin de collecter les eaux d'extinction souillées par le ruissèlement sur la caisse incendiée.



Figure 102 : Réceptacles de collecte des eaux d'extinction

11.2 Emissions gazeuses

11.2.1 Essai flux radiant sur module

Les résultats de l'analyse de gaz en ligne lors de l'essai flux radiant sur module sont présentés dans le Tableau 11. La contribution du brûleur à gaz a été retranchée et pour les besoins de la quantification, les valeurs présentées dans le tableau sont arrêtées 15 min après le début de la réaction. Le gaz extrêmement majoritaire est le CO_2 , produit de combustion. Les quantités de CO sont plus de 30 fois inférieures, ce qui atteste d'une combustion bien ventilée. Du NO est détecté en quantités relativement faibles mais significatives.

En l'absence d'espèces azotées dans les combustibles et dans les conditions de l'essai où l'oxygène est largement disponible et où des températures très élevées sont atteintes, sa formation peut être expliquée par la réaction entre l'oxygène et l'azote de l'air dans la flamme selon les équations suivantes impliquant des radicaux (1) et (2) :



Du CH₄ et du HF sont détectés en quantités relativement faibles et correspondent à des produits de décompositions (notamment du sel de Li fluoré contenu dans l'électrolyte), des matériaux composant le module. Du H₂ est détecté en faible quantité et provient probablement de la réaction de Li(m) avec l'eau selon la réaction (3). Compte tenu du feu important, la plupart du dihydrogène ainsi formé a dû être brûlé.



Tableau 11 : Résultats de l'analyse de gaz en continu lors de l'essai flux radiant sur module.
Contribution du brûleur à gaz retranchée

Gaz	Limite de quantification estimée (g)	Quantité (g)	Méthode
CO ₂	1	14 000	FTIR
CO	1	450	FTIR
CH ₄	0,2	6	FTIR
H ₂	0,1	2	Spectro masse
HF	1	8	FTIR
NO	1	30	FTIR
POF ₃	2	nd	FTIR
SO ₂	3	nd	FTIR
PH ₃	2	nd	FTIR
C ₂ H ₄	1	nd	FTIR
C ₂ H ₂	1	nd	FTIR
CH ₂ O	1	nd	FTIR
Org. Carbonates (EC, DEC...)	4	nd	FTIR
HCl	1	nd	FTIR
HCN	1	nd	FTIR
HBr	2	nd	FTIR
C ₃ H ₄ O	1	nd	FTIR

L'analyse des gaz prélevés dans le canister est présentée dans le Tableau 12. Le prélèvement a été réalisé sur une durée de quelques secondes, 20 s après que les premiers effets ont été constatés. Bien que ces analyses soient semi-quantitatives, une extrapolation des valeurs mesurées sur la durée de la réaction (env. 2 min) est proposée afin d'obtenir une valeur comparable à celles présentées pour l'analyse en continu. De cette manière, du SO₂ est mesuré, provenant de la décomposition puis oxydation du sel d'électrolyte. Des traces de benzène (C₆H₆) et de propane (C₃H₈) sont aussi détectés.

Tableau 12 : Résultats du prélèvement de gaz lors de l'essai flux radiant sur module. Le prélèvement a été réalisé 20 s après les premiers effets. *Quantité en équivalent toluène sauf pour le SO₂

Gaz	Limite de quantification (µg/m ³)	Quantité* mesurée (µg/m ³)	Flux* au moment du prélèvement (µg/s)	Estimation de quantité* totale (g)	Méthode
SO ₂	10	2700	26 200	3	ATD/GC/MS-FPD
C ₆ H ₆	10	50	485	0,06	ATD/GC/MS-FPD
C ₃ H ₈	10	375	3600	0,44	ATD/GC/MS-FPD
H ₂ S	1360	nd	-	-	µGC
C ₃ H ₆ O	10	nd	-	-	ATD/GC/MS-FPD

Les Figures 103 à 107 présentent les débits massiques d'une sélection d'espèces. Sur ces figures, la contribution du brûleur à gaz n'est pas retranchée. Conformément à l'analyse de l'essai qui a été faite, le pic d'émission de gaz et donc le pic de la réaction de combustion a lieu environ 18 min après l'allumage du feu. Deux espèces se détachent du profil correspondant aux espèces de combustion, il s'agit de H₂ (Figure 106) et HF (Figure 107). L'émission de HF a lieu avec quelques minutes de décalage, elle est maximale à 21 min. L'émission de H₂ est, quant à elle, marquée par une longue traîne après son pic, ce qui correspond potentiellement à la réaction des résidus avec l'humidité ambiante

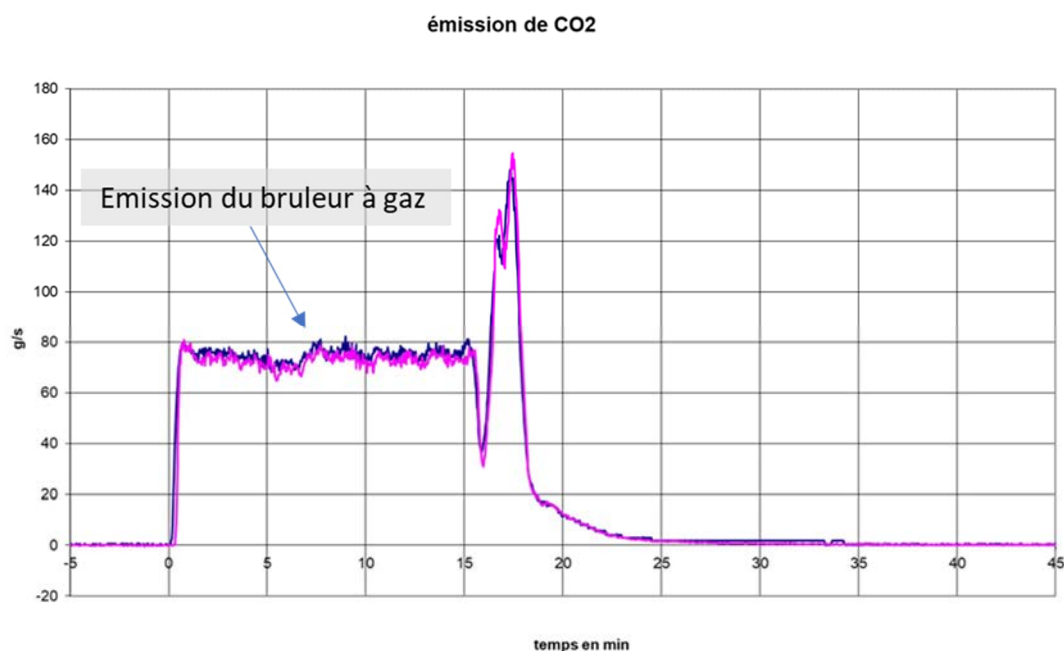


Figure 103 : Débit massique CO₂ essai de flux radiatif module

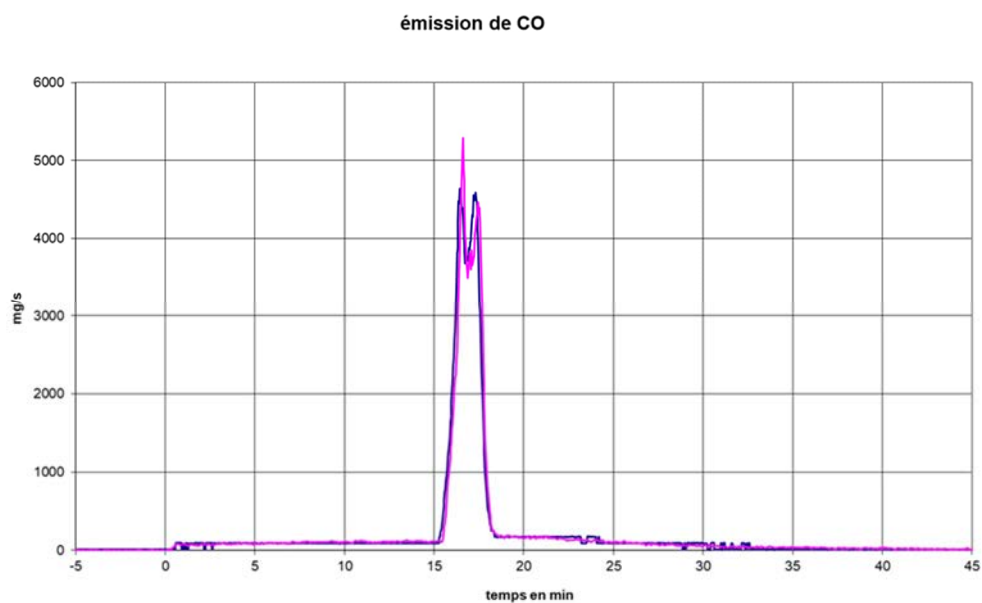


Figure 104 : Débit massique CO essai de flux radiatif module

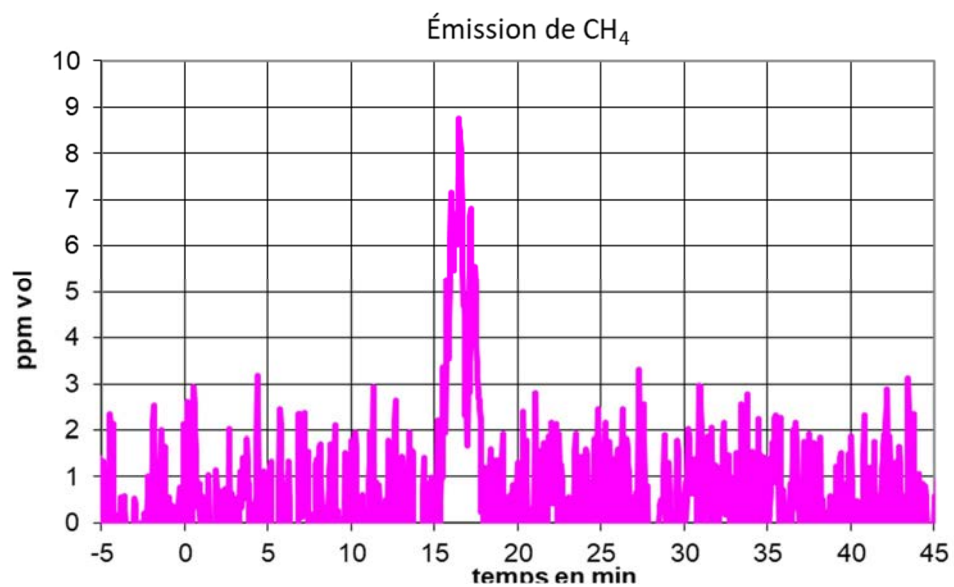


Figure 105 : Débit massique CH₄ essai de flux radiatif module

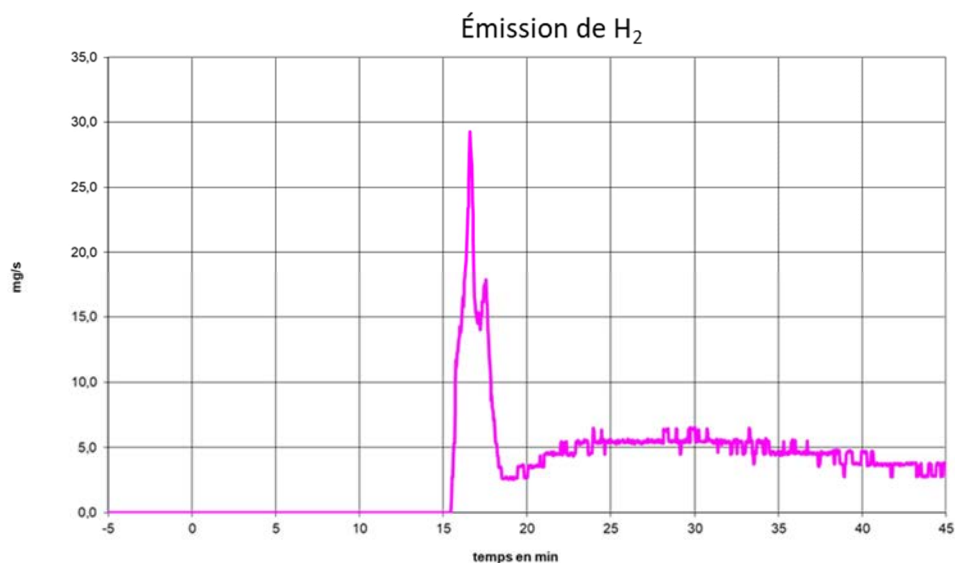


Figure 106 : Débit massique H₂ essai de flux radiatif module

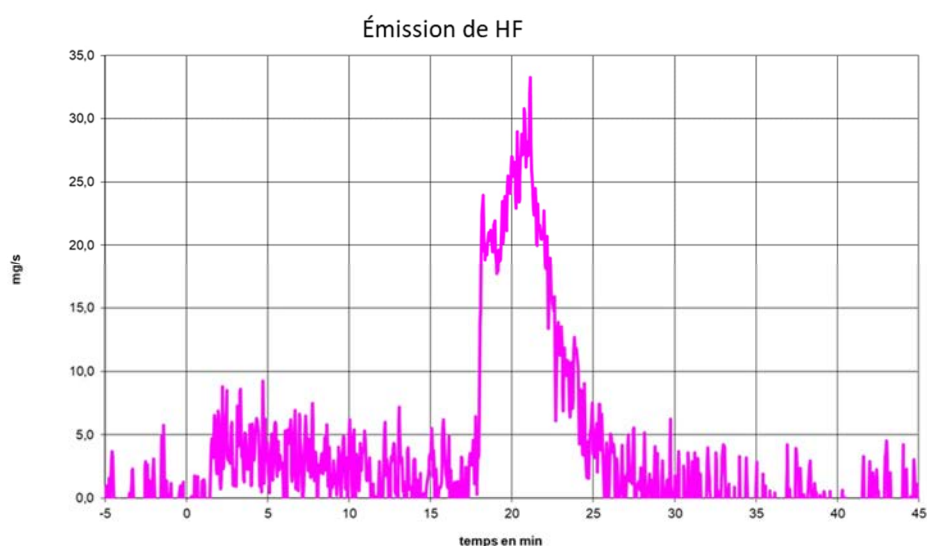


Figure 107 : Débit massique HF essai de flux radiatif module

11.2.2 Essai feu sur caisse (7 modules)

Les résultats de l'analyse de gaz en ligne lors de l'essai feu sur caisse de module sont présentés dans le Tableau 13. La contribution du bruleur à gaz a été retranchée et, pour les besoins de la quantification, les valeurs présentées dans le tableau sont arrêtées 30 min après le début de la réaction. Le mélange gazeux est assez similaire à celui mesuré lors de l'essai sur module. Les quantités des gaz mesurés sont globalement en accord, moyennant un facteur 7 (correspondant à 7 modules au lieu de 1).

Quelques espèces diffèrent cependant, à commencer par le CO₂ qui est retrouvé en quantité supérieure du fait de la présence de caisse en bois. Le SO₂ qui n'avait pas été détecté par l'analyse en ligne est désormais détecté en quantité significative et du HCl est aussi détecté.

Tableau 13 : Résultats de l'analyse de gaz en continu lors de l'essai feu sur caisse

Gaz	Limite de quantification estimée (g)	Quantité (g)	Facteur d'émission (mg/g)	Méthode
CO ₂	2	174 497	943,2	FTIR
CO	1	2 007	10,8	FTIR
CH ₄	1	33	0,2	FTIR
H ₂	0.1	42	0,2	Spectro masse
HF	1	135	0,7	FTIR
NO	2	265	1,4	FTIR
POF ₃	5	nd	nd	FTIR
SO ₂	6	726	3,9	FTIR
PH ₃	3	nd	nd	FTIR
C ₂ H ₄	1	nd	nd	FTIR
C ₂ H ₂	1	nd	nd	FTIR
CH ₂ O	1	nd	nd	FTIR
Org. Carbonates (EC, DEC...)	10	nd	nd	FTIR
HCl	2	79	0,4	FTIR
HCN	2	nd	nd	FTIR
HBr	4	nd	nd	FTIR
C ₃ H ₄ O	2	nd	nd	FTIR

Le tableau 14 propose une comparaison de facteurs d'émission pour différents combustibles. Les valeurs des combustibles autres que batteries sont issues de l'étude Ineris « An experimental evaluation of the toxic gas emission in case of vehicle fires »⁴.

En se limitant aux gaz rapportés dans cette étude, les émissions du feu de la caisse de batteries se rapprochent le plus du feu de câbles électriques, avec une quantité relativement faible de CO₂ et un rapport CO/CO₂ du même ordre de grandeur. Le facteur d'émission du HF est le plus élevé (facteur 7) en comparaison avec le feu de câbles électriques du fait de la présence de Fluor dans les batteries. Les facteurs d'émission des NOx sont supérieurs à ceux du feu de gazole mais inférieurs à ceux des autres combustibles.

On notera aussi que certains composés comme le SO₂ sont absents de l'étude pour certains combustibles. A noter que ces valeurs ne donnent pas d'information sur l'aspect fumigène des fumées.

Ces données permettent toutefois, couplées aux caractéristiques de l'incendie, d'estimer les conséquences au travers de la toxicité aiguë. Cette analyse comparative est détaillée au chapitre 11.2.

1 ⁴ An experimental evaluation of toxic gas emissions from vehicle fires, B. Truchot

Tableau 14 : Comparaison des facteurs d'émission de différents combustibles

Facteur d'émission [mg/g]	Gazole	Plastiques	Pneus	Câble électriques	Caisse LMP
CO ₂	2823	2034	1469	728	943
CO	31	20	42	9,1	11
HCl	-	2,2	0,2	2,1	0,4
HF	-	0,014	0,003	0,11	0,7
NO _x	1,2	5	2,8	2,5	1,4
SO ₂	-	-	18	-	3,9

L'analyse des gaz prélevés dans le canister est présentée dans le Tableau 15.

Le prélèvement a été réalisé sur une durée de quelques secondes, 3 min après que les premiers effets ont été constatés (14 min 30 sec) sur les graphiques de débit massique. Bien que ces analyses soient pseudo-quantitatives, une extrapolation des valeurs mesurées sur la durée de la réaction (env. 9 min) est proposée afin d'obtenir une valeur comparable à celles présentées pour l'analyse en continu. De cette manière, aucun gaz n'est mesuré hormis l'acétone en faible quantité. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer cette quasi-absence d'espèce :

1. le mélange gazeux a été dilué d'un facteur 50 avant prélèvement/analyse ;
2. le mélange gazeux n'était pas « riche » au moment du prélèvement.

Si on prend l'exemple du SO₂, la Figure 108, montre qu'à ce moment de la réaction, il n'était pas émis (ou en très faible quantité).

Tableau 15 : Résultats du prélèvement de gaz lors de l'essai feu sur caisse. Le prélèvement a été réalisé 3 min après le début de la réaction. *Quantité en équivalent toluène sauf pour le SO₂

Gaz	Limite de quantification (µg/m ³)	Quantité* mesurée (µg/m ³)	Flux* au moment du prélèvement (µg/s)	Estimation de quantité* totale (g)	Méthode
SO ₂	10	nd	-	-	ATD/GC/MS-FPD
C ₆ H ₆	10	nd	-	-	ATD/GC/MS-FPD
C ₃ H ₈	10	nd	-	-	ATD/GC/MS-FPD
H ₂ S	1360	nd	-	-	µGC
C ₃ H ₆ O	10	750	16 700	9	ATD/GC/MS-FPD

La Figure 108 présente les concentrations dans la gaine de prélèvement en fonction du temps d'une sélection d'espèces. Sur cette figure, la contribution du brûleur à gaz n'est pas retranchée.

Conformément aux observations faites sur l'essai module, l'émission de HF se fait plutôt en fin de réaction (à partir de 22 min) et l'émission de H₂ reste marquée par une traine persistante après réaction.

Aussi le SO₂ semble apparaître systématiquement sur la fin de réaction de chacun des modules de la caisse.

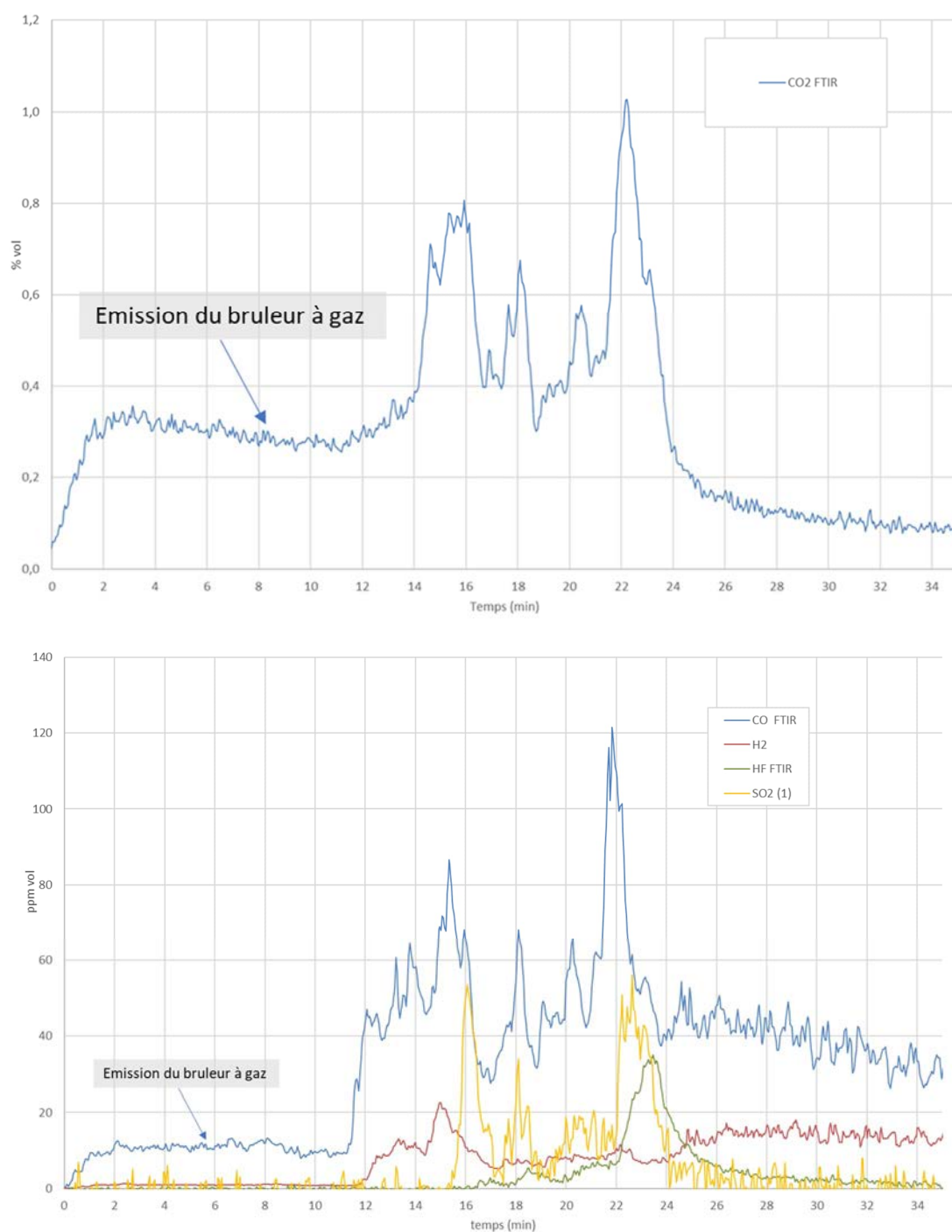


Figure 108 : Concentration volumique d'une sélection d'espèces dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse

11.2.3 Influence du sprinklage sur les émissions gazeuses : essai feu + sprinklage sur caisse

Les résultats de l'analyse de gaz en ligne lors de l'essai feu sur caisse de module + sprinklage sont présentés dans le Tableau 16. La contribution du bruleur à gaz a été retranchée et, pour les besoins de la quantification, les valeurs présentées dans le tableau sont arrêtées 30 min après le début de la réaction.

Les quantités de gaz mesurées lors de l'essai sans sprinklage sont reportées afin de faciliter la comparaison. Ainsi, il apparaît que les quantités de CO₂ formées sont près de deux fois inférieures, ce qui est en cohérence avec le fait que seulement 4 modules sur 7 ont réagi.

La quantité de CO a, quant à elle, doublée malgré la réduction de matière brûlée ; cela illustre une réaction de combustion moins bien ventilée. Les gaz inflammables comme H₂ et CH₄ connaissent, quant à eux, une forte augmentation puisque leur combustion après formation est moins favorable en présence d'eau.

Les espèces HF, HCl, SO₂ sont inférieures à la limite de quantification. Soit leur formation n'a pas eu lieu car les températures étaient inférieures, soit l'action de l'eau empêche leur détection (re condensation, dilution dans l'eau, ...). Enfin, pour la première fois, PH₃ est détectée, assurément portée par la présence d'eau.

Tableau 16 : Résultats de l'analyse de gaz en continu lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage

Gaz	Limite de quantification estimée (g)	Quantité (g)	Quantité sans extinction (g)	Méthode
CO ₂	2	81 157	174 497	FTIR
CO	1	4 489	2007	FTIR
CH ₄	1	90	33	FTIR
H ₂	0,1	424	42	Spectro masse
HF	1	nd	135	FTIR
NO	2	213	265	FTIR
POF ₃	5	nd	nd	FTIR
SO ₂	6	nd	726	
PH ₃	3	120	nd	FTIR
C ₂ H ₄	1	nd	nd	FTIR
C ₂ H ₂	1	nd	nd	FTIR
CH ₂ O	1	nd	nd	FTIR
Org. Carbonates (EC, DEC...)	9	nd	nd	FTIR
HCl	2	nd	79	FTIR
HCN	2	nd	nd	FTIR
HBr	4	nd	nd	FTIR
C ₃ H ₄ O	2	nd	nd	FTIR

L'analyse des gaz prélevés dans le canister est présentée dans le Tableau 17. Le prélèvement a été réalisé sur une durée d'environ 1 min, 30 secondes après que le sprinklage ait été déclenché. Bien que ces analyses soient semi-quantitatives, une extrapolation des valeurs mesurées sur la durée de la réaction (env. 15 min) est proposée afin d'obtenir une valeur comparable à celle présentée pour l'analyse en continu. 9 gaz additionnels sont ainsi détectés, principalement du benzène (C₆H₆), du naphthalène (C₁₀H₈). La formation du benzène est probablement expliquée par une combustion incomplète. La présence de naphthalène (C₁₀H₈) soutient cette hypothèse. Du SO₂ est aussi mesuré en quantité significative. Les autres gaz sont détectés en quantité bien moindre et on notera la présence de thiophène (C₄H₄S), composé organosoufré.

*Tableau 17 : Résultats du prélèvement de gaz lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage. Le prélèvement est réalisé 30 s après le début du sprinklage. *Résultats exprimés en équivalent toluène, sauf pour le SO₂. **Pseudo quantitatif sur 15 min*

Gaz	Limite de quantification (µg/m ³)	Quantité* mesurée (µg/m ³)	Flux* au moment du prélèvement (µg/s)	Estimation** de quantité* totale (g) (sur 15 min)	Méthode
SO ₂	100	4400	97778	88	ATD/GC/MS-FPD
C ₆ H ₆	100	33800	751111	676	ATD/GC/MS-FPD
C ₃ H ₈	100	nd	-	-	ATD/GC/MS-FPD
H ₂ S	100	nd	-	-	ATD/GC/MS-FPD
C ₃ H ₆ O	100	nd	-	-	ATD/GC/MS-FPD
C ₄ H ₄ S	100	130	2889	3	ATD/GC/MS-FPD
C ₈ H ₁₀ Ethylbenzene	100	250	5556	5	ATD/GC/MS-FPD
C ₈ H ₁₀ m-xylene	100	270	6000	5	ATD/GC/MS-FPD
C ₈ H ₁₀ o-xylene	100	110	2444	2	ATD/GC/MS-FPD
C ₈ H ₈	100	400	8889	8	ATD/GC/MS-FPD
C ₈ H ₆ O	100	190	4222	4	ATD/GC/MS-FPD
C ₁₀ H ₈	100	2090	46444	42	ATD/GC/MS-FPD

Les Figures 109 à 112 présentent les concentrations dans la gaine de prélèvement en fonction du temps d'une sélection d'espèces. Sur cette figure, la contribution du bruleur à gaz n'est pas retranchée. Ces figures permettent de visualiser l'influence du sprinklage sur le mélange gazeux.

La Figure 109 présente tout d'abord les quantités d'eau mesurées dans la gaine ainsi que la concentration théorique obtenue seulement comme sous-produit de combustion.

Elle permet de bien visualiser le début de l'extinction puisque, dès son déclenchement des concentrations mesurées se détachent nettement des concentrations théoriques. L'évolution de la concentration en CO₂ est aussi particulièrement intéressante à analyser.

Dans les premiers instants de la réaction, alors que le sprinklage n'est pas encore activé, les valeurs mesurées atteignent 0,9 % vol dans la gaine, ce qui est très similaire aux résultats obtenus lors du premier essai de ce type (0,8 %vol). Dès que le sprinklage est déclenché, la valeur de concentration en CO₂ chute mais est probablement imputable à la fin de réaction du 3^{ème} module plutôt qu'à l'action de l'eau. Une trentaine de secondes plus tard, les émissions repartent à la hausse, correspondant à la réaction du 4^{ème} module, sans être réellement affectées par le sprinklage en cours. Passées cette réaction, les émissions de CO₂ diminuent jusqu'à atteindre une valeur résiduelle d'environ 0,5 % correspondant à la combustion des résidus.

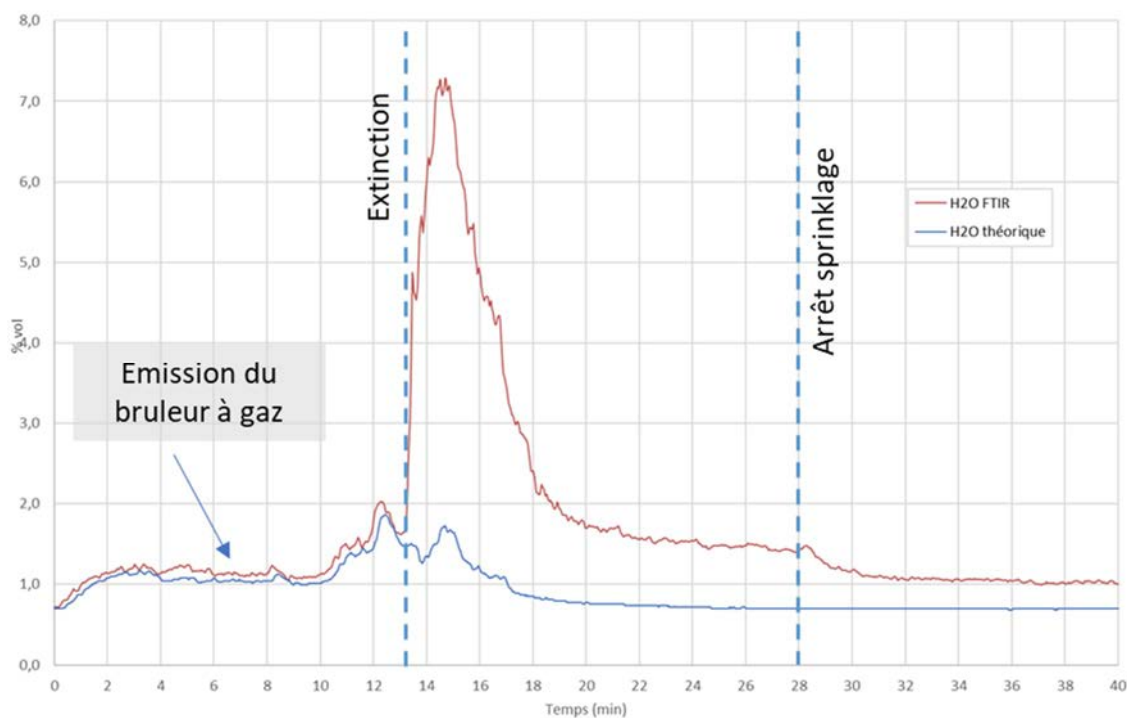


Figure 109 : Concentration volumique en H₂O théorique et mesurée dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage

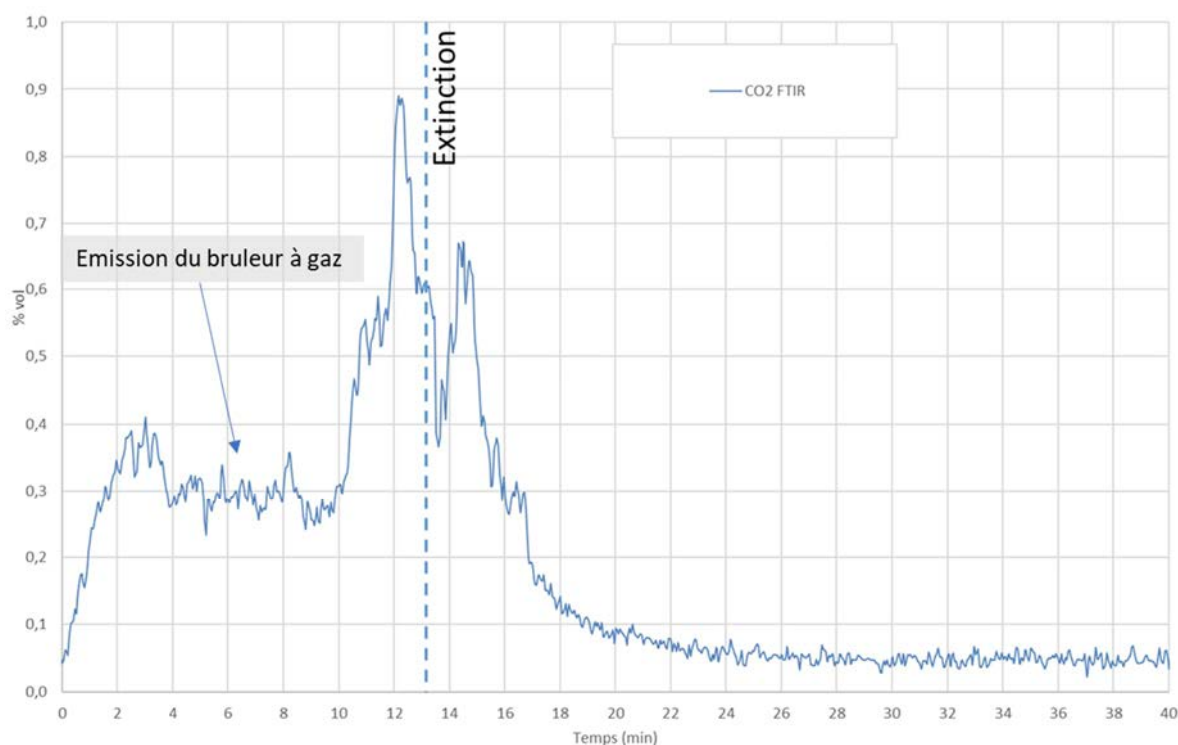


Figure 110 : Concentration volumique en CO_2 dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage

L'extinction se fait nettement plus ressentir sur les gaz minoritaires. En effet, comme présentée en Figure 111, dès les premiers instants de l'extinction, la combustion est moins bien ventilée et l'émission de CO est multipliée par plus de 10. Les concentrations en H_2 et CH_4 bondissent également ($\times 20$) portées, soit par une plus grande production issue d'une réaction d'un composé avec l'eau, soit moins consommées après sa production par la réaction de combustion. Les émissions de NO sont, elles, peu affectées par l'aspersion d'eau.

Enfin, la Figure 112 présente la concentration en phosphine mesurée dans la gaine. Bien que le signal soit très bruité, une première émission est visible au moment du déclenchement de l'extinction et une seconde phase d'émission est plus clairement visible à la fin de la phase violente de réaction. La concentration reste limitée à environ 4 ppm mais la forme de la courbe, débutant à la fin de la réaction violente et commençant sa décroissance au moment de l'arrêt de l'extinction suggère que le PH_3 est le produit de la réaction d'un composé formé pendant la réaction et de l'eau.

Une étude plus approfondie afin d'expliquer la formation de phosphine est proposée dans la partie « Etude des résidus d'essais ».

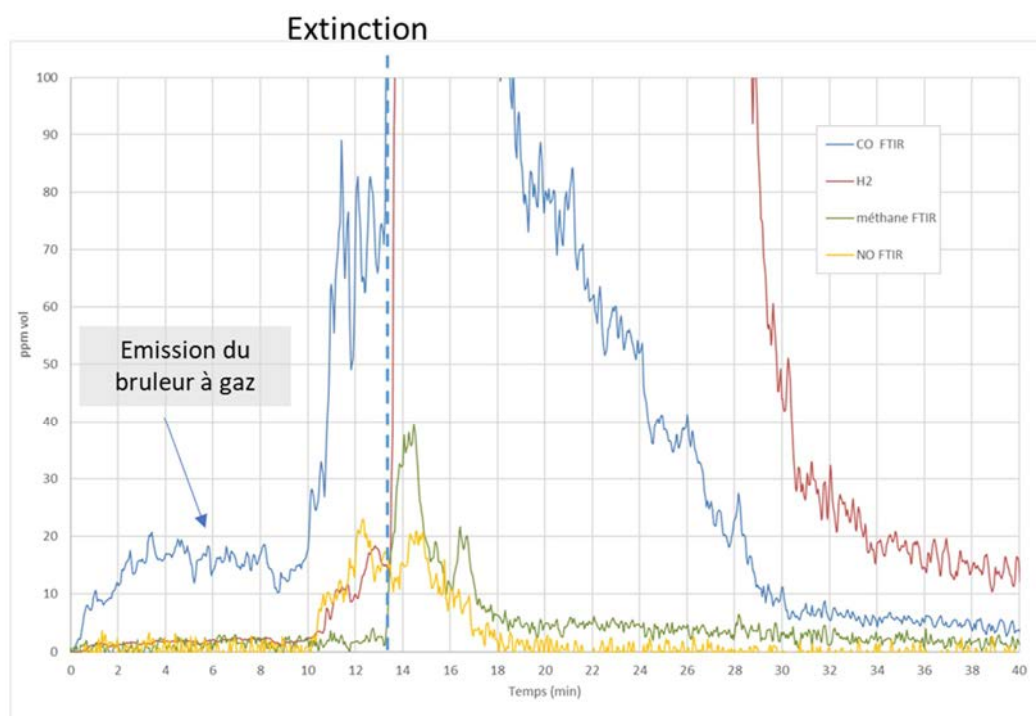
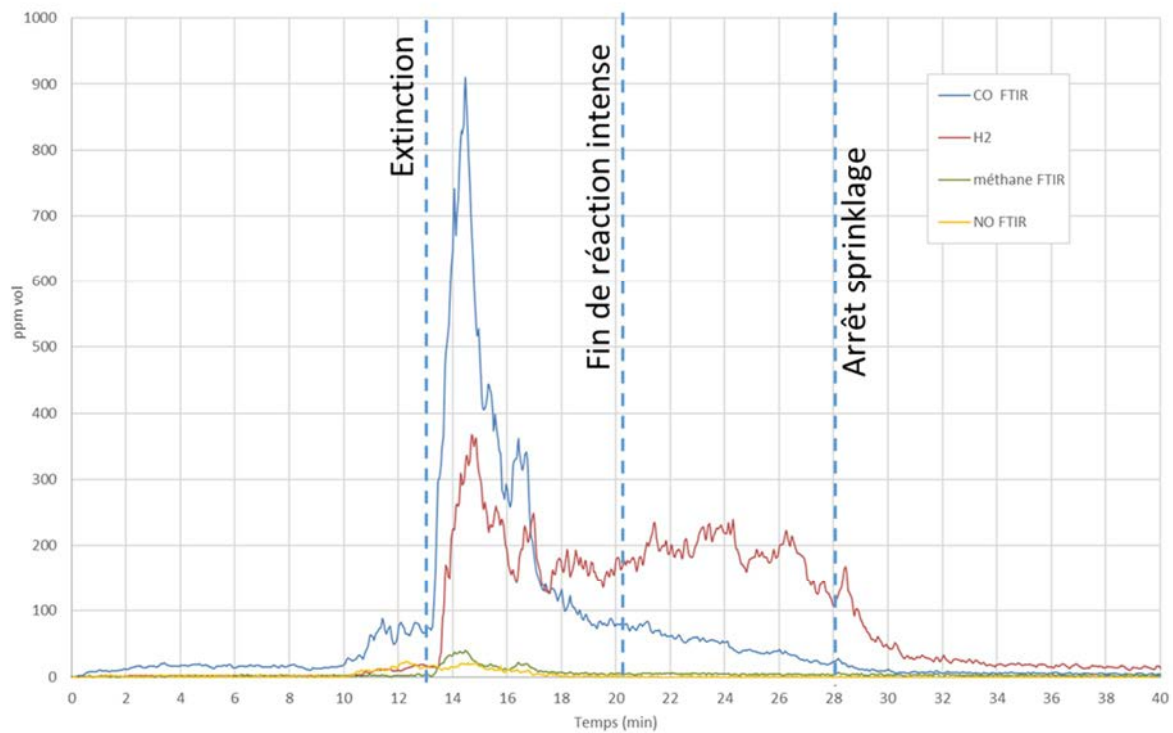


Figure 111 : Concentration volumique d'une sélection d'espèces dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage

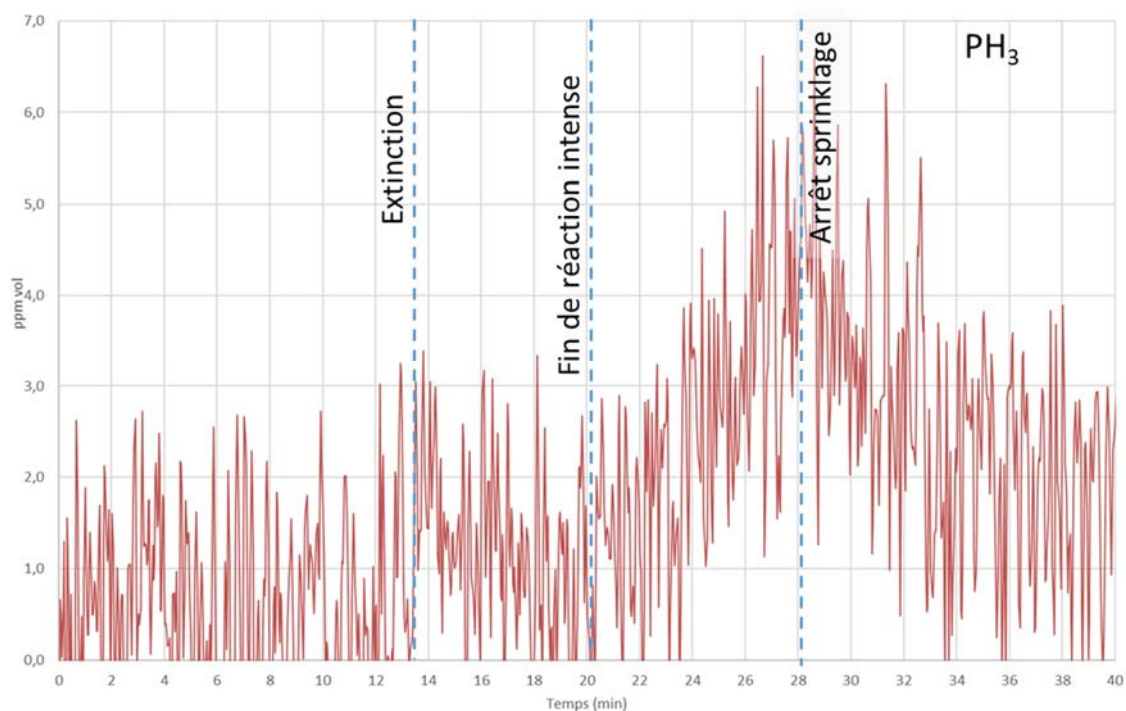


Figure 112 : Concentration volumique en PH_3 dans la gaine lors de l'essai feu sur caisse + sprinklage

En conclusion, le sprinklage modifie sensiblement le mélange gazeux émis ; même s'il reste très largement composé de CO_2 , les teneurs en certains gaz inflammables et/ou toxiques (CO , H_2 , CH_4) augmentent sensiblement. Certains gaz ne sont plus détectés (HF) tandis que de la phosphine (PH_3), du benzène (C_6H_6) et de nombreux hydrocarbures ont été détectés dans ces conditions.

11.3 Emissions particulaires

Afin de faciliter l'interprétation des résultats d'analyse de particules, les émissions particulaires présentes dans les fumées, susceptibles d'être entraînées sur de longues distances avant de resédimer sont traitées en 10.3.1. Elles seront distinguées des particules, généralement plus grosses projetées à proximité de l'échantillon et généralement associées à une source potentielle de pollution des sols ou des eaux. Ces particules sont traitées en 10.3.2.

11.3.1 Particules dans les fumées

11.3.1.1 Essai flux radiant sur module

L'analyse ELPI+ permet de mesurer le diamètre médian (GMD) des particules aspirées dans la conduite ainsi que le flux de particules. La Figure 113 permet ainsi de constater que la majeure partie de l'émission d'aérosol est très courte et dure environ 2min30, coïncidant avec le temps de réaction du module. Sur cette période, le diamètre « médian » ($\text{GMD} = \text{Exp}[\sum n_i \times \ln(D_i)/N]$) augmente nettement par rapport à la phase d'allumage et atteint 189 ± 24 nm. Le flux de particules lors du pic d'émission est d'environ $6 \cdot 10^{14}$ particules/s. Afin d'estimer un ordre de grandeur en masse, nous pouvons proposer de prendre une hypothèse forte et approximer que l'ensemble des particules sont des sphères de 200 nm de diamètre avec la masse volumique entre celle de l'aluminium et du lithium (espèces métalliques les plus représentés sur l'analyse du filtre). Cela mène à un flux massique particulaire de 4 g/s.

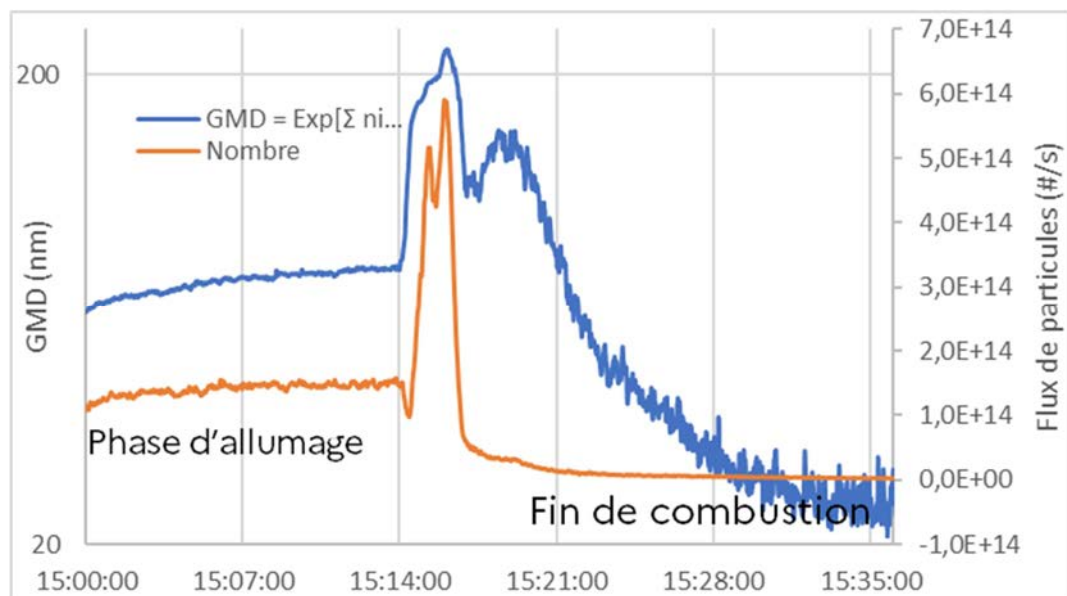


Figure 113 : Diamètre médian et flux de particule mesuré par ELPI + (facteurs de dilution du diluteur et de la gaine pris en compte)

L'ELPI + permet également de remonter à une distribution granulométrique des particules, présentées en Figure 114. Afin de distinguer les émissions sur l'ensemble de la durée de prélèvement et celles au moment de la réaction, deux distributions ont été représentées : en bleu, la distribution sur le temps de prélèvement sur filtre et, en orange, la distribution spécifique au pic d'émission. Au moment de la réaction, la population la plus représentée à un diamètre d'environ 129 nm et certaines particules ont un diamètre dépassant légèrement le micron.

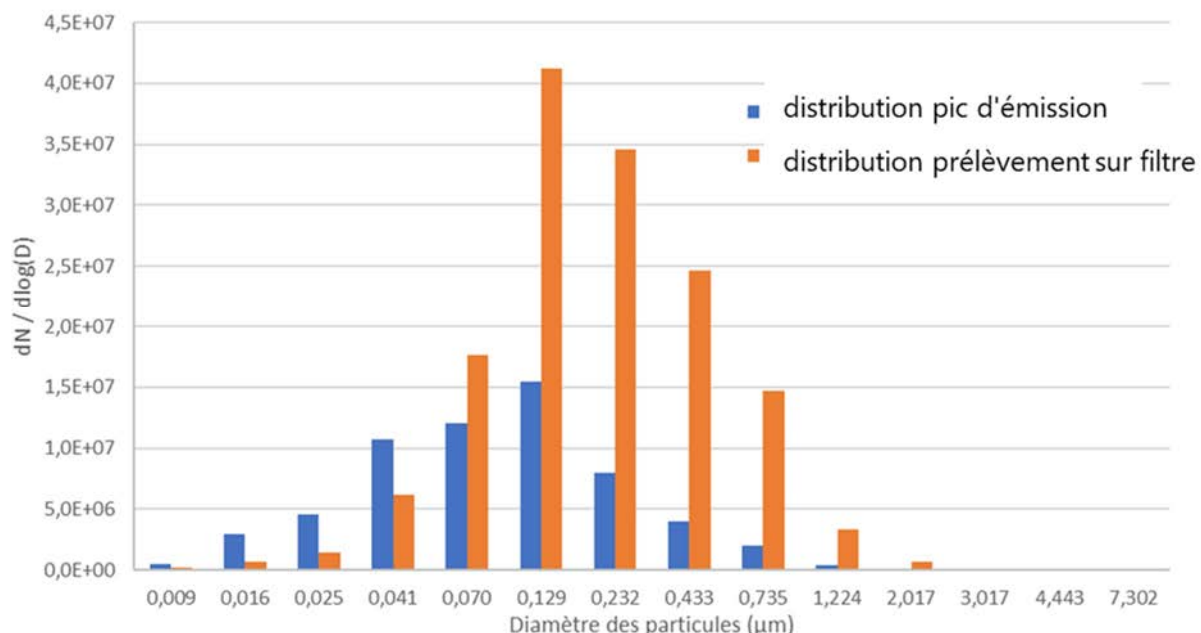


Figure 114 : Distribution granulométrique des particules lors de l'essai flux radiant sur module mesuré par ELPI +

Les analyses MET des particules prélevées par MPS (Mini Particle Sampler) et présentées sur la Figure 115 et la Figure 116 sont en accord avec les tailles de particules mesurées par ELPI+ (même si le diamètre aérodynamique (mesuré par un impacteur) est différent du diamètre optique (mesuré par MET) et sont donc difficilement comparables). L'analyse par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) des amas sombres de plusieurs microns montre qu'ils sont composés majoritairement de phosphore et d'oxygène. Les particules claires sont probablement des résidus organiques, allant de quelques nm à quelques microns. Des particules métalliques isolées (Al, Fe) de l'ordre du micron ont également été trouvées sur la grille. On notera que le Li n'est pas mesurable par EDX (d'où son absence notoire) et que les ronds au motifs réguliers de diamètre 1 μm sont les trous de la grille de prélèvement.

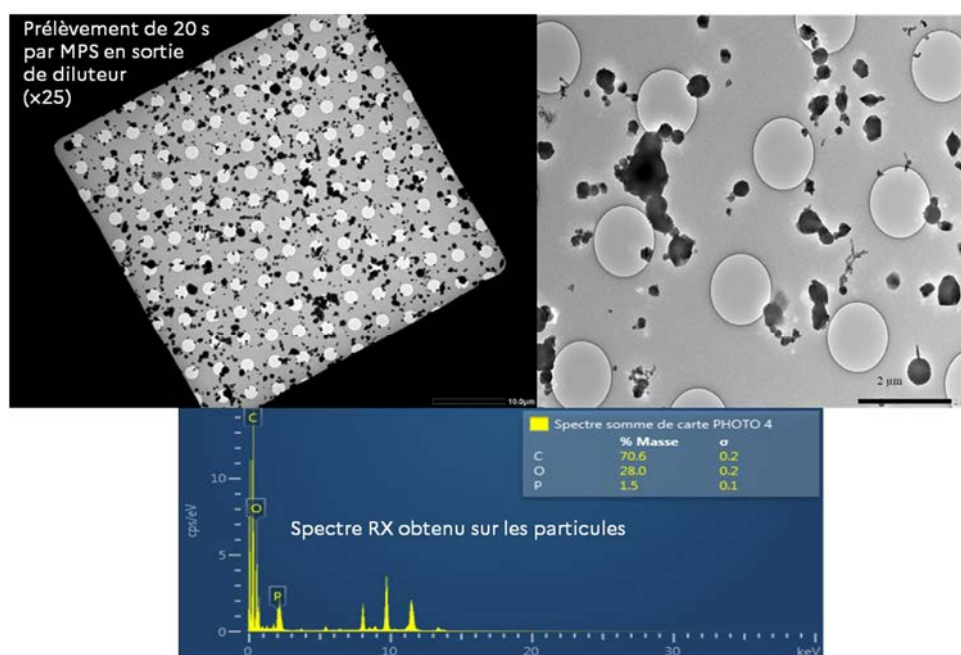


Figure 115 : Observation MET du prélèvement MPS réalisé entre 20 et 40 s après que les premiers effets ne soient visibles lors de l'essai flux radiatif sur module

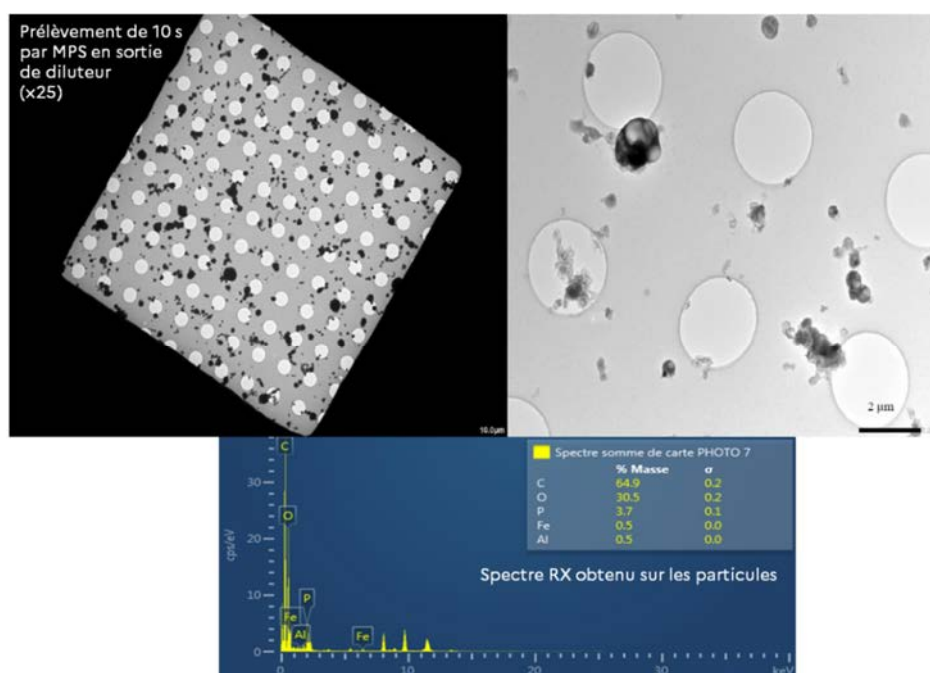


Figure 116 : Observation MET du prélèvement MPS réalisé entre 40 et 50 s après que les premiers effets ne soient visibles lors de l'essai flux radiatif sur module

Pour compléter ces analyses, un analyseur par fluorescence X des éléments-traces métalliques (ETM) dans les aérosols a été connecté au diluteur ($\times 25$) des émissions collectées dans la gaine d'extraction des fumées. Sa résolution temporelle minimale est de 5 min, très longue compte-tenu de la durée du pic d'émission. Il est calibré pour les éléments suivants : Al, As, Ba, Br, Ca, Cd, Cl, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, K, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Sb, Se, Sn, Sr, Ti, V, Zn et W.

Les résultats de cette analyse sont présentés en Figure 117. Les éléments Br, Ca, Cr, Cs, Fe, Mo, Ni, V et Zn sont nettement supérieurs à la limite de détection (pointillés noirs visibles pour le graphique de la concentration en Ca par exemple). Seules les émissions de Br, Ca, Fe, Ni et Zn correspondent temporellement au pic d'émissions d'aérosols. Les autres pics pourraient provenir d'un relargage propre à la chambre d'essai et à la chaîne de prélèvement dans la gaine d'extraction. Le Fe reste l'espèce très majoritairement détectée (provenant probablement de la cathode) et la provenance des autres espèces (Br, Ca, Ni et Zn) détectées dans une moindre mesure reste à établir (retardateurs de flammes bromés, etc.).

L'absence d'émissions As, Cd et Pb (métaux réglementés dans l'air ambiant) est à noter. Pour As et Pb, les résultats sont bien en accord avec les prélèvements réalisés sur filtre (présentés dans le Tableau 18, le Cd n'a pas été analysé sur filtre).

On notera que l'absence de détection de l'aluminium peut être expliquée par une limite de détection très élevée de l'Xact 625i et que le lithium n'est pas détecté par fluorescence X.

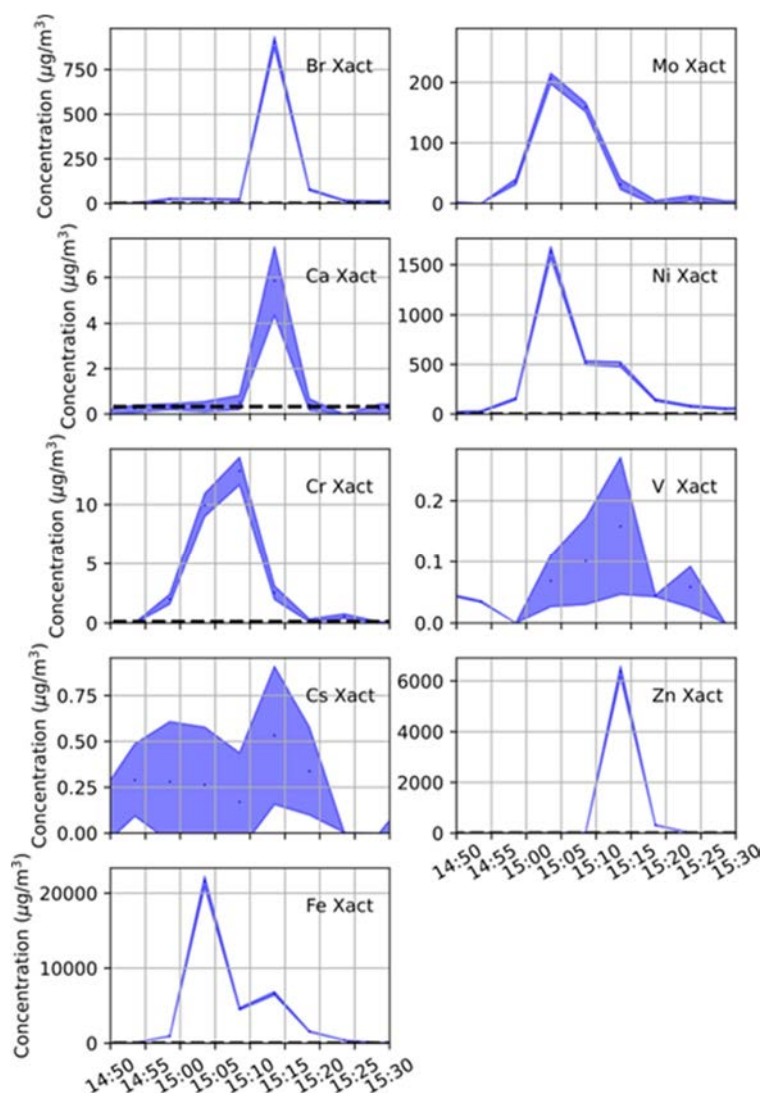


Figure 117 : Analyse par fluorescence X des éléments-traces métalliques (ETM) lors de l'essai de flux radiant sur module

Les résultats d'analyse élémentaire⁵ du prélèvement dans la gaine d'extraction des fumées, sur un filtre quartz est présenté dans le tableau 18. Ce prélèvement a été réalisé sur 22 min et inclut donc une partie des émissions du brûleur. Les concentrations ont été corrigées du facteur de dilution de 25.

Le filtre présente un enrichissement marqué en lithium et en phosphore ainsi que, dans une moindre mesure, en soufre et en fluor. En supposant que l'émission de Li et P n'ait lieu qu'au moment de la réaction (soit 2 min 30) durant le pic d'émission, le prélèvement du pic a été lissé d'un facteur 9 compte tenu de la durée de l'échantillonnage intégratif. Les concentrations lors du pic peuvent donc être estimées à environ 217 mg/m³ pour Li et 86 mg/m³ pour P. Une approximation de la quantité totale émise lors du pic peut être obtenue en multipliant ces concentrations par les 1 500 m³ d'air qui ont été aspirés dans la gaine d'extraction durant ces 2 min 30. On obtient ainsi 320 g de Li et 130 g de P.

Le soufre semble détecté en quantité relativement élevée mais la mesure réalisée sur le blanc ne permet pas de proposer une pseudo quantification. Aussi, le blanc est trop chargé en fer et en aluminium pour que leur mesure sur l'essai soit représentative. Pour pallier ce problème, les prélèvements sur filtre ont été réalisés sur des supports en PTFE dans les essais suivants (à l'exception du fluor, prélevé nécessairement sur quartz).

A noter que l'absence d'arsenic et de plomb dans le prélèvement sur filtre est en accord avec les mesures précédentes.

Tableau 18 : Analyses élémentaires des prélèvements sur filtre quartz lors de l'essai flux radiant module

	LQ	Blanc de support	Essai
	Concentrations (µg/m ³ ₀)		
Al	186	14826	13769
As	75	< LQ	< LQ
Fe	373	1788	2876
Li	75	< LQ	24289
Pb	75	< LQ	< LQ
P	373	< LQ	9611
S	745	2325	9000
F	5914	< LQ	18481

$Vm^3_0 = 0,168 \text{ m}^3_0$

11.3.1.2 Essai feu caisse

La Figure 118 présente les résultats des mesures réalisées avec l'ELPI+ lors de l'essai feu sur une caisse de 7 modules. Le flux de particules suit le même profil que les pertes massiques ou que le HRR mesuré lors de cet essai et présenté ultérieurement. Il est possible d'y suivre la réaction des 7 modules et certains pics correspondent à la réaction de deux modules en simultané. Ainsi, le flux de particules connaît des maximums locaux autour de 6.10^{14} particules/s, identiques à ce qui a été mesuré sur module seul et certains pics dépassent cette valeur atteignant plus de 9.10^{14} particules/s.

Comme déjà identifiée sur les paramètres de combustion, la majeure partie de l'émission d'aérosol dure environ 11 min 30 sec. Sur cette période, le diamètre « médian » ($GMD = \text{Exp}[\sum n_i \times \ln(D_i)/N]$) augmente également par rapport à la phase d'allumage mais n'atteint que 81 ± 5 nm, soit 100 nm environ de moins que lors de l'essai sur du module seul.

⁵ L'analyse ne donne pas de précision sur l'état du métal (oxydé ou autre) dans les aérosols.

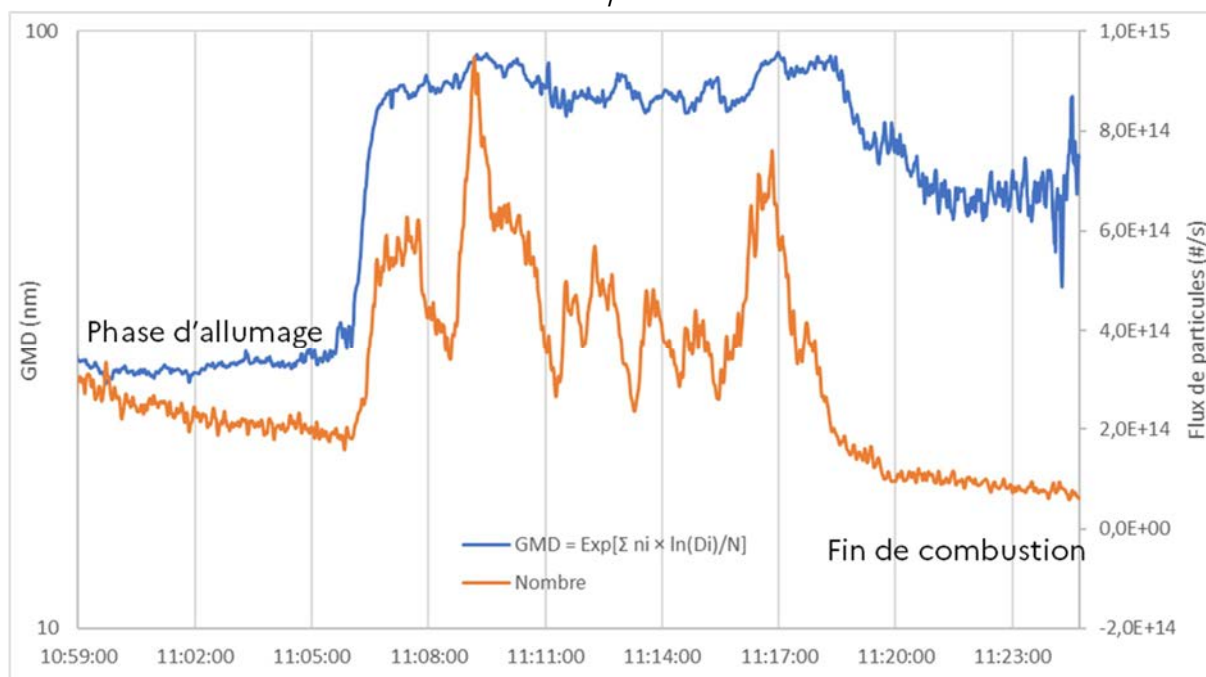


Figure 118 : Diamètre médian et flux de particules mesuré par ELPI + lors de l'essai feu caisse

L'ELPI + permet également de remonter à une distribution granulométrique des particules, présentée en Figure 119. Afin de distinguer les émissions sur l'ensemble de la durée de prélèvement et celle au moment de la réaction, deux distributions ont été représentées : en bleu, la distribution sur le temps de prélèvement sur filtre et, en orange, la distribution spécifique au pic d'émission. Au moment de la réaction, la population la plus représentée a un diamètre d'environ 41 nm et quasiment aucune particule n'a un diamètre dépassant le micron. Les particules dans les fumées émises lors de cet essai sont donc plus petites que celles observées sur l'essai module seul. Cela peut provenir de la dilution plus importante dans la chaîne de prélèvement (environ un facteur 4 compte tenu de la ventilation et du diluteur) ou d'une combustion plus intense fournissant moins d'aérosols organiques, et donc une fraction d'aérosols minéraux plus importante.

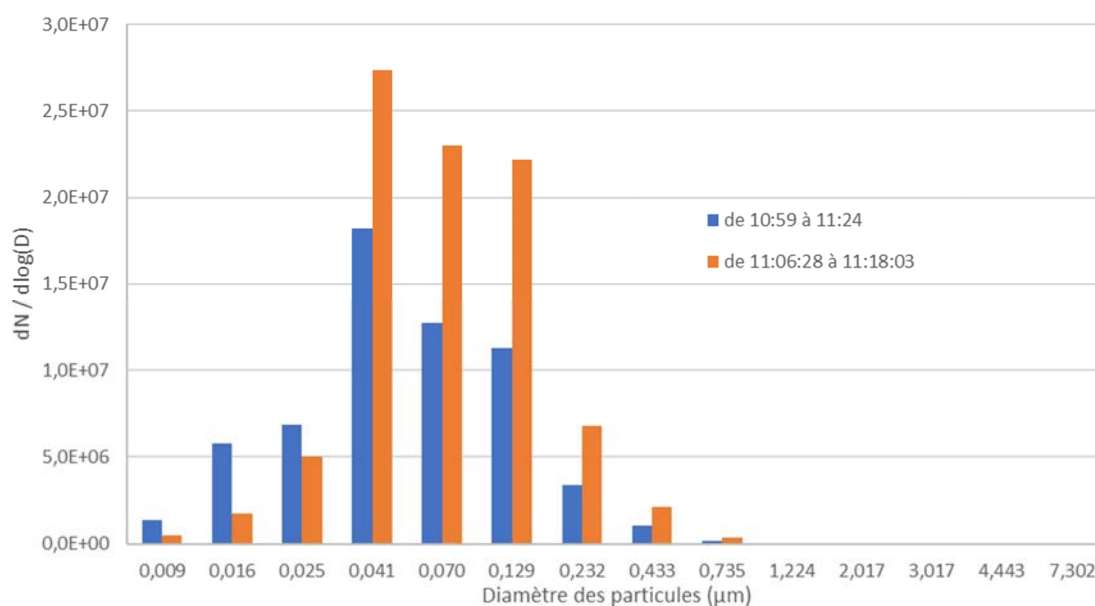


Figure 119 : Distribution granulométrique des particules mesurées par ELPI+ lors de l'essai feu caisse

Les analyses MET des particules prélevées par MPS sont présentées en Figure 120. Une partie de ces particules ont une forme sphérique d'environ 0,5 µm.

Une population de particules de forme allongée est aussi observée. Une analyse EDX globale a été réalisée mais les particules se dégradent sous l'intensité du faisceau. Le carbone et l'oxygène sont caractérisés par EDX. L'ensemble de ces éléments permet d'attribuer une origine organique à ces particules.

On notera que lors de cet essai, les prélèvements MPS étaient trop chargés pour une analyse EDX approfondie. A noter que cette analyse est qualitative : elle n'est pas représentative de la densité moyenne des aérosols émis lors de l'essai, ce qui peut aussi expliquer les différences entre la taille observée par MET et celle mesurée par ELPI+. Enfin comme déjà évoqué, le diamètre aérodynamique (mesuré par ELPI) est différent du diamètre optique (mesuré par MET), ils sont donc difficilement comparables.

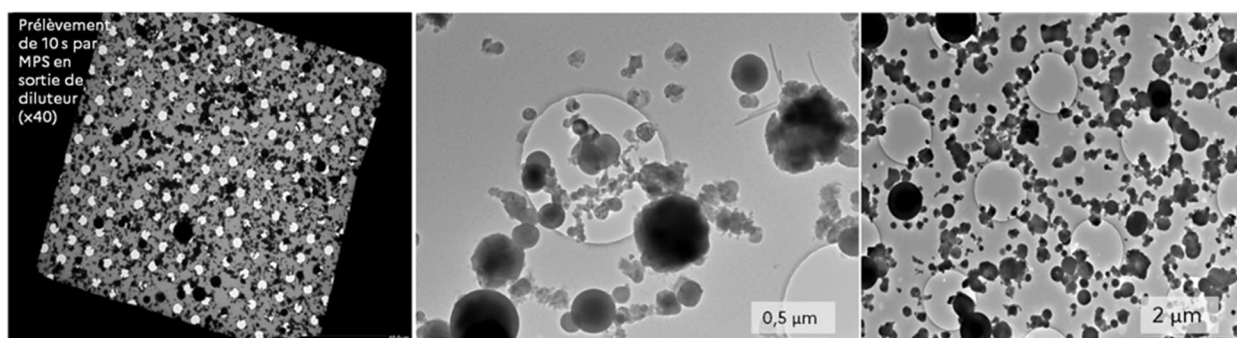


Figure 120 : Observation MET des prélèvements effectués lors de l'essai feu caisse. Prélèvement effectué en 10 s, 3 min après le début de réaction.

Les résultats d'analyse élémentaire du prélèvement dans la gaine d'extraction des fumées, sur un filtre quartz est présenté dans le tableau 19. Ce prélèvement a été réalisé sur 25 min et inclut donc une partie des émissions du brûleur. Les concentrations ont été corrigées du facteur de dilution de 50. Pour rappel, suite au retour d'expérience de l'essai sur module seul, les éléments ont été prélevés sur un filtre PTFE pour diminuer les valeurs de blanc de support (sauf pour le fluor, toujours prélevé sur un filtre quartz).

Les filtres présentent un enrichissement marqué en lithium, en phosphore et en fluor ainsi que, dans une moindre mesure, en soufre, fer et aluminium. En supposant que l'émission de Li et P n'ait lieu qu'au moment de la réaction (soit 11 min 30) durant le pic d'émission, le prélèvement a été lissé d'un facteur 2,16. Les concentrations estimées sont donc d'environ 136 mg/m³ pour Li et 107 mg/m³ pour P. Une approximation de la quantité totale peut être obtenue en multipliant ces concentrations par les 15 300 m³ d'air qui ont été aspirés durant ces 11 min 30. On obtient ainsi 2 kg de Li et 1.6 kg de P soit 286 g de Li et 229 g de P par module, ce qui est cohérent, en ordre de grandeur, avec l'essai sur module seul (respectivement 316 et 125 g) et conforte une émission à la chaîne des modules comme observé sur l'évolution temporelle en nombre de particules.

Le soufre est détecté en quantité relativement élevée et se détache cette fois plus clairement du blanc. Une semi-quantification donne un flux estimé de 26 mg/m³, une masse totale de 400 g soit environ 60 g par module.

Contrairement au 23/11/23, la mesure du fer et de l'aluminium est nettement supérieure au niveau du blanc de support et est bien représentative de l'essai.

L'absence de plomb est confirmée et l'analyse de l'arsenic n'a pas été réitérée.

Tableau 19 : Analyse élémentaire des prélèvements sur filtre PTFE et quartz lors de l'essai feu caisse

	LQ	Blanc de support	Essai
	Concentrations ($\mu\text{g}/\text{m}^3_0$)		
Al	70	74	2458
Fe	70	< LQ	1411
Li	70	< LQ	62857
Pb	140	< LQ	< LQ
P	140	< LQ	49587
S	140	2416	14667
F	6330	< LQ	44307

$Vm^3_0 = 0,284 \text{ m}^3_0$ (F uniquement)

$Vm^3_0 = 0,286 \text{ m}^3_0$ (autres éléments)

11.3.2 Suies projetées à proximité de l'échantillon (gaine d'extraction, parois et sol)

11.3.2.1 Essai flux radiant module

Comme décrit dans la partie méthode, des supports de prélèvements ont été disposés en divers points de la chambre afin de déterminer de manière qualitative les meilleurs traceurs des émissions.

Les résultats des analyses élémentaire de ces prélèvements sont présentés en Figure 121.

Il ressort que les prélèvements au sol sont les plus chargés, puis viennent ceux dans la gaine d'extraction et enfin, les prélèvements sur les parois.

Les meilleurs traceurs des émissions sont, de loin, le lithium et le fluor. Du cobalt, de nickel et enfin, du manganèse, sont détectés en quantités significatives sans que l'on puisse expliquer leur présence autrement que par la contamination préexistante de la chambre. Le phosphore, le fer et l'aluminium sont aussi clairement détectés, provenant des matériaux constituant des modules. Les autres éléments ont des contributions mineures, voire ne sortent pas du fond.

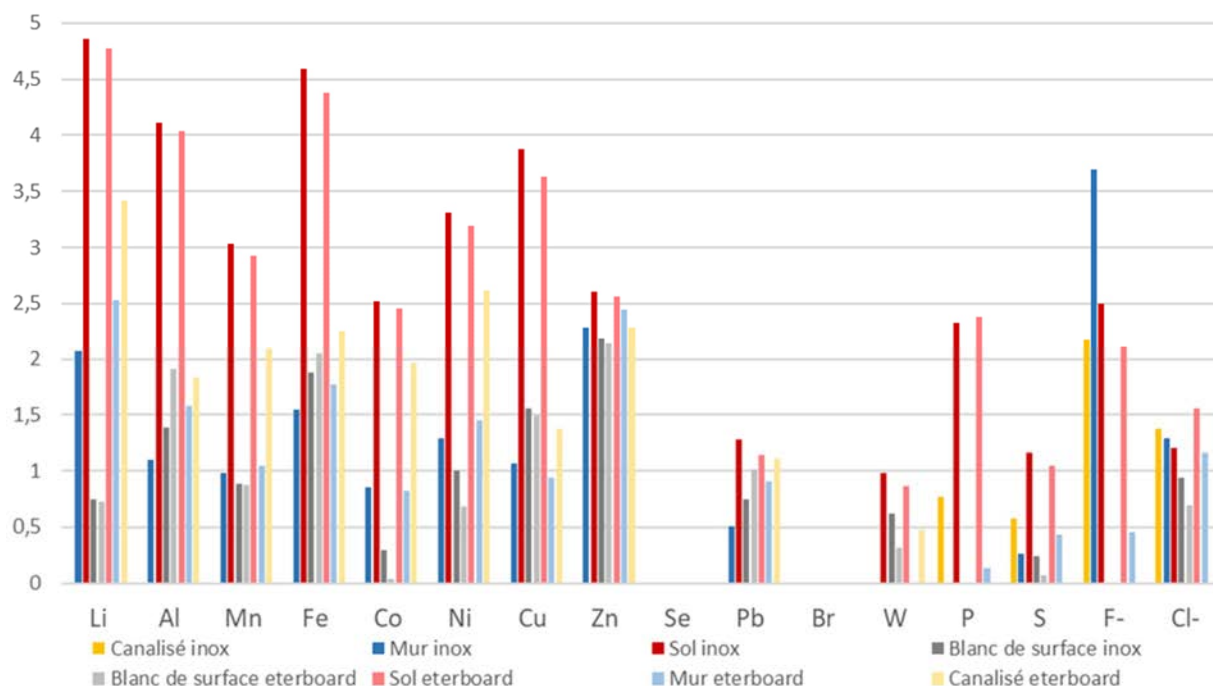


Figure 121 : Résultats des analyses élémentaires des prélèvements réalisés sur les supports placés dans la chambre lors de l'essai flux radiant module

En plus des métaux, une analyse des composés organiques a été réalisée dont les résultats sont présentés sur les Figures 122 et 123 pour les PCDD/F et les PCB et sur le Tableau 20 pour les HAP.

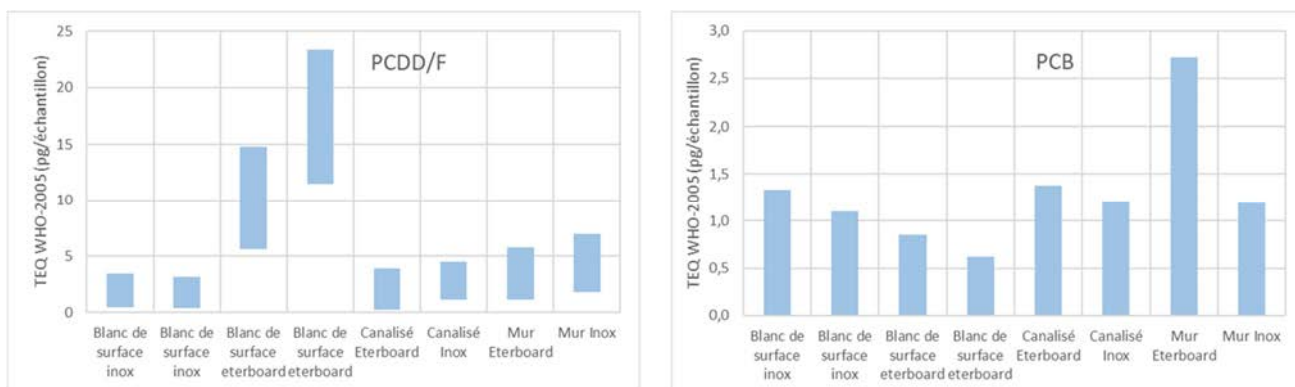


Figure 122 : Analyses des PCDD/F et PCB sur les supports de prélèvement lors de l'essai flux radiatif module.

Pour les PCDD/F et PCB, les teneurs sur les parois et sur la partie canalisée sont, en moyenne, légèrement supérieures à celles des blancs de surface.

L'analyse des PCDD/F n'est pas valide sur les supports eterboard pour cause de blancs de surface très élevés.

Le détail de traceurs PCDD/F et PCB analysés est donné en Figure 123. Pour les PCB, les traceurs des émissions seraient principalement le PCB 157 et, dans une moindre mesure, les PCB 126 et 169.

Pour les PCDD/F, les traceurs seraient 2,3,4,6,7,8 HxCDF et 1,2,3,4,7,8 HxCDF et, dans une moindre mesure, 1,2,3,4,7,8,9 HpCDF et 1,2,3,7,8,9 HxCDF. Les furanes sortent en moyenne nettement du fond sur les parois et dans la gaine d'extraction tandis que les dioxines ne se détachent nettement du fond que sur les parois.

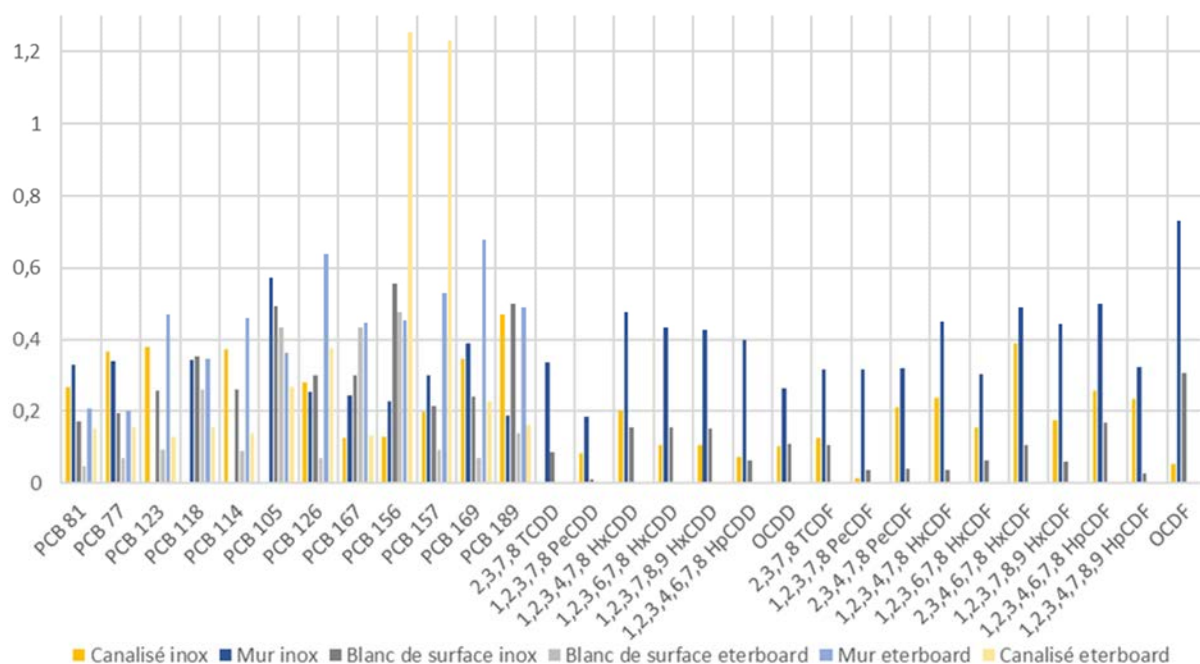


Figure 123 : Traceurs PCB et PCDD/F analysés lors de l'essai flux radiant module

Enfin, une analyse des HAP a été réalisée sur les mêmes prélèvements. Les résultats sont récapitulés dans le Tableau 20. Aucun HAP n'a dépassé les limites de quantification, ce qui pourrait s'expliquer avec les hautes températures de flammes observées.

Tableau 20 : Analyse des HAP lors de l'essai flux radiant module

	Blanc de surface inox	Blanc de surface inox	Blanc de surface eterboard	Blanc de surface eterboard	Canalisé Eterboard	Mur Eterboard	Mur Inox
Composés	ng/échantillon						
Naphtalene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Acenaphtene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Fluorene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Phenanthrene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Anthracene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Fluoranthene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Pyrene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Benzo(a)anthracene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Chrysene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Benzo(e)pyrene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Benzo(j)fluoranthene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Benzo(b)fluoranthene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Benzo(k)fluoranthene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Benzo(a)pyrene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Dibenzo(ah)anthracene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Benzo(ghi)perylene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Indeno(123cd)pyrene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
Acenaphtylene	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10

11.3.2.2 Feu caisse

Comme lors de l'essai sur module isolé, l'analyse des métaux présentée en Figure 124 révèle que, en moyenne, les prélèvements au sol sont les plus chargés, puis viennent ceux dans la gaine d'extraction et enfin, les prélèvements sur les parois. Néanmoins, les teneurs semblent moins marquées que lors de l'essai sur module isolé. Le meilleur traceur de ces émissions est, de loin, le lithium, puis viennent le fer, l'aluminium, le fluor, le phosphore et le cuivre. Dans une moindre mesure, le nickel, le manganèse, le cobalt et le plomb sont détectés et attribués à une contamination préalable de la chambre. Les autres éléments ont des contributions mineures, voire ne sortent pas du fond.

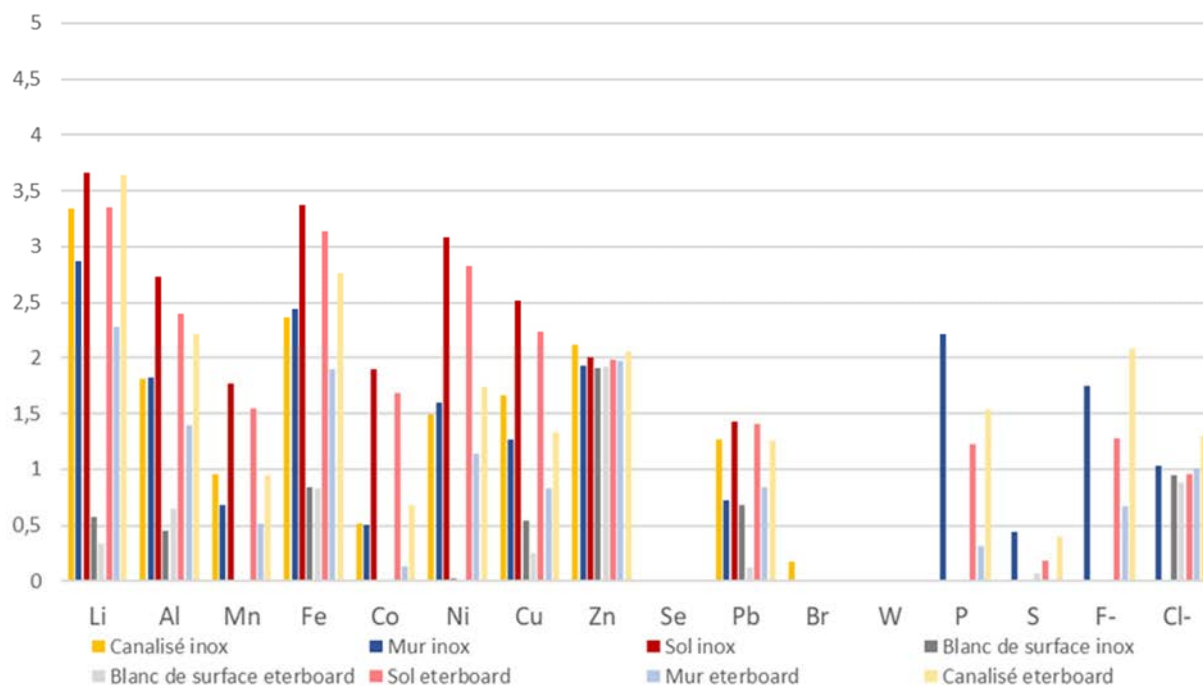


Figure 124 : Résultats des analyses élémentaires des prélèvements réalisés sur les supports placés dans la chambre lors de l'essai feu caisse

En plus des métaux, une analyse des composés organiques a été réalisée dont les résultats sont présentés sur les Figures 125 et 126 pour les PCDD/F et les PCB et sur le tableau 21 pour les HAP.

Pour les PCDD/F et les PCB, les prélèvements au sol donnent des teneurs assez faibles contrairement aux résultats obtenus pour les métaux.

En moyenne, les teneurs sur les parois et la partie canalisée sont supérieures au blanc de surface. Ce contraste est plus significatif que lors de l'essai sur module seul.

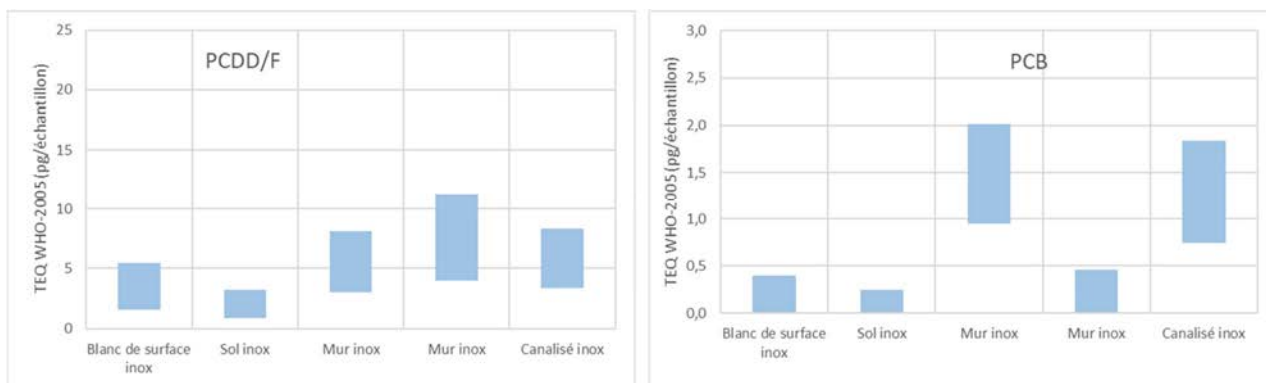


Figure 125 : Analyses des PCDD/F et PCB sur les supports de prélèvement lors de l'essai feu caisse.

Le détail des traceurs analysés est donné en Figure 126.

Pour les PCB, les traceurs des émissions seraient principalement les PCB 126, 114, 167 et 123. Le PCB 156 pourrait également être un bon traceur mais il est difficile de conclure compte tenu d'une teneur élevée sur le blanc de surface. Le PCB 157 est nettement moins présent que lors de l'essai du 23/11/2023.

Pour les PCDD/F, les traceurs seraient principalement 1,2,3,4,7,8 HxCDF et, dans une moindre mesure, 1,2,3,7,8,9 HxCDD et 2,3,4,7,8 PeCDF et 2,3,7,8 TCDF. En moyenne, les furanes sont plus représentés que les dioxines.

Les traceurs communs avec l'essai précédent sont les PCB 126 et le 1,2,3,4,7,8 HxCDF.

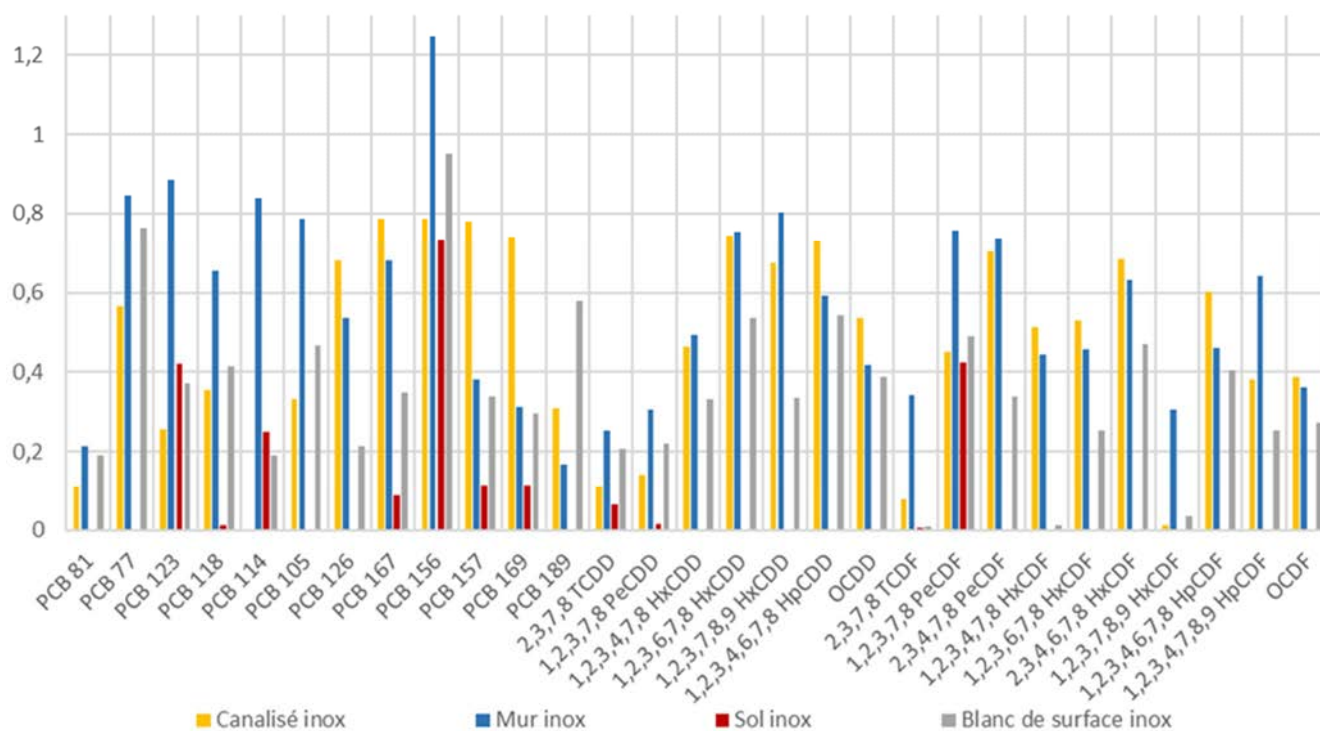


Figure 126 : Traceurs PCB et PCDD/F analysés lors de l'essai feu caisse

Les résultats de l'analyse des HAP réalisée sont récapitulés dans le tableau 21 et, comme pour l'essai sur module seul, aucun HAP n'est quantifié. Encore une fois, cela pourrait s'expliquer avec les hautes températures de flammes observées.

Tableau 21 : Analyse des HAP lors de l'essai feu caisse

	Canalisé inox	Sol inox	Blanc de surface inox
Composés	ng/échantillon		
Naphtalene	< 10	< 10	< 10
Acenaphtene	< 10	< 10	< 10
Fluorene	< 10	< 10	< 10
Phenanthrene	< 10	< 10	< 10
Anthracene	< 10	< 10	< 10
Fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Pyrene	< 10	< 10	< 10
Benzo(a)anthracene	< 10	< 10	< 10
Chrysene	< 10	< 10	< 10
Benzo(e)pyrene	< 10	< 10	< 10
Benzo(j)fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Benzo(b)fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Benzo(k)fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Benzo(a)pyrene	< 10	< 10	< 10
Dibenzo(ah)anthracene	< 10	< 10	< 10
Benzo(ghi)perylene	< 10	< 10	< 10
Indeno(123cd)pyrene	< 10	< 10	< 10
Acenaphtylene	< 10	< 10	< 10

11.3.2.3 Feu caisse + sprinklage

Comme lors des essais précédents, l'analyse des métaux présentée en Figure 127 révèle que, en moyenne, les prélèvements au sol sont les plus chargés, puis viennent ceux dans la gaine d'extraction et les prélèvements sur les parois de contribution similaire. Les teneurs sont nettement plus marquées que pour les deux essais précédents.

Les meilleurs traceurs des émissions sont le fer, l'aluminium et le lithium. Le lithium se démarque moins des blancs de surface dans cet essai probablement à cause d'un nettoyage insuffisant des plaques de prélèvement. Le fluor, le phosphore et le cuivre sont également d'excellents traceurs. Le nickel, le manganèse et, dans une moindre mesure le plomb et le cobalt sont détectés mais sont associés à une pollution de la chambre. Les autres éléments ont des contributions mineures, voire ne sortent pas du fond.

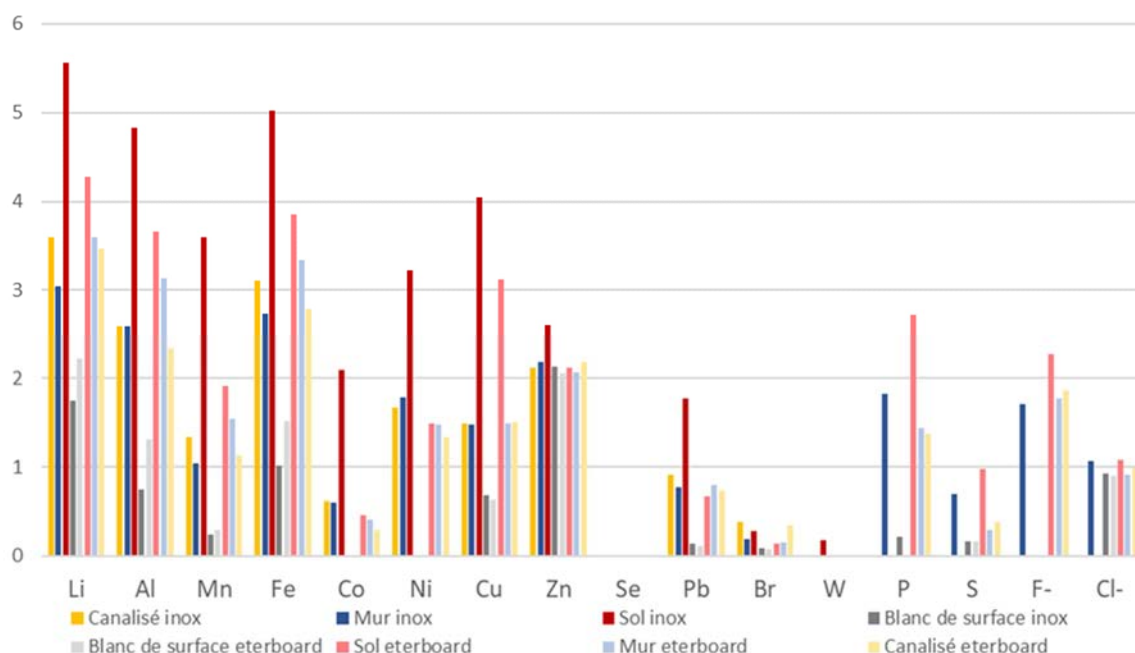


Figure 127 : Résultats des analyses élémentaires des prélèvements réalisés sur les supports placés dans la chambre lors de l'essai feu caisse + sprinklage

En plus des métaux, une analyse des composés organiques a été réalisée dont les résultats sont présentés sur les Figures 128 et 129 pour les PCDD/F et les PCB et sur le Tableau 23 pour les HAP.

Pour les PCDD/F et les PCB, les prélèvements au sol donnent des teneurs assez faibles contrairement aux résultats obtenus pour les métaux.

Pour les PCB, en moyenne, les teneurs sur les parois et la partie canalisée sont supérieures au blanc de surface

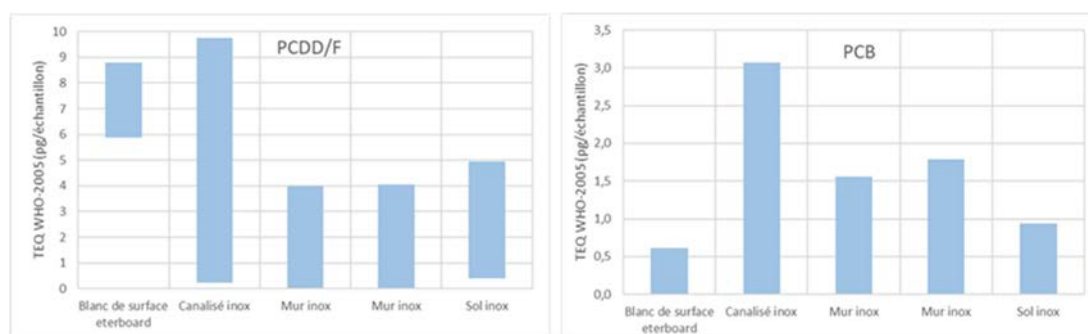


Figure 128 : Analyse des PCB et PCDD/F lors de l'essai feu caisse + sprinklage

Le détail des traceurs PCB et PCDD/F est donné en Figure 129.

Pour les PCB, les traceurs des émissions seraient principalement le PCB 126, 169, 157 et 156 ; les PCB 81 et 114, également, mais ces 2 PCB n'ont été détectés que dans la partie canalisée, et non sur les parois.

Pour les PCDD/F, les traceurs seraient principalement 1,2,3,7,8,9 HxCDF et, dans une moindre mesure, 1,2,3,7,8 PeCDD et 2,3,7,8 TCDF et 1,2,3,7,8 PeCDF. En moyenne, les furanes sont plus représentés que les dioxines.

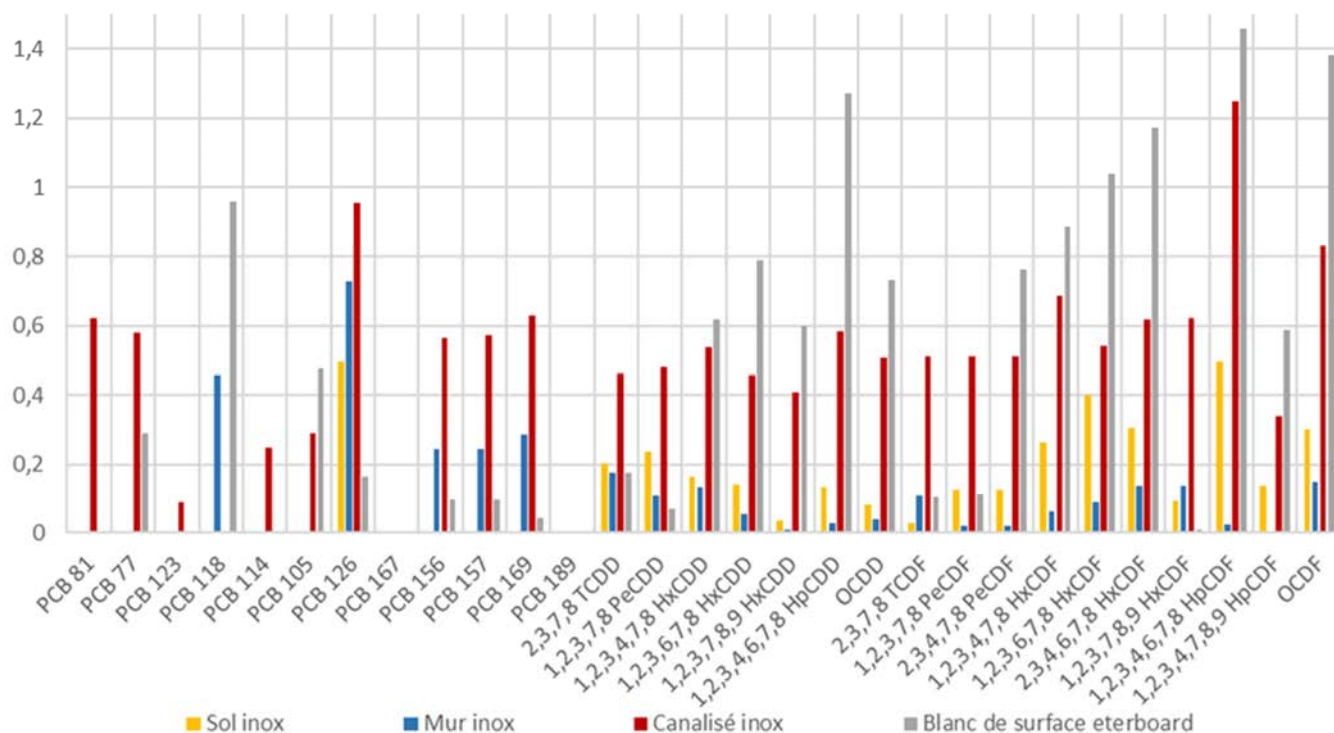


Figure 129 : Traceurs PCB et PCDD/F analysés lors de l'essai feu caisse + sprinklage

Le tableau 22 propose une comparaison des traceurs PCB et PCDD/F identifiés lors des trois essais.

Les traceurs communs avec l'essai précédent sont :

- les PCB 126 et, dans une moindre mesure 157 et 169,
- le 1,2,3,4,7,8 HxCDF et, dans une moindre mesure, le 2,3,7,8 TCDF.

Les traceurs communs avec le 1^{er} essai sont :

- les PCB 126 et, dans une moindre mesure 157 et 169,
- le 1,2,3,7,8,9 HxCDF et, dans une moindre mesure, le 2,3,7,8 TCDF.

Tableau 22 : Comparaison des traceurs sur les 3 essais.

Congénères \ Essais	23-nov-23	22-mars-24	16-avr-24
PCB 81			
PCB 77			
PCB 123			
PCB 118			
PCB 114			
PCB 105			
PCB 126			
PCB 167			
PCB 156			
PCB 157			
PCB 169			
PCB 189			
2,3,7,8 TCDD			
1,2,3,7,8 PeCDD			
1,2,3,4,7,8 HxCDD			
1,2,3,6,7,8 HxCDD			
1,2,3,7,8,9 HxCDD			
1,2,3,4,6,7,8 HpCDD			
OCDD			
2,3,7,8 TCDF			
1,2,3,7,8 PeCDF			
2,3,4,7,8 PeCDF			
1,2,3,4,7,8 HxCDF			
1,2,3,6,7,8 HxCDF			
2,3,4,6,7,8 HxCDF			
1,2,3,7,8,9 HxCDF			
1,2,3,4,6,7,8 HpCDF			
1,2,3,4,7,8,9 HpCDF			
OCDF			

Les résultats de l'analyse des HAP réalisée sont récapitulés dans le tableau 23 et, comme pour l'essai sans extinction, aucun HAP n'est quantifié, bien que les températures observées par caméra IR soient inférieures lors du sprinklage.

Tableau 23 : Analyse des HAP lors de l'essai feu caisse + sprinklage

	Canalisé inox	Sol inox	Blanc de surface inox
Composés	ng/léchantillon		
Naphtalene	< 10	< 10	< 10
Acenaphtene	< 10	< 10	< 10
Fluorene	< 10	< 10	< 10
Phenanthrene	< 10	< 10	< 10
Anthracene	< 10	< 10	< 10
Fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Pyrene	< 10	< 10	< 10
Benzo(a)anthracene	< 10	< 10	< 10
Chrysene	< 10	< 10	< 10
Benzo(e)pyrene	< 10	< 10	< 10
Benzo(j)fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Benzo(b)fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Benzo(k)fluoranthene	< 10	< 10	< 10
Benzo(a)pyrene	< 10	< 10	< 10
Dibenzo(ah)anthracene	< 10	< 10	< 10
Benzo(ghi)perylene	< 10	< 10	< 10
Indeno(123cd)pyrene	< 10	< 10	< 10
Acenaphtylene	< 10	< 10	< 10

11.4 Analyse des eaux d'extinction

Si l'extinction à l'eau a permis de ralentir, voire de stopper la propagation de la réaction, les eaux utilisées peuvent être contaminées en divers polluants. Sans que cette analyse soit le but premier des essais faisant l'objet de ce rapport, une rapide étude qualitative de la contamination des eaux d'extinction est proposée. Les méthodes de prélèvement sont décrites précédemment dans la partie méthode.

Les résultats de l'analyse élémentaire présentés dans le tableau 24 permettent de constater que les eaux d'extinction sont très fortement enrichies en Li, Al, Fe, P et F. Le principal marqueur reste, le Li. On note un enrichissement beaucoup plus faible en d'autres espèces tels que S, Cu, Ni, Mn, et Co. Cet écart s'explique pour le S et le Cu par la faible quantité de ces espèces présentes dans les matériaux des batteries et pour Ni, Mn, Co, par une pollution de la chambre d'essai suite à de précédents essais sur batteries Li-ion NMC.

Tableau 24 : Analyse élémentaire des eaux d'extinction

	LQ	Blanc	Eaux d'extinction
Eléments	Concentration en µg/L		
Li	2,5	5,78	116 841
Al	10	<10	30 564
Cr	2,5	<2,5	8,45
Mn	2,5	<2,5	127
Fe	10	<10	15 878
Co	2,5	<2,5	40,4
Ni	2,5	2,79	523
Cu	2,5	14,0	455
Zn	5	120	211
As	0,5	<0,5	2,47
Se	5	<5	<5
Cd	0,5	<0,5	<0,5
Pb	0,5	0,83	6,54
Br	10	42	178
W	2,5	<2,5	<2,5
P	50	<50	41 725
S	100	14 893	37 275
Cl-	100	24500	25900
F-	100	220	66100

Les résultats de l'analyse des espèces organiques de type PCB et PCDD/F présentées en Figure 130 ne montrent aucune différence significative entre l'eau de référence utilisée en sprinklage (blanc) et les eaux d'extinction sur les PCDD/F et PCB.

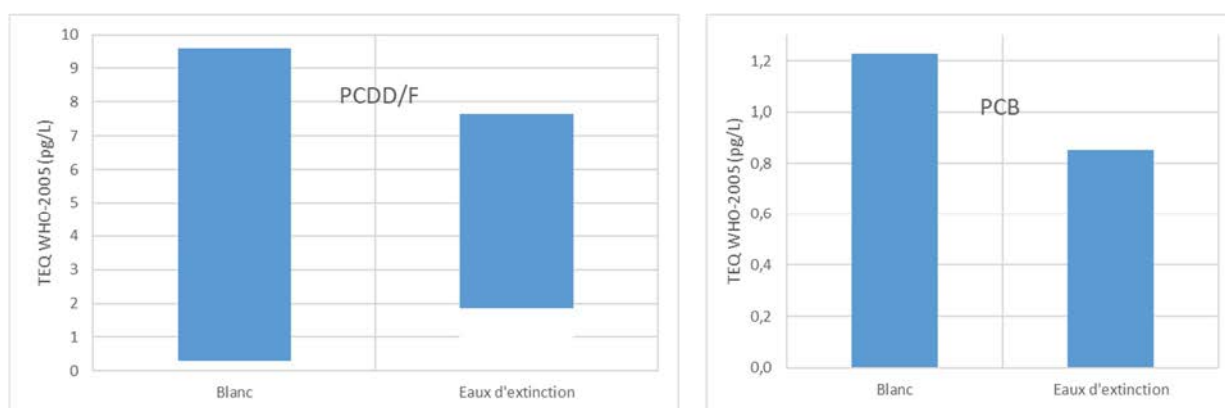


Figure 130 : Analyse des PCDD/F and PCB dans les eaux d'extinction

Enfin, le tableau 25 présente les résultats d'analyse en HAP. Contrairement aux résultats des analyses de suies présentés précédemment, des quantités significatives de HAP sont mesurées dans les eaux d'extinction. Elles sont nettement plus élevées que les valeurs de fond moyennes proposées dans le rapport « Valeurs de fond en situation post-accidentelle pour les milieux sol, eau et air » référencé Ineris – 203892 – 2714224 – v2.0. Les méthodes de prélèvement proposées sur cet essai rendent toutefois une interprétation quantitative difficile mais ces espèces devront être surveillées en situation post-accidentelle ou lors d'essais visant à analyser précisément la contamination des eaux d'extinction.

Tableau 25 : Analyse des HAP dans les eaux d'extinction

	Blanc	Eaux d'extinction	Valeur de fond (eaux continentales superficielles)
Composés	Concentration en µg/L		
Naphtalene	< 0,01	1,90	0,008
Acenaphtylene	< 0,01	2,00	0,005
Acenaphtene	< 0,01	0,05	0,005
Fluorene	< 0,01	0,78	0,004
Phenanthrene	< 0,01	6,20	0,003
Anthracene	< 0,01	0,77	0,002
Fluoranthene	< 0,01	4,60	0,005
Pyrene	< 0,01	3,50	0,005
Benzo(a)anthracene	< 0,01	0,50	0,002
Chrysene	< 0,01	0,51	0,004
Benzo(b)fluoranthene	< 0,01	0,53	0,004
Benzo(k)fluoranthene	< 0,01	0,11	0,002
Benzo(a)pyrene	< 0,01	0,27	0,004
Dibenzo(ah)anthracene	< 0,01	0,03	0,003
Indeno(123-cd)pyrene	< 0,01	0,20	0,002
Benzo(ghi)perylene	< 0,01	0,24	0,002

12 Discussion

12.1 Comparaison avec un feu de batteries Li-ion

Afin de mettre en perspective les grandeurs mesurées dans cette étude, nous proposons de comparer certaines valeurs caractéristiques comme le débit calorifique ou la chaleur totale libérée aux valeurs classiquement obtenues pour la technologie de batterie Li-ion. Pour commencer, la chaleur totale libérée lors de l'emballage thermique (chaleur de combustion par abus de langage) est un bon indicateur pour comparer différentes technologies car elle dépend principalement des matériaux constituant la batterie et peu du mode de réaction.

Ainsi les valeurs mesurées pour les batteries LMP testées dans cette étude sont de 200 à 300 MJ par module soit 28 kJ/Wh à 43 kJ/Wh. Il faut noter que cette valeur est obtenue pour un module mais qui dans le cas de l'architecture choisie par Blue Solutions pourrait tout aussi bien être considérée comme une seule cellule de 7 kWh du fait de l'absence de contenant isolant chacun des EC (cf. définition IEC⁶). En comparaison, l'énergie de combustion mesurée à l'Ineris sur des pouch cell NMC de 330 Wh⁷, assez réactives, est de 18 kJ/Wh. De manière plus générale, sur l'ensemble des essais réalisés à l'Ineris dans des conditions de mesures très similaires à celles de la présente étude, la valeur moyenne du débit calorifique observé sur des cellules NMC est de 20 kJ/Wh. D'autres valeurs sont disponibles dans la littérature et regroupées par Rappsilber *et al.* sur la Figure 130⁸. Ces valeurs concernent des cellules de différentes chimies et géométries et ont été obtenues lors d'essais calorimétriques consistant à brûler entièrement la cellule, et à mesurer l'intégralité de la chaleur émise, ce qui est majorant en comparaison avec les essais de la présente campagne.

En conclusion, l'énergie de combustion spécifique des modules LMP Blue Solutions est supérieure en comparaison avec ce qui a pu être déjà observé à l'Ineris sur des cellules NMC.

Un autre paramètre critique pour les effets thermiques est le débit calorifique (HRR en anglais). Dans cette étude, des valeurs de l'ordre de 500 W/Wh ont été mesurées pour la combustion d'un module. En comparaison, les valeurs obtenues à l'Ineris sur des pouch cells NMC de 330 Wh sont de 760 W/Wh.

De manière plus générale, sur l'ensemble des essais réalisés à l'Ineris dans des conditions de mesures très similaires à celles de la présente étude, la valeur moyenne du débit calorifique observé sur des cellules NMC est généralement comprise entre 450 et 650 W/Wh. D'autres valeurs sont disponibles dans la littérature et regroupées par Rappsilber *et al.* sur la Figure 131. Ces valeurs concernent des cellules de différentes chimies et géométries et ont été obtenues dans des conditions légèrement différentes. Les valeurs semblent toutefois en adéquation avec ce qui a pu être mesuré dans cette campagne.

⁶ Définition du mot CELL selon l'IEC (Area 482 "Primary and secondary cells and batteries", IEC 482-01-01 "Cell"): basic functional unit, consisting of an assembly of electrodes, electrolyte, **container**, terminals and usually separators, that is a source of electric energy obtained by direct conversion of chemical energy. <https://electropedia.org/iev/iev.nsf/display?openform&ievref=482-01-01>

⁷ Projet SafeLiBatt. Rapport en cours de publication.

⁸ Rappsilber T, Yusfi N, Krüger S, Hahn S-K, Feller T-P, Krug von Nidda J, et al. Meta-analysis of heat release and smoke gas emission during thermal runaway of lithium-ion batteries. Journal of Energy Storage. 2023;60:106579

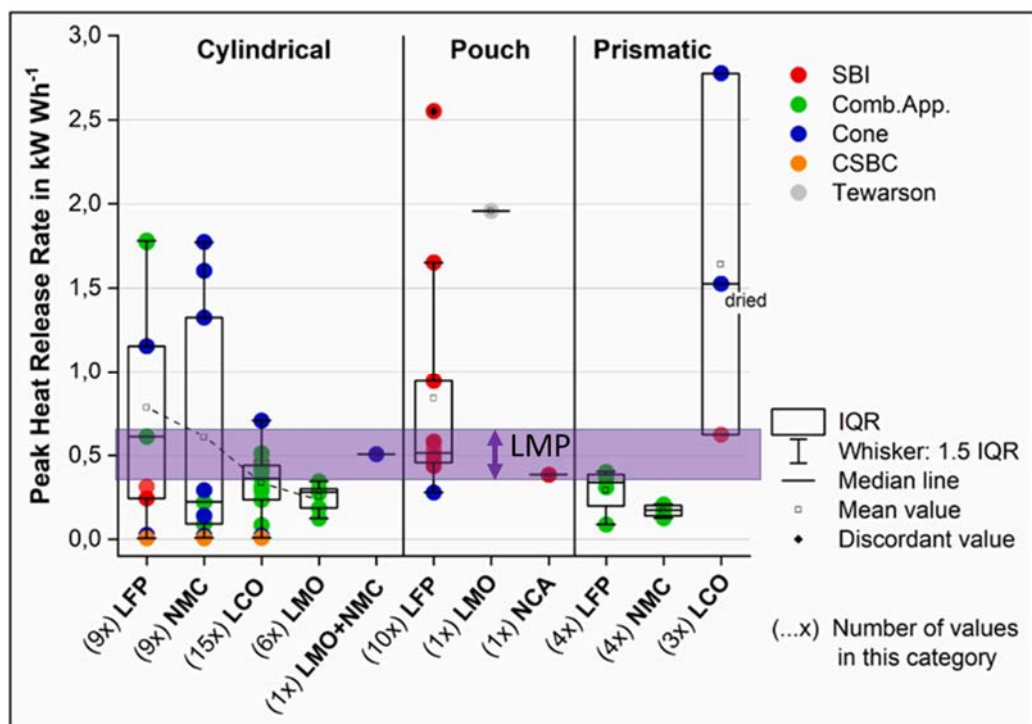


Figure 131 : Débit calorifique libéré par type de cellule et format

Après avoir rapporté et comparé les valeurs de débit calorifique à des cellules et montré qu'il n'y a pas de différence fondamentale entre les deux technologies (Li-ion et LMP), il faut s'intéresser à une comparaison à l'échelle du module. C'est à cette échelle que les choix d'ingénierie se font particulièrement ressentir, notamment via la maîtrise du phénomène de propagation entre éléments unitaires (cellules). Dans cette étude, des valeurs de l'ordre de 500 W/Wh ont été mesurées pour la combustion d'un module, qui est en fait la brique unitaire pour la technologie LMP de Blue Solutions.

L'expérience de l'Ineris sur des modules automobiles donne généralement des valeurs avoisinant 100 W/Wh tandis que la littérature⁹ donne des valeurs proches de 250 W/Wh. On remarque que pour le Li-ion, ces valeurs sont inférieures à celles mesurées à l'échelle cellule puisque la propagation entre cellule se fait plus lentement que la propagation de la réaction en interne d'une cellule.

A cette échelle, un net écart se creuse donc en défaveur des modules LMP Blue Solutions, non pourvus de séparation physique entre les éléments du module (7 kWh) qui permettrait de ralentir la propagation et limiter la quantité de matériaux réagissant simultanément.

Si l'on prend en compte maintenant les conditions de stockage, un article récent de la littérature¹⁰ modélise un feu de caisse en entrepôt avec une valeur de HRR autour de 2 MW. Dans cette campagne d'essais un feu d'une caisse de modules LMP a conduit à des pics de HRR entre 5 et 9 MW.

Outre la chaleur de combustion et le débit calorifique, d'autres caractéristiques de la réactivité de ces batteries ont été observées lors de cette campagne d'essais et sont cruciales en termes d'évaluation des risques. Certaines se différencient nettement de ce qui peut être observé sur des batteries Li-ion dont notamment :

⁹ S. Kang et al., Full-scale fire testing of battery electric vehicles, Applied Energy 332 (2023) 120497

¹⁰ Y. Cui et al. , Numerical study on the fire and its propagation of large capacity lithium-ion batteries under storage, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry (2023)

- Peu de signes avant-coureurs sont observables avant que le module n'entre en réaction violente. La réaction est quasi instantanée et très violente ;
- Des jets de métal en fusion sont observés dès les premiers instants de la réaction et se poursuivent tout au long de la réaction. Ces jets sont potentiellement une source de propagation de l'incendie et/ou de danger envers les personnes ;
- Des températures très élevées sont observées (1615 °C), ce qui, en plus de jouer un rôle important sur le rayonnement et donc la propagation peut affecter la tenue des structures métalliques ou béton ;
- Des coulées de métal/résidus en fusion très chaudes sont observées et restent chaudes plusieurs minutes au sol. Cela favorise la propagation verticale (vers le bas) et horizontale, de la même manière qu'un feu de nappe le ferait en s'étalant au sol ;
- Le mélange gazeux observé n'est pas inflammable contrairement à ce qui est parfois le cas avec du Li-ion. Ici, en l'absence d'électrolyte liquide à faible point d'ébullition, un régime de réactions fumigènes sans feu violent paraît impossible. En revanche, l'extinction à l'eau peut éventuellement générer des gaz inflammables et/ou pyrophoriques ;
- Les résidus de combustion restent réactifs, émetteurs de gaz toxique/inflammables/pyrophorique au contact de l'eau et sujet à la ré-inflammation. Ceci peut compliquer le traitement post-accidentel.

12.2 Scénario d'un feu d'entrepôt stockant des batteries LMP

12.2.1 Comparaison avec un feu de caisse « standard » (1510) et d'un feu de batteries Li-ion tel que discuté pour Flumilog

La Figure 132 compare le débit calorifique associé à l'incendie d'une palette 1510 à celui d'une caisse composée de 7 modules LMP issu de l'essai réalisé le 22/03/2024 (Chapitre 8). Il s'agit de l'essai le plus représentatif d'un feu de caisse de modules LMP prise dans un incendie. Le débit calorifique de la palette 1510 est issu des travaux Flumilog¹¹. Elle concerne une palette standard de volume 1,44 m³ (L x l x h = 1,2 x 0,8 x 1,5 m³) alors que le volume de la caisse est seulement de 400 L.

On rappelle que le SOC des modules utilisés pour les essais était de 100 %, tel que déclaré par Blue Solutions.

Pour les modélisations présentées en figure 132.133 et 134, servant à comparer les feux d'un « entrepôt type » rempli de différents types de palettes (1510 classique, batteries Li-ion NMC, batteries LMP), l'outil Flumilog a été utilisé et plusieurs hypothèses sont prises, résultant à des résultats « enveloppes » ou majorants, utiles pour la réglementation. La principale hypothèse réside dans une cinétique de propagation particulièrement rapide, dans l'objectif d'avoir la masse la plus importante possible impliquée dans l'incendie. En effet, en cas de cinétique trop lente, les premières palettes seraient éteintes à l'inflammation des dernières, conduisant à une moindre puissance de l'incendie et donc, par suite, à une minoration des flux calculés. L'énergie rayonnée étant directement proportionnelle à la puissance instantanée, maximiser la puissance permet d'évaluer les flux thermiques enveloppes. De plus, les effets des différents systèmes de lutte contre l'incendie, système d'extinction automatique et intervention des services internes ou externes de secours, ne sont pas pris en compte dans les hypothèses de modélisation. En conséquence, cette hypothèse est raisonnablement pénalisante par rapport à la cinétique de propagation en situation réelle.

Une autre hypothèse importante à garder en tête dans l'exploitation des résultats de l'outil Flumilog est la projection des flammes sur chacune des parois à chaque pas de temps de calcul des flux. En effet, pour favoriser le développement de l'incendie, le départ de feu est supposé se situer au centre de la cellule. Le feu se propage depuis le point d'inflammation vers les combustibles situés à proximité, conduisant, pour cette hypothèse, à un feu localisé au centre de la cellule. Le départ de feu pouvant cependant se situer n'importe où dans la cellule, les flammes sont projetées sur chacune des parois pour le calcul des flux thermiques.

¹¹ <https://www.flumilog.fr/>

De plus, pour chaque flamme, le cas avec et sans vent est pris en compte, la flamme est ainsi penchée, pour chaque façade, vers l'extérieur du bâtiment et les flux sont comparés à une flamme droite. Les flux donnés par le logiciel sont le maximum entre le cas avec et le cas sans vent.

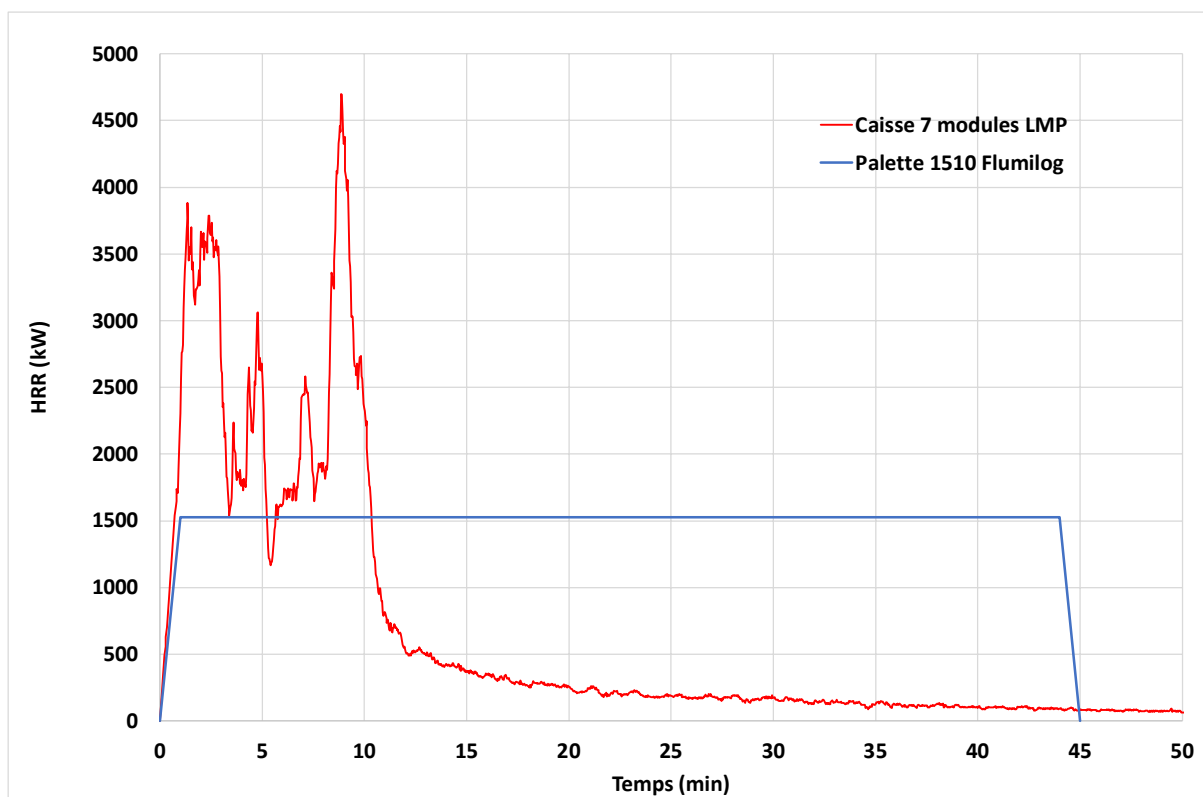


Figure 132 : Comparaison entre le débit calorifique émis par une palette 1510 et celui émis par une caisse de 7 modules LMP

L'énergie dégagée par la palette 1510 atteint environ 4000 MJ alors que celle dégagée par la caisse atteint environ 2000 MJ.

Afin d'affiner la comparaison, l'énergie libérée par l'incendie de la caisse de 7 modules LMP est extrapolée à celle d'un stockage unitaire de volume égal à celui de la palette standard 1510, soit 1,44 m³, au prorata du volume. Cela représente environ 25 modules. Le débit calorifique est obtenu en posant comme hypothèse que le feu d'une caisse de 7 modules se propage à l'autre après 1,3 min, d'après la propagation moyenne observée lors de l'essai d'un feu de caisse de modules LMP prise dans un incendie (chapitre 8). Une vitesse de propagation plus lente conduirait à une puissance totale plus faible et des distances d'effets plus faible. Une vitesse de propagation plus rapide aura des conséquences inverses. Le débit calorifique d'une palette standard composée de 25 modules LMP peut alors être estimé par la courbe rouge de la Figure 133 et simplifié par la courbe grise selon la méthodologie Flumilog (méthodologie en cours de validation). La durée de l'incendie de la palette serait donc de 15 min et sa puissance maximale atteindrait 9000 KW. L'intégrale de cette courbe est d'environ 7500 MJ.

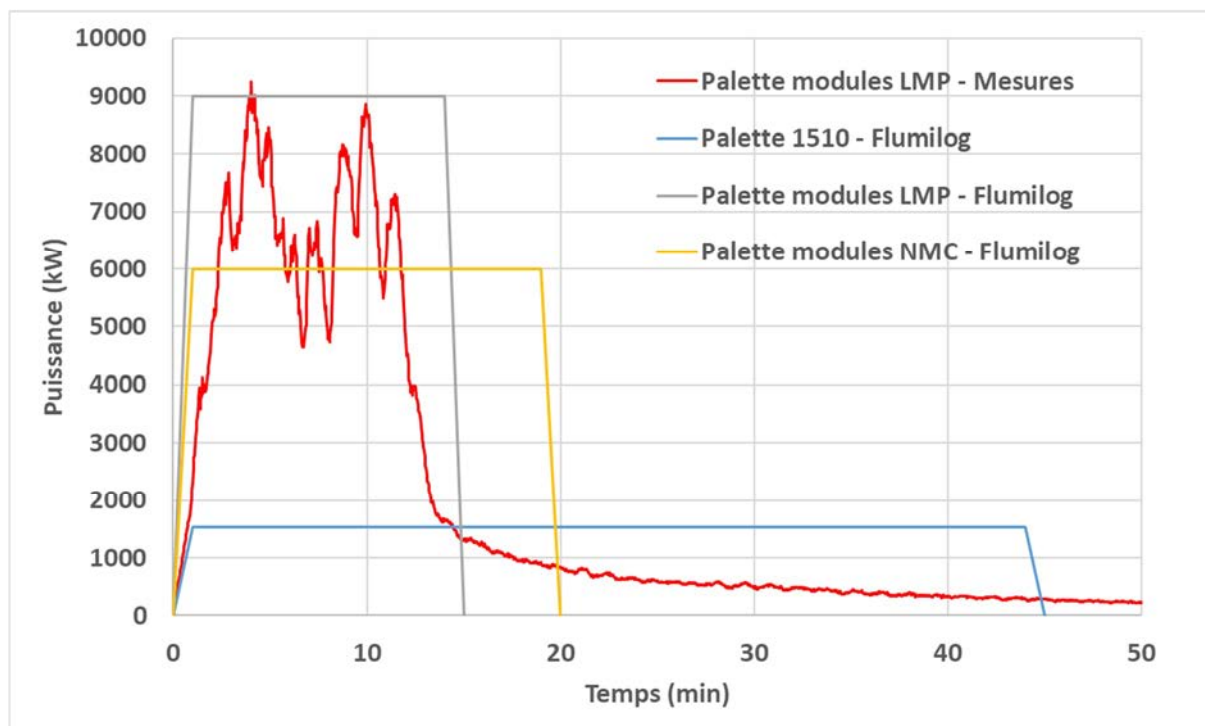


Figure 133 : Débit calorifique émis par une palette de modules LMP

Les distances d'effets associées à l'incendie d'un entrepôt stockant des palettes de modules LMP sont présentées dans le paragraphe suivant.

12.2.2 Evaluation des distances d'effets thermiques pour un incendie d'entrepôt

Afin de modéliser les effets à l'échelle d'un entrepôt et de permettre une comparaison en première approche entre différentes palettes types, des modélisations Flumilog sont proposées. Des caractéristiques de l'entrepôt ont dû être choisies afin de permettre la modélisation mais ne correspondent pas à celles de l'entrepôt de Grand-Couronne. Les caractéristiques retenues de cet entrepôt fictif considéré pour les simulations et les comparaisons sont les suivantes :

- Surface de 6000 m² (100 x 60 m),
- Hauteur de la cellule : 13 m,
- Stockage en racks de 12 m de hauteur sur 7 niveaux,
- Nombre de doubles racks : 9, nombre de simples racks : 2,
- Toiture dotée de 2 % de surfaces d'exutoires,
- Murs REI120 sur 3 façades et murs avec portes de quai pour 4^{ème} façade.

Deux stockages de palettes de 1,44 m³ sont considérés :

- Dans le premier cas, 25 modules LMP par palettes chargés à 100 %,
- Dans le second cas, des palettes standards de la rubrique 1510.

Les distances d'effets calculées avec le logiciel Flumilog sont présentées sur la Figure 134. Cette comparaison est faite en supposant des cellules remplies à 100 % par chacune des typologies de produits, sans lien avec un quelconque sinistre.

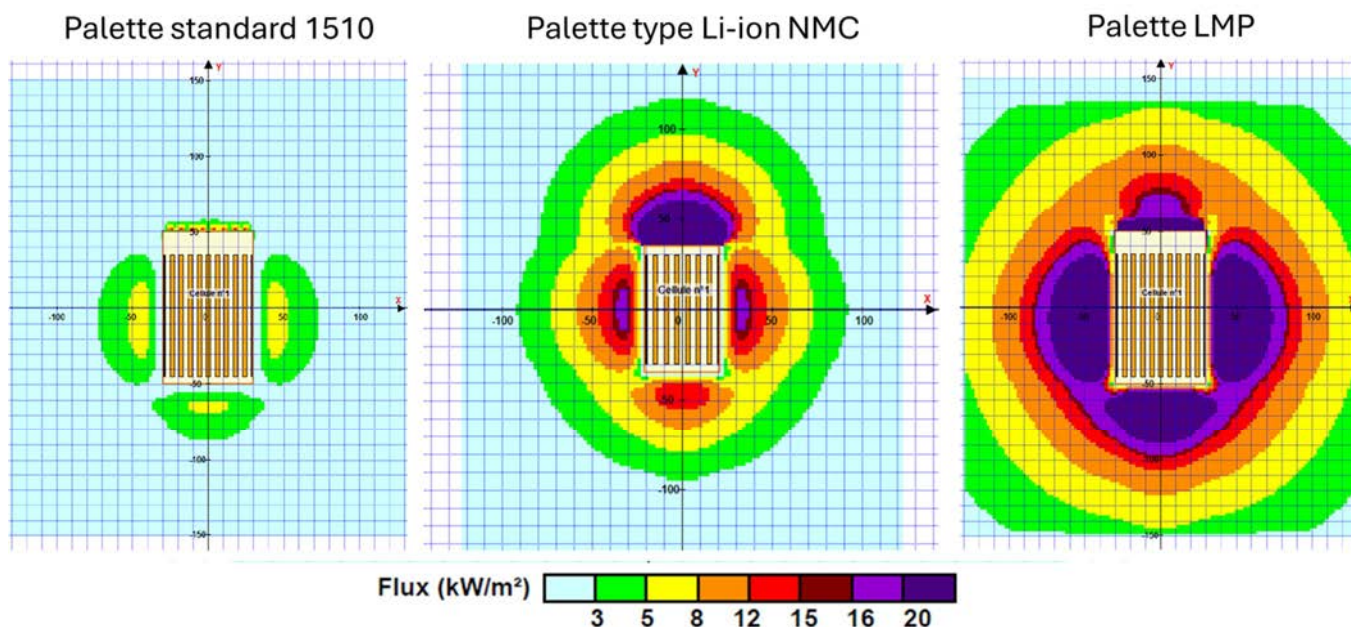


Figure 134 : Distances d'effets calculées avec le logiciel Flumilog – à gauche, pour un stockage 1510, à droite pour un stockage de modules LMP

L'émittance maximale calculée par Flumilog pour le cas LMP est de 198 kW/m². Lors des essais des émittances comprises entre 165 et 200 kW/m² ont été mesurées. L'ordre de grandeur est donc cohérent. Toutefois, il est communément admis que l'émittance décroît avec la taille du feu. Pour une émittance plus faible, les distances d'effets seront diminuées.

Les distances d'effets obtenues dans les deux cas sont présentées dans le Tableau 26.

Seuil d'effet (kW/m ²)	Distances d'effets (m)	
	Rubrique 1510	Modules LMP
3	43	> 110
5	23	110
8	NA	85

Tableau 26 : Distances d'effets calculées avec le logiciel Flumilog

Les puissances générées par l'incendie pour les deux configurations sont comparées sur la Figure 135.

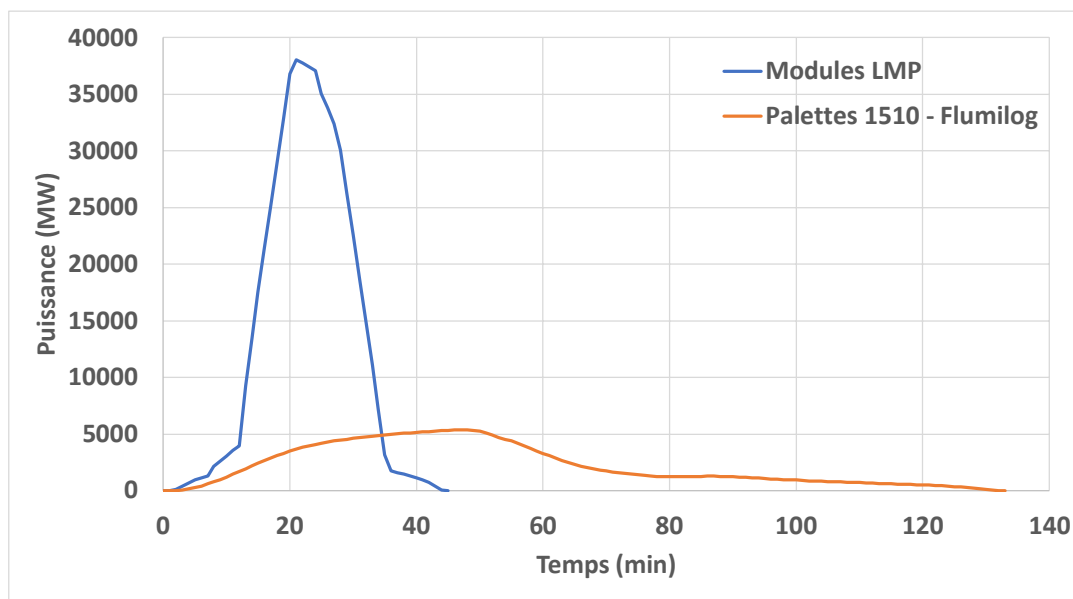


Figure 135 : Puissance calculée pour les 2 cas traités

La puissance obtenue pour le feu de batteries est très inhabituelle pour un feu d'entrepôt car elle culmine à des valeurs très élevées, pratiquement 40 GW pour un temps très court alors qu'elle atteint 5 GW pour un feu d'entrepôt 1510. Cela s'explique par la puissance élevée de la palette unitaire qui favorise un emballement rapide. Encore une fois, cette modélisation n'est pas représentative de l'entrepôt de Grand-Couronne mais sert seulement à donner des éléments de réponses à la question posée par le BEA de comparer un feu de caisses de batteries LMP à d'autres types de feu plus communément rencontrés et déjà documentés.

12.2.3 Analyse de la tenue des murs REI120

La tenue au feu d'un mur REI120 est dimensionnée sur la base de la courbe ISO834¹² représentée sur la Figure 136. Cette courbe est caractéristique d'un feu cellulosique (bois, carton, ...) dont le Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI) des combustibles est de l'ordre de 20 MJ/kg.

¹² ISO 834 – Essai de résistance au feu – Eléments de construction – partie 1 : Exigences générales

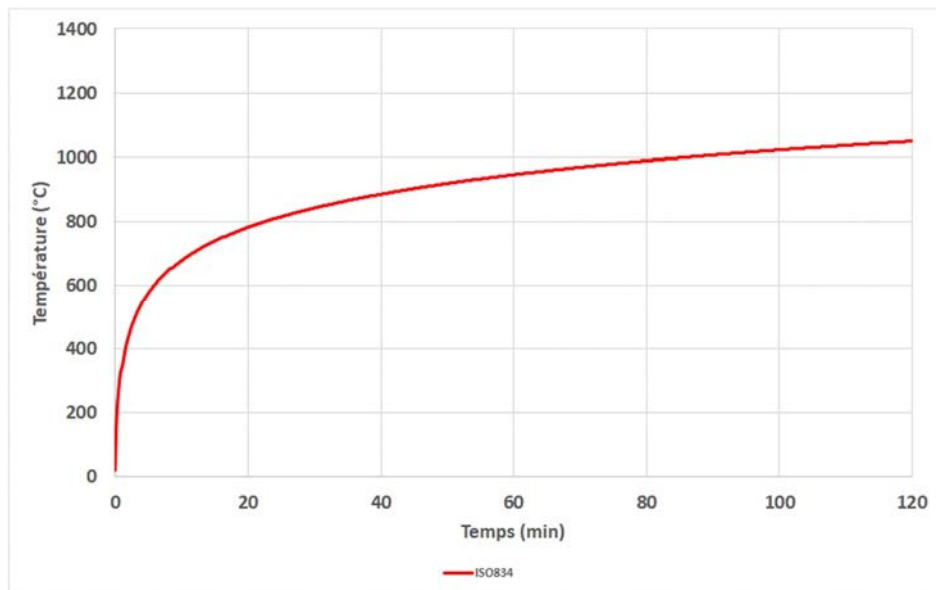


Figure 136 : Courbe ISO834]

La tenue mécanique au feu d'un mur REI120 est garantie si la température appliquée sur ce mur reste inférieure ou égale à la courbe ISO834. Il est clair que la température appliquée sur le mur peut ponctuellement être supérieure à la courbe sans compromettre sa tenue mécanique sous réserve que ce dépassement ait lieu sur une durée et une surface restreinte.

Le graphe de la Figure 137 compare la courbe ISO 834 à la température issue de l'emballlement thermique d'un stockage de modules LMP reconstruite de manière théorique à partir :

- des températures moyennes observées pendant les essais,
- d'une modélisation d'un incendie d'entrepôt à l'aide du code Flumilog qui permet d'évaluer la durée de l'agression thermique sur le mur.

Il est bien évidemment très compliqué de construire une courbe température – temps avec les seules données disponibles aujourd'hui. Des choix ont été faits à des fins de comparaison. La courbe a ainsi été construite forfaitairement sur la base des choix suivants :

- une phase de montée en température supposée de cinétique similaire à la courbe ISO 834 en l'absence d'élément, en reprenant donc une équation en logarithme népérien équivalente à l'ISO834 mais en adaptant celle-ci pour la température maximale soit atteinte au temps final de l'incendie calculé par l'outil Flumilog, soit 40 min ;
- une phase de décroissance selon une équation de la forme $A \cdot \exp(-B \cdot t)$ avec les constantes A et B calées pour une durée d'incendie de 120 min. Cette forme de courbe en exponentielle est représentative de l'évolution de la décroissance de la puissance d'un incendie en référence à de nombreux essais réalisés par l'Ineris en chambre 1000 m³. La prise en compte de cette décroissance est réalisée pour refléter la durée calculée de l'incendie. Une autre approche aurait pu être de considérer la température constante une fois la température maximale atteinte. Cela n'aurait aucunement affecté les conclusions qui suivent.

Cette courbe montre que l'incendie d'un stockage de modules LMP serait susceptible de compromettre la tenue mécanique d'un mur REI120 puisque la température atteinte par l'incendie pourrait dépasser la température limite - sur laquelle les murs REI120 ont été dimensionnés - de plusieurs centaines de degrés pendant plusieurs dizaines de minutes, sous réserve que le stockage soit situé à proximité du mur et soit suffisamment étendu notamment le long du mur. A titre indicatif l'ordre de grandeur des distances pourrait correspondre à un stockage d'une dizaine de mètres de large minimum situé à une distance du mur inférieure à une dizaine de mètres.

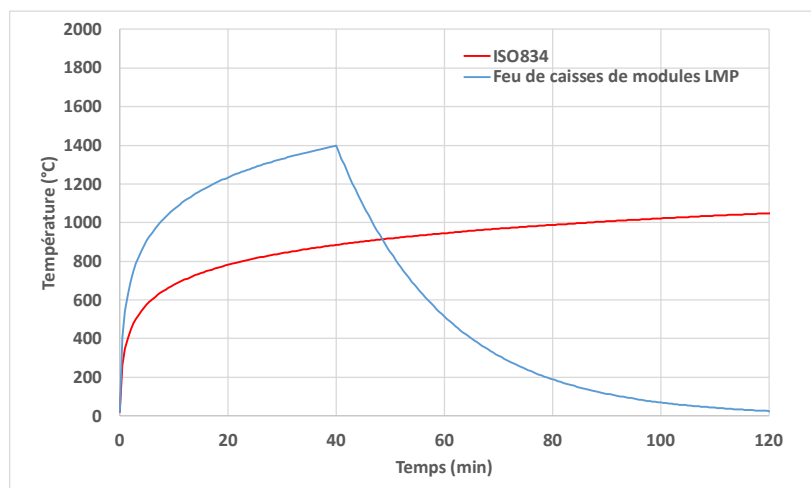


Figure 137 : Comparaison entre la courbe ISO834 et la température d'agression issue de l'incendie de caisses de modules LMP

12.2.4 Analyse du besoin en désenfumage

Pour évaluer la pertinence de la surface utile de désenfumage pour un stockage de batteries LMP, il convient de revenir à l'origine et à l'objectif de ce désenfumage. La mise en place d'un système de désenfumage a ainsi pour objectif, en évacuant les fumées d'incendie, de réduire la cinétique de propagation du feu, limitant notamment le risque de flashover, mais également de maintenir les fumées à une certaine hauteur pour permettre l'évacuation.

Les essais feu caisse permettent de proposer un débit surfacique d'environ 177 g/m²/s. De fait, la vitesse de combustion et le débit de fumées pour les batteries LMP sont bien supérieurs à ceux des produits celluloseux et plastiques utilisés en référence pour évaluer la surface utile nécessaire de désenfumage (40 g/m²/s pour des pneus et 12g/m²/s pour des câbles électriques par exemple).

Bien que les températures élevées atteintes par un tel incendie favorisent le désenfumage (pour une température plus élevée, les densités sont plus faibles, ce qui favorise l'écoulement au travers des ouvrants), et afin de conserver l'atteinte des objectifs de sécurité associés au désenfumage pour un tel stockage, il semble nécessaire d'accroître la surface de désenfumage.

12.2.5 Evaluation des effets toxiques aigües¹³ pour un incendie d'entrepôt

Afin de mettre en perspective les résultats des analyses de fumées réalisées dans cette étude, une comparaison entre la toxicité aigüe des fumées d'un incendie de batteries LMP, de gazole et de pneumatiques est proposée. Cette comparaison ne prend en compte que la composition gazeuse car, en l'état actuel des connaissances, on considère que les particules n'influent pas sur la toxicité aigüe mais seulement sur les effets chronique. De même, cette comparaison ne tient pas compte des effets que les émissions particulières pourraient avoir sur l'environnement.

Au regard des hypothèses fortes sur la formation du panache, tel que décrit dans le rapport Ineris Ω16¹⁴, il a été choisi, pour cette comparaison, d'évaluer la différence de toxicité à l'émission. Cette approche consiste à ne diluer les émissions que dans la seule quantité d'air nécessaire à la combustion des produits. La seule hypothèse nécessaire est donc que l'apport d'air est suffisant pour assurer la combustion complète, condition dans laquelle sont également mesurés les facteurs d'émission listés dans le Tableau 14.

¹³ Aigüe au sens des valeurs seuils de toxicité aigüe françaises (VSTAF)

¹⁴ Rapport Ineris W16, Omega 16 - Recensement des substances toxiques (ayant un impact potentiel à court, moyen et long terme) susceptibles d'être émises par un incendie, juin 2023.

Afin d'évaluer la dangerosité des gaz émis, il est ainsi possible d'estimer la toxicité aiguë du mélange gazeux constitué des gaz de combustion et de l'azote contenu dans l'air ayant servi à la combustion sous l'hypothèse que tout l'oxygène est consommé. La toxicité de ce mélange peut alors être exprimée sous une forme inspirée de la Concentration Effective Fractionnelle (CEF) :

$$CEF = \sum_{\text{espèces}} \frac{C_i}{Seuil_i}$$

Cette quantité représente ainsi le potentiel toxique du mélange, plus sa valeur est élevée, plus le mélange est toxique.

En considérant les propriétés de combustion, vitesse et chaleur, du gazole, des pneumatiques et des caisses de LMP et les facteurs d'émissions, Tableau 14, il est possible d'évaluer cette valeur pour ces différents produits, Tableau 27 en utilisant les VSATF pour les seuils d'effet irréversibles pour 30 min d'exposition.

Tableau 27 : CEF calculée pour différents produits.

Produis	CEF
Gazole	5,4
Pneumatiques	16,5
Caisse LMP	15,8

Ce résultat met en évidence un potentiel toxique comparable entre pneumatiques caisse LMP, potentiel près de 3 fois supérieur à celui du gazole pour ces deux produits en raison, notamment, de la production de gaz spécifiques comme les acides halogénés ou le dioxyde de soufre qui ont une forte toxicité.

Il faut par ailleurs souligner que ce potentiel toxique à l'émission est principalement piloté par les gaz émis et la chaleur de combustion des produits, chaleur qui pilote le besoin en air. La puissance de l'incendie joue peu au final, pour ce qui concerne la toxicité à l'émission. Etant entendu que la vitesse de combustion mesurée est très élevée pour les caisses LMP, l'effet ascensionnel du panache sera plus important avec pour conséquence une plus forte dilution pour le calcul des effets toxiques à distance de la source.

12.3 Synthèse des particularités d'un feu d'entrepôt stockant des batteries LMP

Les résultats expérimentaux et numériques obtenus dans le cadre de cette étude conduisent aux conclusions suivantes :

- Le débit calorifique lié à l'incendie d'une palette de modules LMP est pratiquement 6 fois plus élevé que celui associé à l'incendie d'une palette classée sous la rubrique 1510 ;
- Les températures de flamme liées à l'incendie d'un stockage de modules LMP peuvent atteindre en moyenne plus de 1400 °C et sont susceptibles de compromettre la tenue mécanique d'un mur REI120 sous réserve que ce stockage soit situé à proximité du mur à moins d'une dizaine de mètres, et disposé le long du mur sur une dizaine de mètres minimum ;
- Les distances d'effets au seuil des effets irréversibles (SEI) associées à l'incendie d'un entrepôt de 6000 m², de 13 m de hauteur et doté de murs REI120 composé d'un stockage en racks de palettes de modules LMP pourraient atteindre plus de 110 m. Les distances d'effets au seuil des effets domino (8 kW/m²) pourraient atteindre 85 m. Ces distances sont au minimum 5 fois plus élevées que celles associées à un entrepôt de produits courant (rubrique 1510) ;
- Les besoins de désenfumage des entrepôts stockant des batteries LMP pourraient être supérieures à ceux préconisés dans la rubrique ICPE1510.

PARTIE 3 : Protection en phase accidentelle et réactivité des résidus

Cette partie cherche à déterminer la réactivité des résidus afin de préciser si les moyens de protection utilisés en phase accidentelle (y compris dans les dernières heures d'extinction) permettent de protéger convenablement les intervenants.

13 Observations préliminaires

A l'issue des essais, bien que les modules étaient complètement consommés, une quantité importante de résidus était présente et la plupart des outils utilisés lors de l'essai à proximité de la réaction (bac de rétention, virole, outil d'écrasement, ...) étaient fortement dégradés. Comme cela est visible sur la Figure 138, la plupart des résidus avaient une couleur rougeâtre ou brunâtre et étaient très hétérogènes.

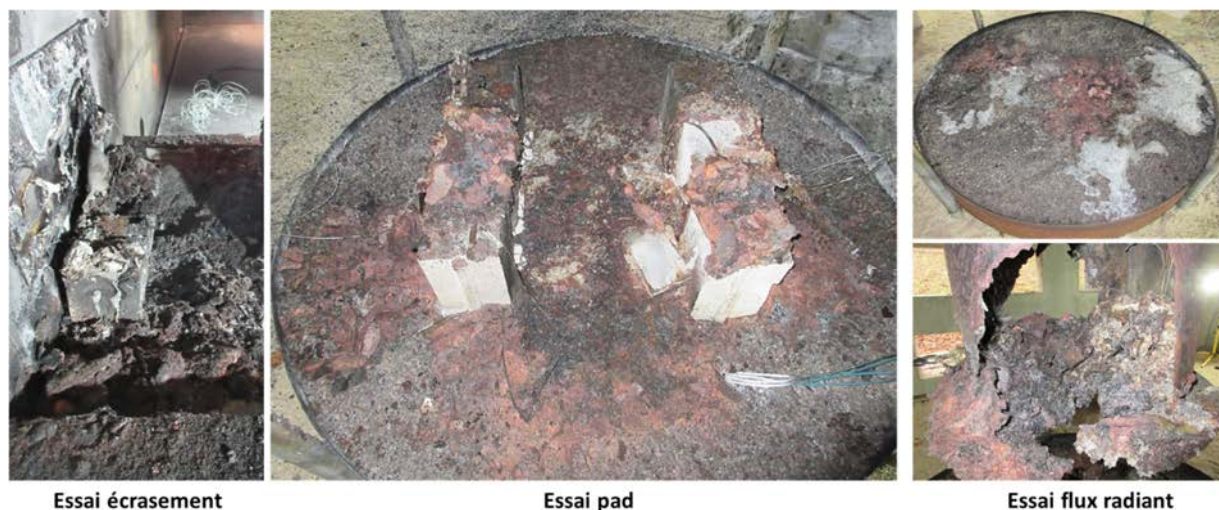


Figure 138 : Photographies des résidus d'essais

Les jours suivant les essais, lors du nettoyage des chambres d'essai, de fortes odeurs rappelant celles de l'ail ont été senties de manière continue à proximité des chambres et dans un rayon de plusieurs mètres autour des fûts de 200 L dans lesquels étaient placés les résidus et matériels souillés. Afin de limiter les odeurs, les fûts sont stockés dans des locaux ventilés jusqu'à leur élimination dans les filières appropriées. Aussi, quelques heures après la mise en fût, le couvercle d'un fût cerclé a été projeté à plusieurs mètres malgré l'utilisation de couvercles à valve de surpression.

Lors de transfert de matériel souillé les jours de pluie, des inflammations ont été observées comme documenté en Figure 139. Enfin, lors des phases de nettoyage après-essai, du fait de la nature compacte et solide des résidus, les morceaux trop volumineux pour la mise en fût ont dû être cassés à l'aide d'outils tels qu'une pioche. Lors des coups de pioches, des inflammations intermittentes ont également été observées.



Figure 139 : Extraits vidéo où l'inflammation de résidu au contact du sol humide est visible

Ces inflammations répétées ont rapidement conduit à l'hypothèse de la formation de gaz inflammables par les résidus d'essai. Deux mois après l'essai pad module, une analyse FTIR a été réalisée dans le ciel gazeux d'un fût de résidu de l'essai pad module. Pour cela, le couvercle du fût a été percé et un flux entrant d'azote de 2,5 L/min a été imposé en même temps que les gaz sortants étaient analysés par FTIR. Le spectre présenté Figure 140 est ainsi obtenu. Trois gaz y sont clairement identifiables à l'issue de cette analyse : de l'eau (issue de l'humidité de l'air) ; de la phosphine (PH_3) et de l'acétylène (C_2H_2).

Une quantification approximative de la phosphine permet d'estimer une production d'environ 0,15 L/h.

En plus de ces composés, il est probable qu'en présence d'eau, de l' H_2 soit formé par réaction avec du Li métal présent dans les résidus. Le H_2 n'est pas mesurable par FTIR.

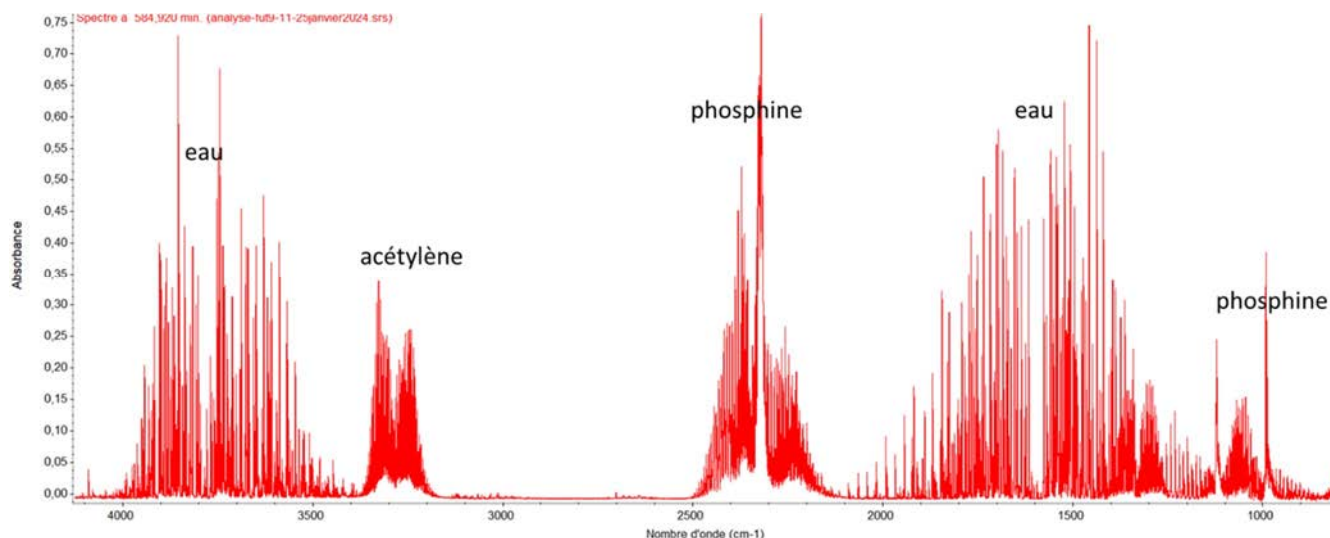


Figure 140 : Analyse du ciel gazeux d'un fût contenant des résidus de combustion de l'essai pad sur module

Afin de préciser si, au regard de la réactivité de ces résidus, les moyens de protection utilisés en phase accidentelle (y compris dans les dernières heures d'extinction) permettent de protéger convenablement les intervenants, les substances en présence ont été analysées et les mécanismes possibles de formation de ces gaz proposés.

14 Réactivité des résidus

Cette partie vise à caractériser l'hydro réactivité des résidus et caractériser la formation gazeuse.

14.1 Prélèvement

Quatre jours après l'essai, des résidus de l'échantillon soumis à essai ont été prélevés à l'aide d'un marteau et d'un burin dans le bac de feu utilisé pour l'essai, situé dans la Galerie Incendie de l'Ineris (Figure 141). Le prélèvement correspond à des résidus restés au fond du bac feu après l'essai propagation sur caisse.



Figure 141 : Cliché photographique du prélèvement d'échantillon issu de résidus de combustion de batterie, produits à la suite d'un essai abusif

Il est à noter que lors du prélèvement de l'échantillon dans le bac de feu, des étincelles ont été produites suite aux coups de burin sur les résidus de combustion, mais seulement dans certaines zones du bac.

Les analyses présentées dans la suite de ce document ont été effectuées sur des échantillons prélevés dans des zones du bac contenant les résidus les plus susceptibles de produire des étincelles.

14.2 Evaluation préliminaire de la réactivité des résidus prélevés

Immédiatement après le prélèvement décrit ci-dessus, quelques gouttes d'eau ont été versées sur un fragment de l'échantillon ainsi prélevé (Figure 142b). Une réaction vive a été observée, avec un bullage/formation d'une mousse et émission de gaz à la surface de ce dernier sans signe d'inflammation (Figure 142c).

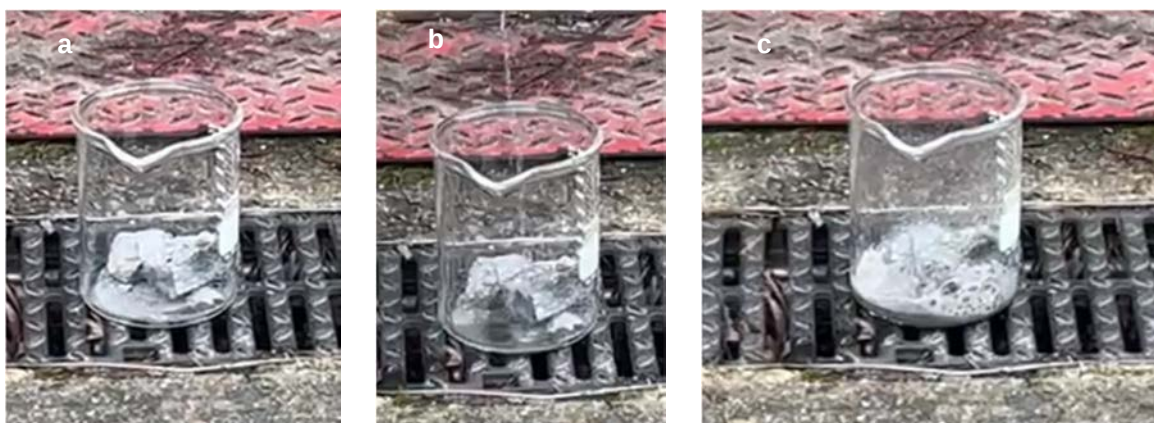


Figure 142 : Clichés photographiques de l'échantillon (immédiatement après le prélèvement) placé dans un bécher (a), lors d'ajout d'eau (b) et bullage/formation de mousse (c)

Après humidification, les fragments d'échantillon soumis à des chocs mécaniques (coups de burin) se sont également montrés d'autant plus réactifs, produisant des inflammations relativement vives (Figure 143). Il semblerait donc, d'après ces premières constatations, qu'une fois l'échantillon prélevé et humidifié (voire réhumidifié), l'impact/frottement mécanique d'une pièce en métal (burin) contre le résidu serait à même de provoquer l'inflammation du ou des gaz formé(s).



Figure 143 : Clichés photographiques du comportement de l'échantillon humidifié soumis à une action/contrainte mécanique

Le reste d'échantillon prélevé (Figure 144) a été immédiatement placé en boîte à gants sous atmosphère inerte avec une concentration d'O₂ inférieure à 10 ppm.

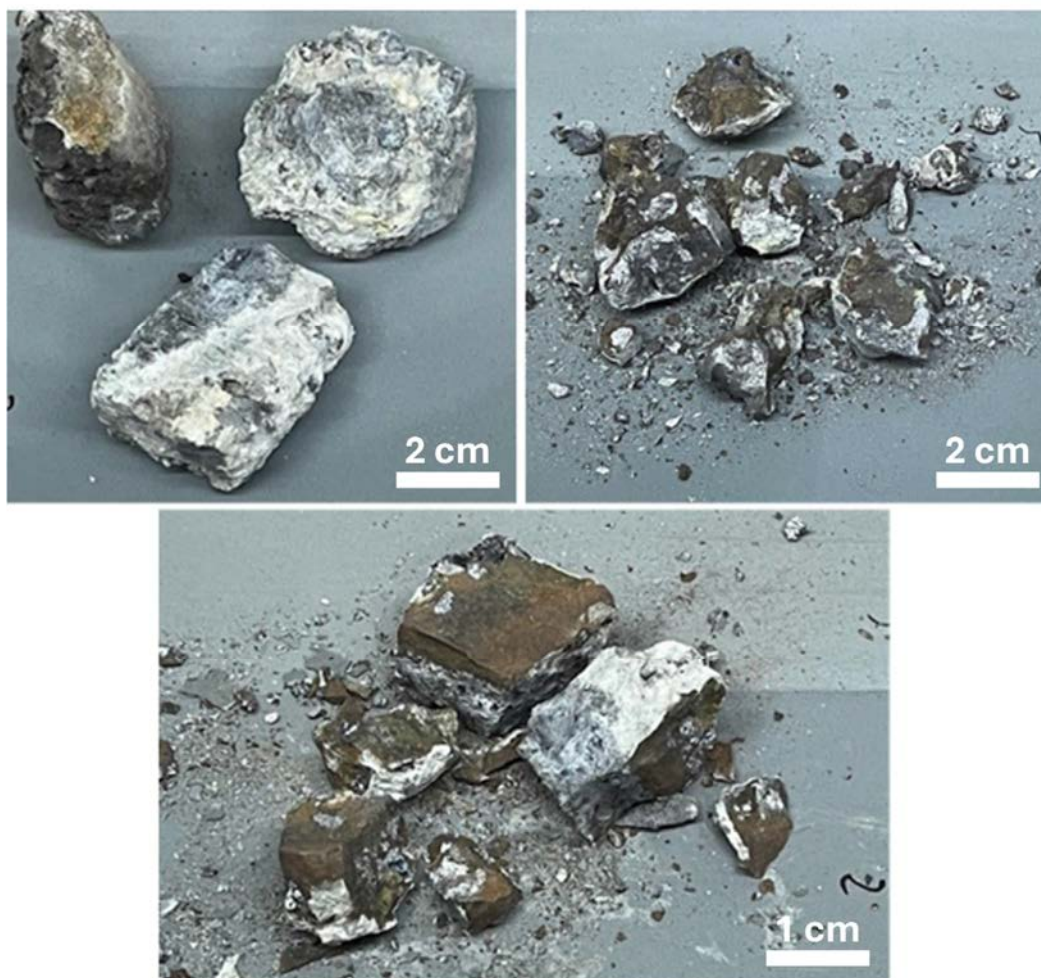


Figure 144 : Clichés photographiques du prélèvement d'échantillon de résidus de combustion de batteries et fragments produits à la suite du concassage au burin en boîte à gants pour s'approcher des quantités requises pour les diverses phases de l'épreuve N.5

Les échantillons ont ensuite été soumis aux essais de caractérisation de l'hydro réactivité décrits en Section 14.3 sans traitement préalable.

14.3 Epreuve N.5 : Méthode d'épreuve pour les matières qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables (ONU)

Les essais ont été réalisés suivant l'épreuve décrite dans le Manuel d'épreuves et de critères de l'ONU, 8^{ème} édition, réf. ST/SG/AC.10/11/Rév.8, 2023.

14.3.1 Phase 1

Protocole de la Phase 1 de l'épreuve N.5 du règlement ONU : Dans un bac rempli d'eau distillée à 20°C, on place une petite quantité de matière (c'est à dire une portion d'environ 2 mm de diamètre). On observe s'il y a dégagement et s'il y a inflammation spontanée du gaz.

En raison de l'état de la nature (massive) de l'échantillon, il n'a pas été possible de prélever précisément une portion de 2 mm de diamètre (Figure 145).

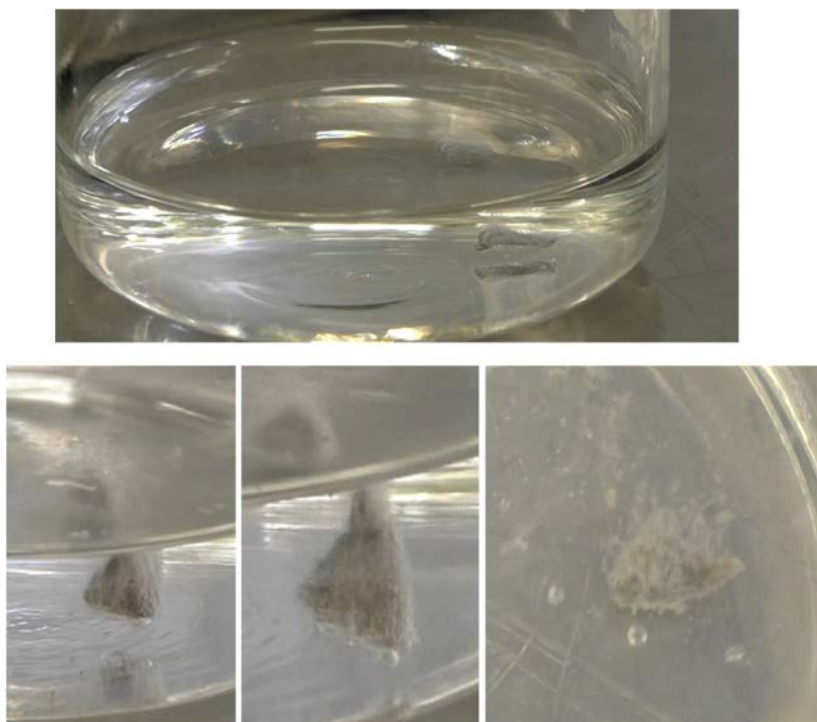


Figure 145 : Clichés photographiques des échantillons d'essais soumis à la phase 1 de l'épreuve N.5

Durant cet essai, un fort dégagement de gaz (sans inflammation) est observé spontanément dès immersion de l'échantillon, et ce durant un peu plus de 1 minute.

14.3.2 Phase 2

Protocole de la Phase 2 de l'épreuve N.5 du règlement ONU : On place une petite quantité de matière (c'est à dire une portion d'environ 2 mm de diamètre) au centre d'un papier-filtre flottant à la surface d'un bain d'eau distillée à 20°C, dans un récipient approprié (Figure 146). Le rôle du papier-filtre est de maintenir la matière en un point fixe, afin d'obtenir la probabilité maximale d'inflammation spontanée du gaz dégagé. On observe s'il y a dégagement et s'il y a inflammation spontanée du gaz.



Figure 146 : Clichés photographiques des échantillons d'essais soumis à la phase 2 de l'épreuve N.5

Durant cet essai, un dégagement de gaz (sans inflammation) est observé durant 1 minute environ, il convient donc de passer à la phase 3 de l'épreuve N.5.

14.3.3 Phase 3

Protocole de la Phase 3 de l'épreuve N.5 du règlement ONU : Ce test consiste à humidifier les échantillons sans traitement particulier afin de faire un test exploratoire et évaluer la réactivité des échantillons. Compte tenu du fait qu'ils n'étaient pas friables, nous l'avons soumis « tel quel » à cette nouvelle épreuve (Figure 147). Durant cette phase de test, une mesure de température à cœur de l'échantillon a été effectuée pour évaluer une estimation des échauffements lors de la réaction.



Figure 147 : Clichés photographiques des échantillons d'essais soumis à la phase 3 de l'épreuve N.5

Durant cet essai, un dégagement de gaz est observé (Figure 5a), **sans inflammation**, avec une montée notable de température de l'ambiante à 84°C (Figure 5b).

(NB : la température d'auto-inflammation de la phosphine, gaz pyrophorique est de 38°C)

Un test d'inflammation des gaz émis a été réalisé à l'aide d'un brûleur à gaz. A l'approche de la flamme du brûleur, une inflammation spontanée et vive est observée (Figure 148).



Figure 148 : Clichés photographiques de la tentative d'inflammation au brûleur à gaz des gaz générés lors de l'ajout de quelques gouttes d'eau sur l'échantillon soumis à la phase 3 de l'épreuve N.5

Un fragment d'échantillon a également été soumis à la Phase 4 de l'épreuve (Section 14.3.4) afin d'estimer le débit gazeux émis lors de l'immersion de l'échantillon dans de l'eau.

14.3.4 Phase 4

Protocole de la Phase 4 de l'épreuve N.5 du règlement ONU : S'il s'agit d'une matière solide, on l'inspecte pour déterminer si elle contient une certaine quantité de particules fines (c'est-à-dire de granulométrie inférieure à 500 μm). Si cette quantité représente plus de 1 % (en masse) du total, ou s'il s'agit d'une matière friable, l'échantillon entier doit être broyé en poudre avant l'épreuve pour simuler les effets d'effritement au cours de la manutention et du transport ; dans le cas contraire, on utilisera la matière sous sa forme commerciale (dans le cadre de cette étude l'échantillon sera utilisé sous sa forme tel que prélevée et après un léger concassage), comme dans le cas des liquides.

L'essai qui doit se dérouler à la température ambiante (20°C) et à la pression atmosphérique est exécuté trois fois. On utilise une ampoule à décanter contenant de l'eau, et une fiole conique dans laquelle on a placé une quantité suffisante de matière (jusqu'à maximum 25 g) pour produire de 100 à 250 ml de gaz. On ouvre le robinet de l'ampoule à décanter pour laisser couler l'eau dans la fiole conique ; on déclenche un chronomètre. Le volume de gaz produit est mesuré de toute manière appropriée. On note la durée totale du dégagement de gaz ; on note également, si possible, la quantité produite à certains intervalles. La production de gaz est calculée sur une durée de 7 heures à intervalles d'une heure. Si le débit de gaz fluctue ou augmente après 7 heures, la durée de mesure doit être prolongée jusqu'à un maximum de cinq jours.

On peut cependant arrêter l'épreuve avant si le débit est devenu constant ou diminue régulièrement et que l'on a recueilli suffisamment de données pour pouvoir affecter la matière à un groupe d'emballage/une catégorie ou conclure qu'elle ne relève pas de cette classe de danger. Si la nature chimique du gaz dégagé n'est pas connue, il doit être soumis à un essai d'inflammabilité.

Dans le cadre de cet essai, la mesure du volume de gaz produit a été effectuée en utilisant un débitmètre automatique (type MGC-1), qui permet de mesurer le dégagement de gaz en fonction du temps (Figure 149).

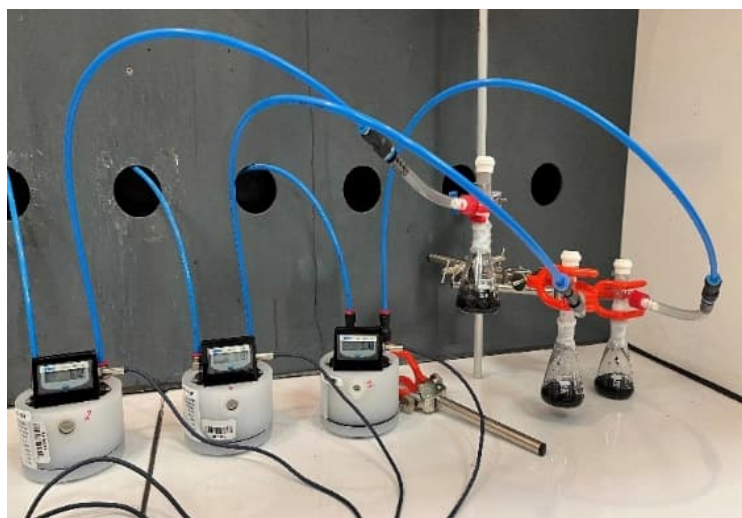


Figure 149 : Cliché photographique illustrant un exemple d'échantillon soumis à la phase 4 de l'épreuve N.5 avec les débitmètres automatiques

Le MGC-1 dispose d'une cellule immergée dans de l'huile synthétique (Calrix), qui collecte le gaz dégagé par la réaction entre le produit testé et l'eau. Le gaz est amené par un tube qui pénètre à l'intérieur de l'appareil, jusqu'au-dessous de la cellule. Celle-ci bascule lorsque le volume de gaz accumulé atteint 3,2 ml et permet au gaz de s'échapper à l'air libre par un autre conduit.

La cellule de mesure est reliée au logiciel d'acquisition « RIGAMO » qui marque un point à chaque basculement. L'appareil dispose également d'un affichage numérique du volume cumulé de gaz comptabilisé au cours du temps.

Pour des raisons d'homogénéité dans le calcul du débit de gaz dégagé au cours des essais, seul le résultat en volume cumulé au cours du temps a été utilisé.

Les essais seront réalisés sur les échantillons « tels quels » pour reproduire les conditions sur site, et légèrement concassés, afin d'obtenir des prises d'essai pouvant être introduites dans les erlenmeyers.

Les essais se sont déroulés au sein de la plateforme sécurisée, thermostatée à 20°C.

Environ 5 g d'échantillon est déposé au fond d'un erlenmeyer de 50 ml en boîte à gants sous argon (l'erlenmeyer est muni d'un bouchon à septum en partie supérieure et d'un film de parafilm pour le raccord au débitmètre) et, sous sorbonne, une quantité de 10 ml d'eau distillée est ajoutée de manière à immerger la substance soumise à essai. Le compteur de gaz MGC-1 est préalablement raccordé à l'erlenmeyer.

Les courbes de suivi du dégagement gazeux de l'échantillon « tel quel » sont reportées ci-après (figures 150 et 151).

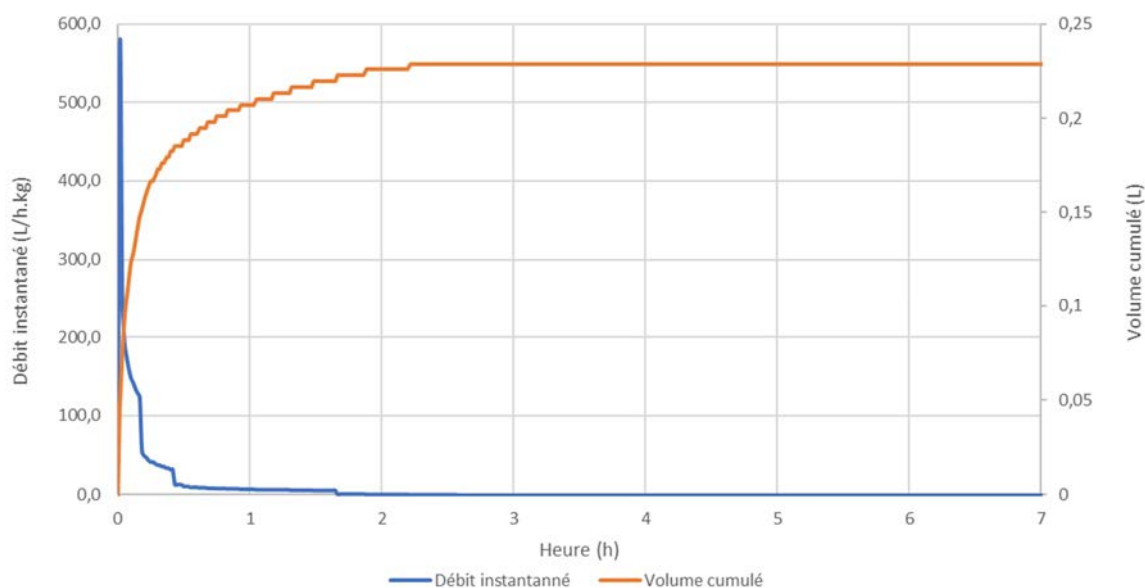


Figure 150 : Evolution du débit de gaz dégagé en fonction du temps lors de la phase 4 de l'épreuve N.5 avec les débitmètres automatiques pour l'échantillon « Tel Quel » – Essai 2

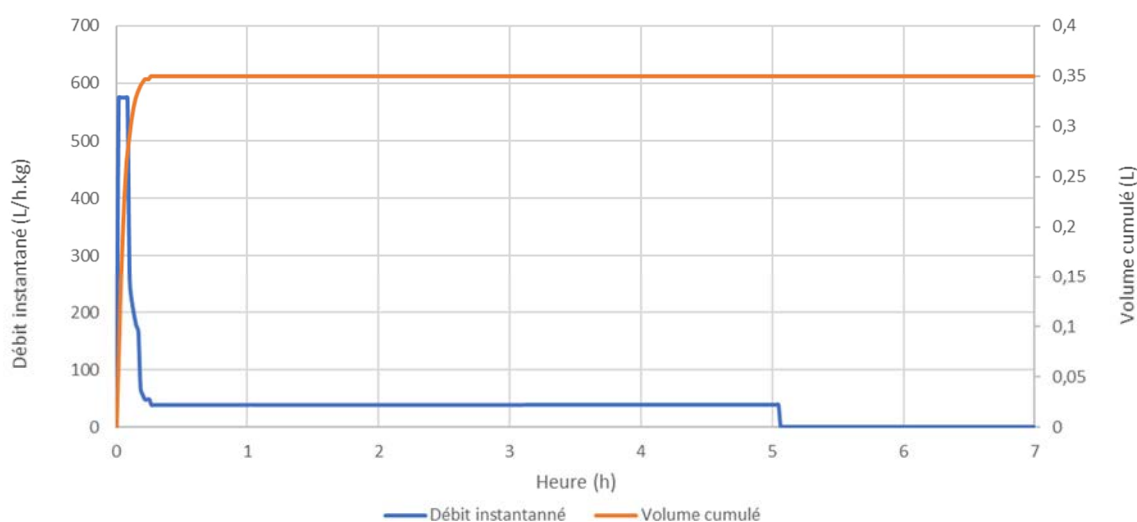


Figure 151 : Evolution du débit de gaz dégagé en fonction du temps lors de la phase 4 de l'épreuve N.5 avec le débitmètre automatique pour l'échantillon « Tel Quel » - Essai 3

Un dégagement de gaz sans inflammation spontanée a été observé au cours de chaque essai et le débit de gaz a plafonné à 576 L/h.kg pendant quelques minutes.

14.4 Analyse des gaz de réaction générés lors de l'ajout d'eau sur l'échantillon

Afin de connaître la nature des gaz formés, un prélèvement a été réalisé dans un sac Tedlar puis identifié par GC/MS. Pour l'analyse de la phosphine, un filtre imprégné (AgNO_3) a été exposé au gaz puis a subi une extraction dans un bain à ultrasons durant 1 h avant que le phosphore soit quantifié par ICP OES.

Ainsi, il ressort qu'une part majoritaire des gaz émis est du dihydrogène (H_2) et que la phosphine (quantifié en équivalent P) est émise dans des quantités 25 fois moindres. La présence d'acétylène n'a pas été recherchée bien qu'elle ait été démontrée par FTIR.

Des traces d'autres espèces ont été détectées sans pouvoir être quantifiées, on citera par exemple : trimethylsilyl fluoride, tetramethyl silane, ethyl phosphine, dimethyl phosphine, trimethyl silanol, acide acétique, hexamethyl disiloxane, n-butyl ether

14.5 Risques liés à l'émission de phosphine

Il a été mis en évidence lors des essais la formation de phosphine en présence d'eau, mais également humidité. Lors d'un essai de sprinklage (30 l/m²/min), le débit de phosphine mesuré est d'environ 0,2 g/m²/s. En supposant de façon prudente que ce taux d'application du sprinklage soit employé sur la moitié de la surface de la cellule et que 100 % de cette surface soit occupée par des résidus de batterie après incendie, le taux d'émission de phosphine serait de 600 g/s.

Afin d'estimer les potentielles conséquences d'une telle émission, celle-ci a été modélisée dans l'outil Phast v9.0 afin d'estimer la distance aux effets toxiques. Le seuil des effets irréversibles (SEI) pour 30 min d'exposition, soit 155 ppm a été utilisé pour représenter les distances atteintes. Le seuil des premiers effets létaux pour une même durée de 30 min, 1395 ppm, est également tracé à titre informatif. Deux classes de vent ont été considérées pour cette représentation, F3 et D5, conformément aux prescriptions de la circulaire du 10/05/2010 pour la modélisation des effets toxiques dans le cadre des études de dangers. Il convient enfin de préciser que, sur la base des observations sur le terrain, la température d'émission de la phosphine est fixée à 100°C.

Les distances d'effets ainsi obtenues sont représentées sur la Figure 152. La distance maximale atteinte par les effets irréversibles au niveau du sol est d'environ 250 m, 65 m pour les effets létaux. En considérant les effets en altitude, la distance aux effets irréversibles atteint 550 m, les effets létaux 120 m environ.

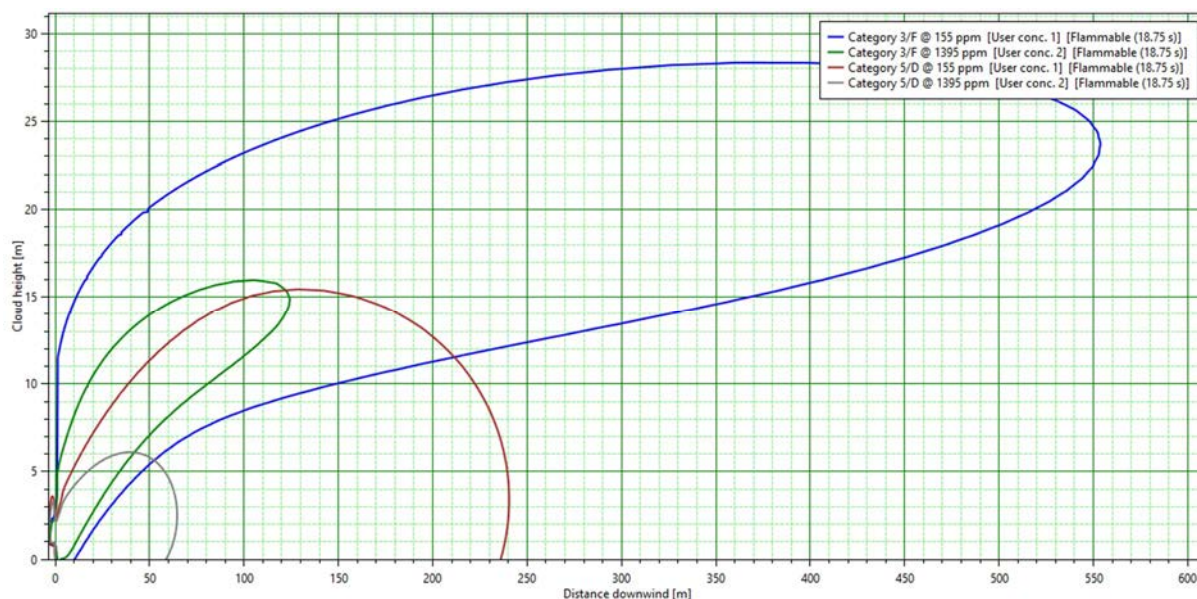


Figure 152 : Vue latérale du panache toxique résultant de l'émission de phosphine, effets irréversibles et premiers effets létaux.

Il est également important de noter que, en l'absence de perception d'une forte odeur aillée, il n'est pas attendu que les seuils effets irréversible soient atteint. En effet, comme l'indique la figure 153¹⁵ le seuil de perception est largement en deçà du seuil d'effet irréversible.

¹⁵ <https://substances.ineris.fr/sites/default/files/archives/7803-51-2-%20--%20Phosphine%20--%20VSTAF-Rapp.pdf>

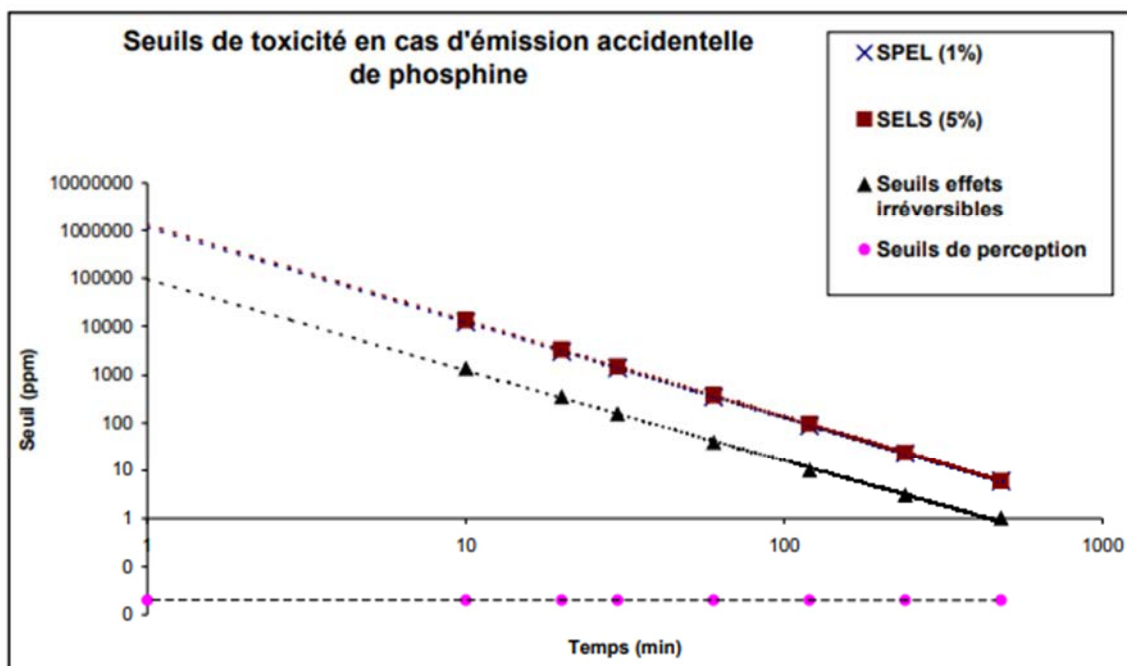


Figure 153 : Seuils de toxicité et de perception de la phosphine

14.6 Conclusions sur la réactivité des résidus

Les essais de détermination de l'hydro réactivité, suivant l'épreuve N.5 du Manuel d'épreuves et de critères de l'ONU (ST/SG/AC.10/11/Rev.8), réalisés sur le résidu de combustion de batteries prélevé « Tel Quel » permettent de conclure que :

- **Un fort dégagement gazeux** a été observé systématiquement pour chaque phase de l'épreuve dans les conditions d'essais, **et une inflammation immédiate et vive des gaz générés a été mise en évidence lors des tentatives d'inflammation à l'aide d'une flamme produite par un brûleur à gaz** (à distance d'environ 30 cm minimum) ;
- Des débits de gaz allant jusqu'à environ 576 L/h.kg en débit maximal sur 1 h ont été mesurés ;
- Le résidu de combustion est donc considéré comme étant hydro réactif au sens de la classification ONU TMD ;
- La distance maximale atteinte par les effets irréversibles au niveau du sol est d'environ 250 m.

15 Caractérisation des résidus

Cette partie a pour but de caractériser les résidus afin de comprendre les mécanismes menant à la formation des gaz observés.

La figure 152 présente les flacons de résidus, stockés en boîte à gants qui seront broyés puis analysés.



Figure 154 : Photographies des résidus prélevés pour analyse

Une analyse DRX a tout d'abord été réalisée sur les résidus de l'essai flux radiant sans que le transfert, ni l'analyse, ne soient réalisées dans des conditions protégées de l'air (ces analyses par DRX ont été sous-traitées à l'UTC). Les résultats de l'analyse sont présentés en figure 153. Sur ce prélèvement les phases principalement identifiées sont le **LFP** (+triphylite LiFePO_4) provenant de la cathode, le quartz (SiO_2) provenant du sable, le **lithiophosphate** (Li_3PO_4) la calcite (CaCO_3) provenant possiblement des parpaings des siporex utilisés comme support. Aucun composé hydro réactif et/ou susceptible d'être à l'origine des émissions gazeuses n'est ainsi détecté, ce qui est plutôt attendu dans la mesure où les poudres analysées devaient être oxydées (avaient réagi) avant l'analyse.

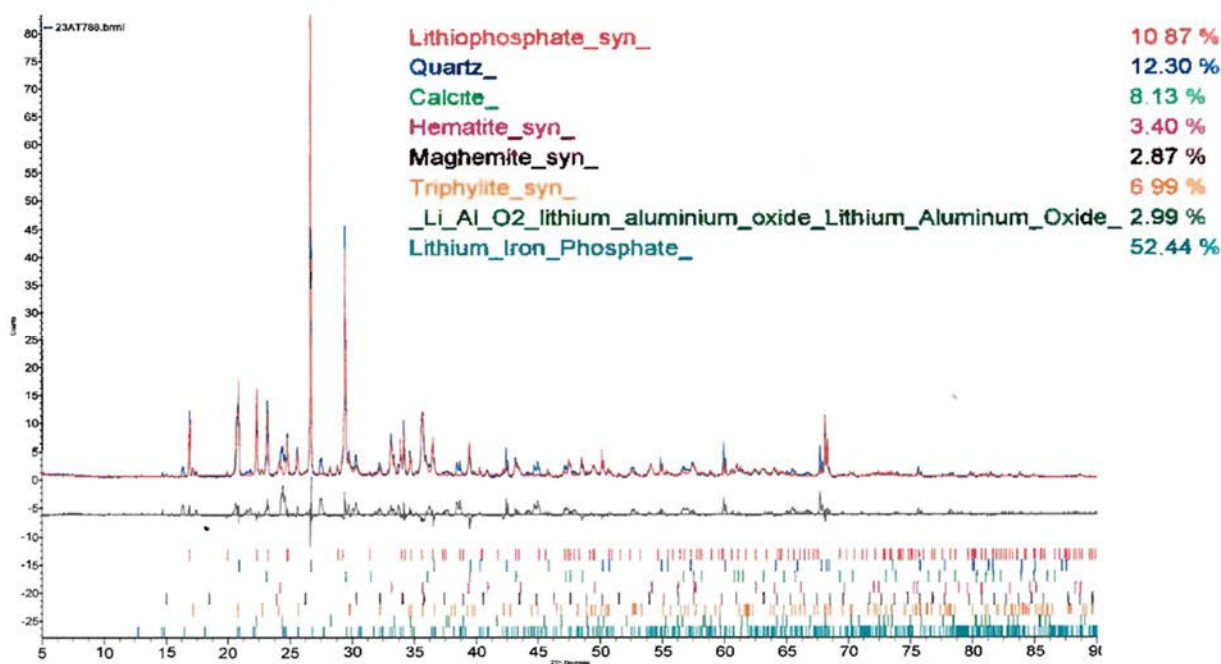


Figure 155 : Analyse DRX des résidus d'un essai compression statique. L'analyse porte sur des résidus plutôt rougeâtres et le transfert et l'analyse ont été réalisés sous air (poudre oxydée)

Pour compléter cette analyse, une seconde analyse a été réalisée sur les résidus identifiés comme étant les plus réactifs parmi le prélèvement réalisé après l'essai de propagation. Cette analyse, dont les résultats sont présentés en Figure 156, a été réalisée en broyant l'échantillon en boîte à gants ($O_2 < 10$ ppm) afin d'éviter son oxydation (contrairement à l'analyse précédente). La poudre ainsi obtenue a ensuite été placée dans un porte échantillon et recouverte d'un film d'adhésif polyimide de marque Kapton (responsable de la bosse aux faibles angles du spectre rayons X représenté en Figure 156). Deux analyses d'un même échantillon ont été réalisées à quelques heures d'intervalle afin d'identifier d'éventuels phénomènes d'oxydation (le film Kapton n'est pas parfaitement étanche sur plusieurs heures) : le spectre « résidus batterie » (ligne noire, Figure 156) a correspond à la première analyse réalisée. Le spectre « résidus batterie 2 » correspond quant à lui à la seconde analyse (ligne rouge, Figure 156).

La matrice composite constituant l'échantillon étant très complexe, les spectres des Figures 155 et 156 montrent de nombreux pics, pouvant être associés à une multitude de composés. Ces analyses ne sont cependant pas suffisantes pour dresser avec certitude une liste exhaustive des composés constituant ces résidus. L'affinement des spectres de DRX par l'UTC suggère la présence de différents composés dans l'échantillon analysé tels que :

- Une possible présence de Li_3P (en particulier, sur la base de la présence d'un pic caractéristique de cette phase à un angle de $2\theta = 42^\circ$). Cette interprétation est cependant questionnable, en particulier du fait de la difficulté à distinguer les autres pics constituant le spectre caractéristique du Li_3P . L'identification de Li_3P peut être envisagée (particulièrement le pic à 42°) ;
- Une possible présence d'alliage aluminium-lithium $LiAl$, suggérée par deux pics à des angles de $2\theta = 40^\circ$ et $2\theta = 24^\circ$;
- Une possible présence de d'aluminate de lithium, indiquée par plusieurs pics situés à des angles tels que $2\theta = 70^\circ$, 33° et 24° .

La comparaison des deux spectres réalisés à quelques heures d'intervalle montre une évolution des pics mesurés au cours du temps, pouvant être le signe d'une réactivité des échantillons avec leur environnement extérieur (mauvaise étanchéité de l'adhésif Kapton). Cependant, l'évolution temporelle de l'intensité de ces pics semble difficile à interpréter du fait de comportements a priori contradictoires des différents pics.

On pourrait en effet s'attendre à ce qu'au cours d'une exposition prolongée à l'air, les poudres s'oxydent, ce qui, du point de vue des spectres de DRX, pourrait se traduire par une diminution progressive des pics attribués à LiAl et une augmentation de ceux attribués à LiAlO₂.

La Figure 156 montre en revanche une diminution importante de l'intensité du pic à $2\theta = 40^\circ$ attribuée à LiAl alors que le pic à $2\theta = 24^\circ$ reste stable. De même, l'intensité des pics à $2\theta = 70^\circ$ et à 33° , attribuée à LiAlO₂ tend à diminuer au cours du temps, tandis que $2\theta = 24^\circ$ reste stable et que celui à 35° tend à augmenter. Enfin, on observe une augmentation de l'intensité des pics associés à LiNiO.

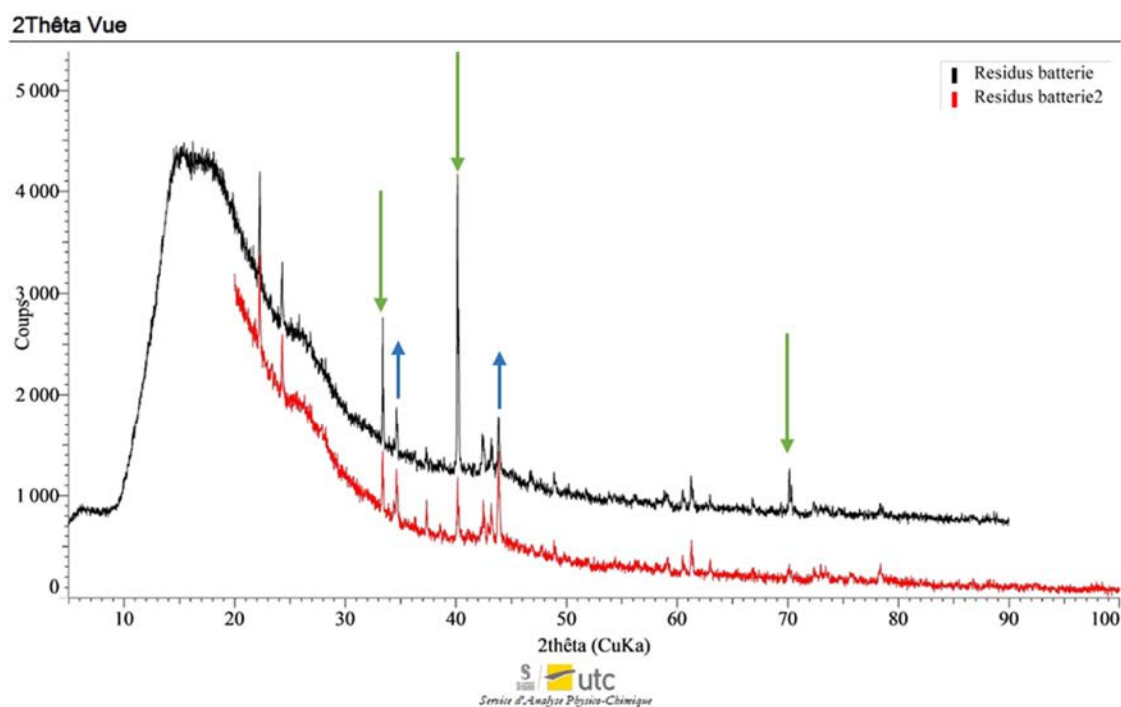
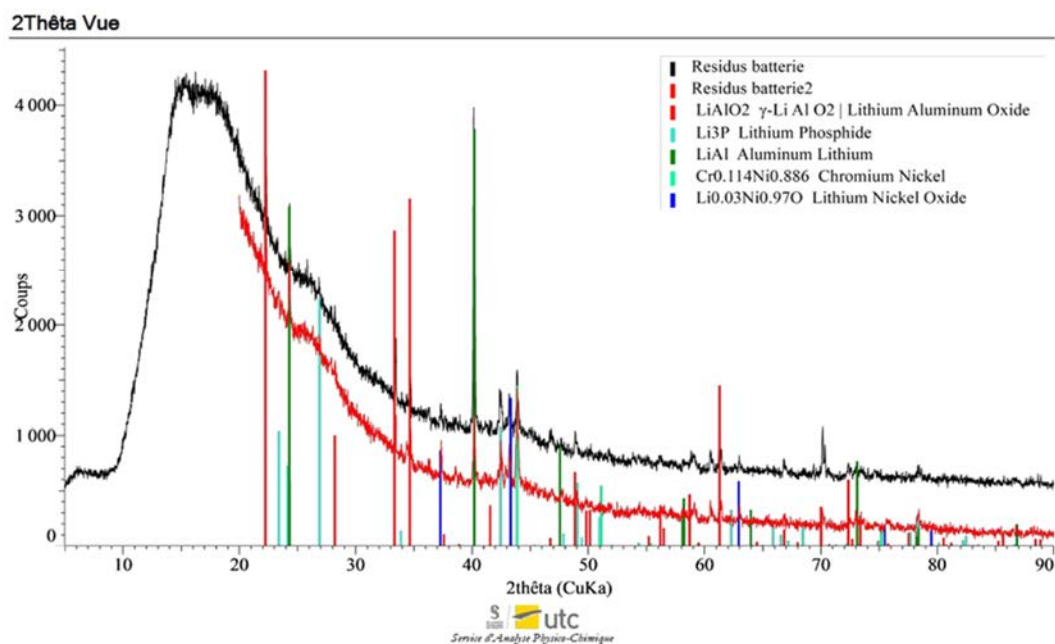


Figure 156 : Analyse DRX des résidus de l'essai feu caisse. L'analyse porte sur un ensemble hétérogène de résidus et le transfert et l'analyse ont été réalisés sans contact avec l'air (protégé par du Kapton)

Afin de compléter l'analyse DRX, une analyse RMN des isotopes ³¹P et ⁷Li a été réalisée à l'ICMCB. Les résidus analysés sont issus de l'essai propagation et ont été préparés par broyage en boîte à gants sous atmosphère inerte et l'analyse s'est faite dans des conditions excluant le contact de l'air.

Les résultats sont présentés en Figure 157. Le spectre du ^{31}P permet d'identifier clairement le Li_3P par le déplacement de raie caractéristique à -270 ppm^{16} . Le spectre du ^7Li confirme la présence de Li_3P et met en évidence la présence d'autres composés lithiés où le Li est proche d'espèces paramagnétiques (Li_xC , $\text{LiFeP}\dots$).

Cette analyse permet aussi d'exclure la présence de Li métallique dans l'échantillon testé.

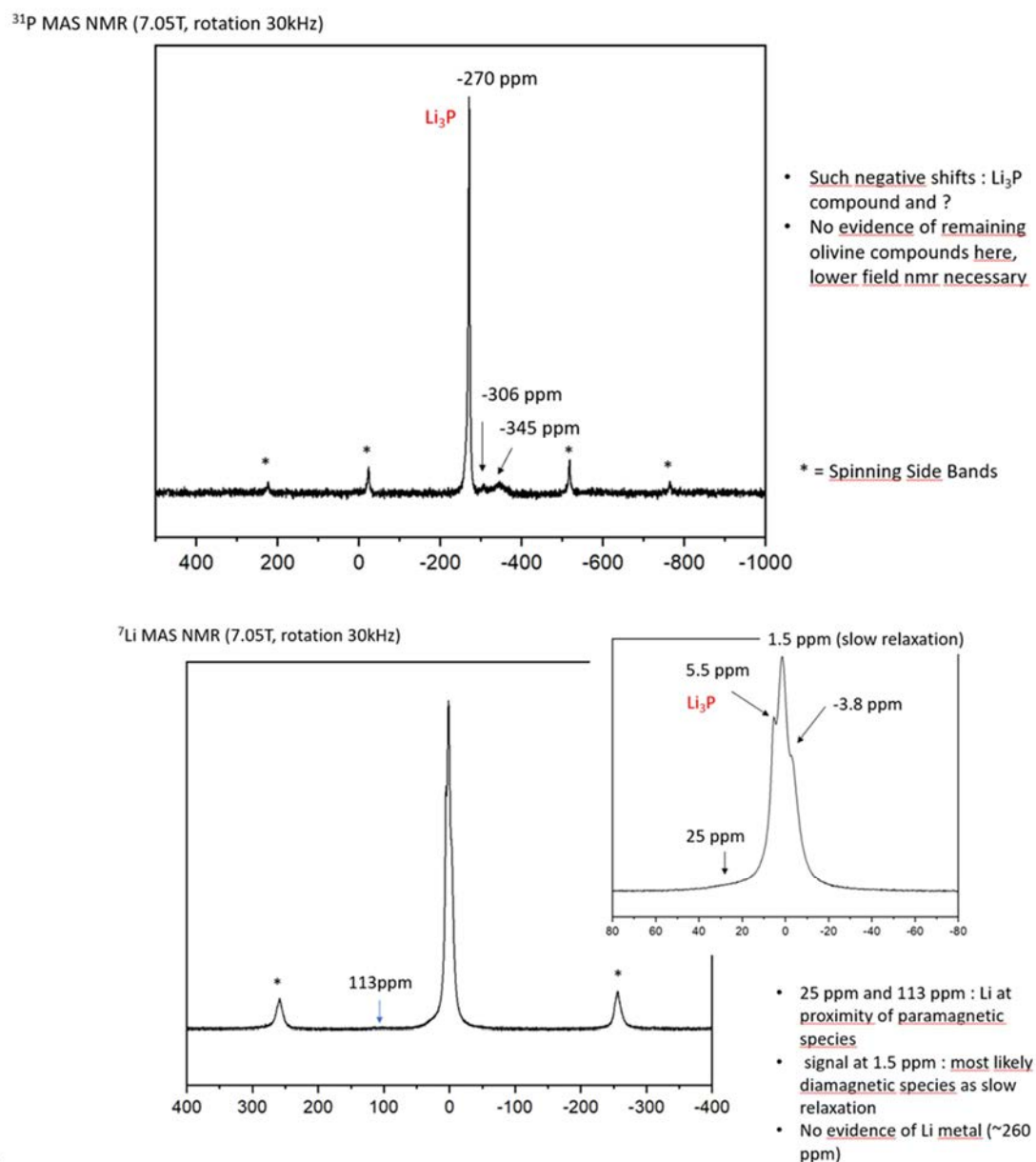


Figure 157 : Analyse RMN d'un ensemble hétérogène de résidus sur le ^{31}P et le ^7Li .
Le transfert et l'analyse ont été réalisés sans contact avec l'air

La mise en évidence d'un environnement diamagnétiques à proximité du Li par l'analyse RMN peut suggérer la présence de phases telles que Li_xC ou LiFeP . Cette analyse a donc été complétée par une analyse Mössbauer du fer dont les résultats sont présentés Figure 158. Cette analyse permet une détermination du degré d'oxydation du fer, et apporte par conséquent davantage d'information sur les composés en présence dans l'échantillon.

¹⁶ Marino, C.; Boulet, L.; Gaveau, P.; Fraisse, B.; Monconduit, L. Nanoconfined phosphorus in mesoporous carbon as an electrode for Li-ion batteries: performance and mechanism. Journal of Materials Chemistry 2012, 22, 22713-22720

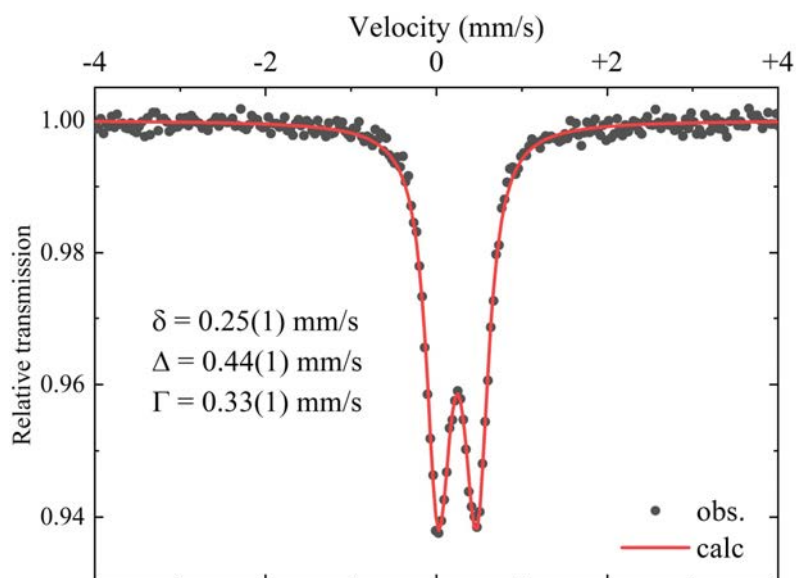


Figure 158 : spectroscopies Mössbauer des résidus d'essais

Ce spectre est constitué d'un unique doublet. Les paramètres hyperfins correspondent à du Fe^{3+} haut spin en site tétraédrique (déplacement isomérique "petit delta" = 0.25 mm/s) dans un environnement relativement symétrique (éclatement quadripolaire "grand delta" = 0.44 mm/s). Ce doublet quadripolaire peut être associé à une phase de type LiFeP^{17} et, de manière certaine, pas à un oxyde ou oxyhydroxyde de fer, un phosphate de fer ou encore une phase de type Fe_3C .

¹⁷ Boyanov, S.; Womes, M.; Jumas, J.-C.; Monconduit, L. 57 Fe Mössbauer study of the electrochemical reaction of Li with FeP_y ($y = 1, 2$). In Proceedings of the ICAME 2007: Proceedings of the 29th International Conference on the Applications of the Mössbauer Effect (ICAME 2007) held in Kanpur, India, 14-19 October 2007, 2009; pp. 1143-1155.

16 Mécanismes réactionnels susceptibles de former de la phosphine

A la lumière des analyses réalisées, ci-dessus, et dans la limite des informations à disposition à ce stade, la caractérisation des résidus permet ainsi de proposer différentes hypothèses de mécanismes de réaction qui pourraient expliquer la formation de la phosphine mesurée dans le ciel gazeux des échantillons exposée à un environnement humide :

- 1- L'excès de $\text{Li}_{(m)}$ fondu à l'anode (température de fusion du Li : 180 °C), en présence d'une atmosphère réductrice (H_2 , CO_2 , CO , ...) et à très haute température ($> 1400^\circ\text{C}$) réduit Li_xFePO_4 en Li_3P et LiFeP (suggéré par RMN et Mössbauer).

En considérant les résultats Mössbauer, cette réduction du FePO_4 de la cathode pourrait se faire en présence de H_2 et de CO et en fonction de la température par l'intermédiaire de la formation de Fe_2P , Fe_3P ou du FeP^{18} . Une partie du FeP peut ensuite interagir avec le Li en excès selon le mécanisme (1) pour former du Li_3P^{19} .



- 2- Au contact de l'eau ou de l'humidité de l'air, le Li_3P réagit pour former de la phosphine selon la réaction (2)

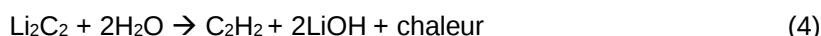


Les analyses présentées en Section 16 n'ont pas permis d'identifier le composé à l'origine de la production d'acétylène. Cependant, en considérant les matériaux composant le module, ainsi que les conditions de combustion (environnement, températures, ...), il est possible de proposer les équations de réaction suivantes :

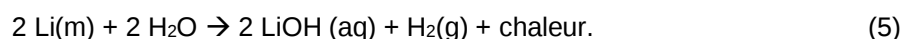
- 1- L'excès de $\text{Li}_{(m)}$ fondu à l'anode réagit avec le CO_2 formé par la réaction de combustion, favorisé par les hautes températures atteintes pour former un carbure de lithium selon la réaction (3)



- 2- Au contact de l'eau ou de l'humidité de l'air, le carbure de lithium réagit pour former de l'acétylène selon la réaction (4)



Enfin, l'inflammabilité du mélange gazeux émis par les résidus de combustion et l'intensité de la combustion pourraient également être liées à la présence importante de dihydrogène mis en évidence au paragraphe 13.4. Malgré l'absence de détection de Li sous forme métallique dans les analyses réalisées, sa présence dans les résidus ne peut pas être écartée. En effet, au contact de l'eau ou de l'humidité de l'air le Li forme du dihydrogène selon la réaction (5)



¹⁸ Ye. Mukhametkhan *et al.*, Complete thermodynamic analysis of the interaction of iron phosphate (FePO_4) with hydrogen (H_2) and carbon monoxide (CO), *Matalurgija* 60, 2021

¹⁹ Boyanov, S.; Bernardi, J.; Gillot, F.; Dupont, L.; Womes, M.; Tarascon, J.-M.; Monconduit, L.; Doublet, M.-L. FeP : another attractive anode for the Li-ion battery enlisting a reversible two-step insertion/conversion process. *Chemistry of materials* **2006**, 18, 3531-3538

17 Conclusion générale

Le 16 janvier 2023, un incendie s'est déclaré au sein d'un entrepôt situé sur la commune de Grand Couronne (76), qui abritait, selon l'exploitant, plusieurs milliers de batteries de véhicules de type Lithium Métal Polymer (LMP).

Suite à l'incendie, le BEA-RI s'est saisi de l'enquête et devant la quasi-absence de données disponibles dans la littérature sur la réactivité des batteries de type LMP, l'Ineris a été missionné pour mettre en œuvre une campagne d'essais permettant de mieux appréhender les modes de défaillance pouvant être à l'origine d'un emballement thermique, les mécanismes de propagation, les effets de la réaction de ces batteries ainsi que l'efficacité des dispositifs de protection. Pour permettre la réalisation d'essais, Blue Solutions a mis à disposition les échantillons nécessaires.

Ce rapport fait état des constats observés lors des essais réalisés lors de la campagne menée à l'INERIS et répond au questionnement de la saisine du BEA-RI en vue :

- **De déterminer, en simulant différents modes d'agression, si des modes de défaillance de modules à température ambiante peuvent être à l'origine d'un emballement thermique**

Les essais sur les modes de défaillance ont permis de conclure sur :

- la possibilité de déclencher un emballement thermique par abus mécanique pouvant correspondre à une chute d'une masse de 40 kg de 5 m ou 280 kg de 6,5 m, selon la face impactée. Les hypothèses d'une chute d'objet sur la caisse, de la chute d'une caisse ou d'un coup de fourche de chariot élévateur semblent être des hypothèses plausibles même s'il faut noter que les modules étant placés dans des caisses carton qui offrent une protection relative aux modules ;
- la possibilité qu'un défaut interne de type court-circuit entre cellules ou interne à certaines cellules constitutives des modules induise un emballement thermique du module. Un essai clou a été réalisé et n'a pas permis le déclenchement de l'emballement thermique d'un EC. Afin de s'affranchir des nombreux paramètres de tests qui auraient pu changer l'issue de l'essai, un test ne simulant non pas le défaut (court-circuit interne) mais les conséquences d'un défaut, c'est-à-dire un échauffement rapide localisé. Un essai de chauffe rapide localisée directement à la surface d'un EC a été réalisé et a permis de créer un emballement thermique de l'ensemble de l'EC qui s'est ensuite propagé à l'EC en série placée dessous. En supposant que cet essai soit représentatif de ce qu'il pourrait se passer en cas de défaut interne, il est donc possible de conclure qu'un défaut interne peut causer l'emballement thermique d'un EC qui se propage ou se serait ensuite propagé au module.

D'autres hypothèses comme le court-circuit externe, un défaut d'étanchéité ou la surdécharge n'ont pas été étudiées car non considérées comme susceptibles d'être la source de départ d'un emballement thermique pour un module à température ambiante en condition de stockage.

- **D'étudier les mécanismes de propagation de l'incendie en tenant compte du mode de stockage utilisé dans l'entrepôt et d'établir sur la base des mesures et des observations réalisées à l'occasion des essais si les modules de batteries peuvent être à l'origine des explosions et des projections constatées lors de l'incendie**

De manière générale, les essais menés ont permis de caractériser le **comportement des batteries LMP** produites par Blue Solutions en situation abusive. Il ressort de l'analyse que :

- Peu de signes avant-coureurs sont observables avant que le module n'entre en réaction violente. La réaction est quasi instantanément très violente ;
- La détermination d'abus maximal tolérable avant l'emballement thermique est compliquée à déterminer car la réaction se produit avec un décalage temporel important par rapport à l'abus. Ce comportement est observé particulièrement lors d'abus mécaniques ;
- Des jets de métal en fusion sont observés dès les premiers instants de la réaction et se poursuivent tout au long de la réaction. Ces jets sont potentiellement une source de propagation de l'incendie et/ou de danger envers les personnes ;

- Des températures très élevées sont observées (1615°C), ce qui, en plus de jouer un rôle important sur le rayonnement et donc la propagation, peut affecter la tenue des structures métalliques ou en béton ;
- Des coulées de métaux/résidus en fusion très chaudes sont observées et restent chaudes plusieurs minutes au sol. Cela favorise la propagation verticale (vers le bas) et horizontale, de la même manière qu'un feu de nappe le ferait en s'étalant au sol.

En complément de ces observations, des valeurs précises concernant les **paramètres de combustion** ont pu être déterminées. L'énergie de combustion spécifique des modules LMP Blue Solutions est supérieure par rapport à ce qui a pu être déjà observé à l'Ineris sur des cellules Li-ion NMC tandis que le débit calorifique spécifique des modules LMP Blue Solutions atteint des valeurs comparables avec ce qui a pu être déjà observé à l'Ineris ou dans la littérature sur des cellules Li-ion NMC. Si l'on compare maintenant ces valeurs à celles observées sur des modules Li-ion de type automobile, le débit calorifique mesuré sur les modules LMP Blue Solutions est également nettement supérieur. Cet écart s'explique à la fois par les propriétés intrinsèques de la technologie et par les choix d'ingénierie faits par Blue Solutions, aboutissant à l'absence de séparation physique entre les éléments du module (7 kWh) qui permettrait de ralentir la propagation et limiter la quantité de matériaux réagissant simultanément.

- **D'évaluer la dangerosité des substances émises, le cas échéant, en les comparant aux substances émises par des feux plus communément rencontrés et déjà documentés**

Lors de la combustion des modules, **des émissions de gaz** importantes sont observées. Le mélange gazeux est en très large majorité composé de CO₂, issu de la combustion intense. Comme autres produits de combustion, du CO est mesuré (en quantité 30 fois inférieure) et du NO est détecté en quantités relativement faibles mais significatives. D'autres gaz et COV plus spécifiques sont détectés, on pourra citer le méthane (CH₄), le fluorure d'hydrogène (HF), le dihydrogène (H₂), le dioxyde de soufre (SO₂) ainsi que des traces de benzène (C₆H₆), de propane (C₃H₈) et parfois de chlorure d'hydrogène (HCl).

Le mélange gazeux observé n'est pas inflammable contrairement à ce qui est parfois le cas avec du Li-ion. Ici, en l'absence d'électrolyte liquide à faible point d'ébullition, un régime de réaction fumigène sans feu violent paraît impossible.

L'aspersion d'eau modifie cependant sensiblement ce mélange gazeux. En effet, s'il reste très largement composé de CO₂, les teneurs en certains gaz inflammables et/ou toxiques (CO, H₂, CH₄) augmentent sensiblement. Certains gaz ne sont plus détectés (HF, SO₂) tandis que de la phosphine (PH₃) a été détectée pour la première fois dans ces conditions. L'extinction à l'eau peut expliquer la formation de ces gaz inflammables et/ou pyrophoriques.

Ces essais ont aussi été l'occasion d'évaluer les **émissions particulaires** émises dans les fumées et à proximité des batteries.

- Dans les fumées, le flux de particules est estimé de 6.10¹⁴ particules/s, au pic de réaction d'un module. Ces particules ont un diamètre "médian" compris entre 81 nm et 190 nm selon les essais. Beaucoup de ces particules sont d'origines organiques (goudron, suies, ...) et une analyse élémentaire des prélèvements sur filtres permet de démontrer un enrichissement marqué en lithium, en phosphore et en fluor ainsi que, dans une moindre mesure, en soufre, fer et aluminium. Une pseudo quantification très approximative permet de donner les ordres de grandeur d'émission de ~290 g de lithium, ~230 g de phosphore et ~60 g de soufre par module.
- A proximité de l'échantillon, les meilleurs traceurs des émissions sont, de loin, le lithium et le fluor. Des traceurs organiques de type PCB et PCDD/F peuvent être identifiés. On pourra retenir les PCB 126 et, dans une moindre mesure 157 et 169 et le 2,3,7,8 TCDF. Les analyses révèlent également l'absence de HAP.

- **D'évaluer le rôle du système d'extinction automatique**

Lors de cette campagne, des essais ont été réalisés visant à évaluer l'efficacité et les conséquences d'une extinction à l'eau d'un feu naissant (deux ou trois modules en emballement). Nous concluons que le sprinklage a permis de ralentir la propagation entre caisses superposées sans toutefois l'empêcher. Le sprinklage a aussi pu avoir un impact positif sur la propagation horizontale au sein d'une même caisse puisqu'il a permis d'arrêter la propagation entre modules au sein de la caisse. Les essais réalisés ne permettent pas de conclure formellement sur la possibilité de propagation vers une caisse située au-dessous de la caisse en emballement mais les coulées de métal en fusion restant plusieurs dizaines de minutes à plus de 1000 °C laissent penser qu'une propagation rapide aura lieu.

L'extinction à eau, semble donc pouvoir être recommandée sur ce type de feu. Même s'il est clair que cela ne permettra pas d'éteindre un module en cours de réaction, si elle intervient dans les premiers instants, qu'elle est correctement dimensionnée et que les caisses sont disposées dans une configuration propice (empilement par deux comme ici testé par exemple), elle peut permettre de limiter la propagation de l'incendie. Si elle intervient dans un délai plus long, l'arrêt de la propagation ne peut pas être garantie par les essais réalisés mais elle sera vraisemblablement bénéfique en ralentissant la propagation, diminuant le débit calorifique et refroidissant les alentours. Il y a cependant des contreparties à prendre en compte : la projection de métal en fusion ; la production de gaz toxiques et inflammable (CO, H₂, ...).

Aussi une fois la phase intense de l'incendie terminée il faut limiter les apports d'eau car ceux-ci contribuent à entretenir la réaction des résidus de combustion des batteries qui sont hydro réactifs et émettent des gaz toxiques et inflammables. Aussi, il est recommandé de retenir les eaux d'extinction qui sont contaminées.

- **D'évaluer, au besoin par comparaison avec d'autres types de feu connus et documentés, l'efficacité des dispositifs de protection incendie communément utilisés dans le domaine de la logistique (mur REI, dispositif de désenfumage)**

Ces conclusions, transposées à des conditions de stockage en entrepôt montrent que les distances d'effets associées à l'incendie d'un tel entrepôt atteindraient des valeurs jusqu'à 5 fois celles observées sur des entrepôts de produits courants. Elles montrent également que la tenue mécanique des murs REI120 serait compromise en cas de stockage de palettes à proximité du mur (quelques mètres) au regard des températures atteintes (de l'ordre de 1400 °C). Le débit calorifique de l'incendie atteindrait des valeurs très importantes (plusieurs dizaines de GW pour des durées d'incendie limitées (possiblement inférieure à 1 h).

- **De préciser au regard des résultats obtenus en matière d'analyse si les moyens de protection utilisés en phase accidentelle (y compris dans les dernières heures d'extinction) permettent de protéger convenablement les intervenants**

Afin de préciser si les moyens de protection utilisés dans les dernières heures d'extinction permettent de protéger convenablement les intervenants et après des observations préliminaires de réactivité des résidus d'essais, des essais de détermination de l'hydro réactivité, suivant l'épreuve N.5 du Manuel d'épreuves et de critères de l'ONU (ST/SG/AC.10/11/Rev.8) ont été réalisés sur le résidu de combustion de batteries prélevé « Tel Quel » et permettent de conclure que :

- **Un fort dégagement gazeux** a été observé systématiquement pour chaque phase de l'épreuve dans les conditions d'essais, **et une inflammation immédiate et vive des gaz générés a été mise en évidence lors des tentatives d'inflammation à l'aide d'une flamme produite par un brûleur à gaz** (à distance d'environ 30 cm minimum) ;
- **Des débits de gaz allant jusqu'à environ 576 L/h.kg en débit maximal sur 1 h ont été mesurés ;**
- **Le résidu de combustion est donc considéré comme étant hydro réactif.**

Cette réactivité conduisant à des émissions de chaleur et de gaz toxique/inflammable/pyrophorique que sont l'acétylène (C_2H_2), la phosphine (PH_3) et probablement le dihydrogène (H_2). Cette réactivité est expliquée par la présence de Li_3P , de Li_2C_2 et de lithium métal dans les résidus. Ceci rend, dans les derniers moments de l'extinction, et plus généralement la gestion post accidentelle complexe et **nécessitant une protection adéquate de intervenants**.

Enfin cette étude connaît certaines limitations et d'autres études pourraient être nécessaires afin de mieux définir les conditions de stockages optimales de ces modules. L'ensemble des modules testés étaient complètement chargés (SOC 100 %) or il est reconnu qu'une réduction de l'état de charge permet de diminuer la réactivité des batteries Li-ion, l'influence de l'état de charge pour des batteries Li-métal reste à déterminer. Les essais de cette campagne ont eu lieu à température ambiante. Etudier l'effet d'une réduction de température sur la possibilité de ces modules à réagir et sur les possibilités de propager revêt un intérêt, d'autant plus que des dérogations au transport pour des modules endommagés ont été émises sous cette condition.

Nous noterons aussi la possibilité d'extrapolation de certains de ces résultats à d'autres batteries contenant du Li-métal à l'anode, ce qui semble être l'option favorisée par les constructeurs automobiles dans leurs feuilles de route à l'horizon 2035, particulièrement dans le cas des batteries dites tout solides.

18 Annexes

Liste des annexes :

- Annexe 1 : Courriel de demande du BEA-RI – 1 page ;
- Annexe 2 : Méthodes expérimentale – 6 pages ;
- Annexe 3 : Protocole de chauffe rapide localisée – 3 pages ;
- Annexe 4 : Méthode de mesure du débit calorifique et de la chaleur de combustion – 2 pages.

Annexe 1 : Courriel de demande du BEA-RI – 1 page

Mission conjointe BEA-RI - INERIS

Le BEA-RI a décidé le 17/01/2023 d'ouvrir une enquête sur l'évènement survenu le 16/01/2023 au sein de l'entreprise SAS HIGHWAY France Logistics située à Grand-Couronne (76).

Deux enquêteurs du BEA-RI se sont rendus sur site. Selon les premiers éléments de l'enquête, l'incendie qui s'est produit semble avoir mis en cause des modules de batteries de type LMP.

Dans la continuité des constats dressés lors de cette visite, nous souhaiterions mobiliser l'expertise de l'INERIS, dans le cadre de sa coopération avec le BEA-RI, pour évaluer le rôle qu'aurait joué ces modules dans l'occurrence et le développement de l'incendie.

En pratique, il est demandé à l'INERIS de réaliser des essais sur des modules ou sur des cellules électrochimiques en vue :

- De déterminer, en simulant différents modes d'agression, si des modes de défaillance de modules dit à température ambiante peuvent être à l'origine d'un emballement thermique ;
- D'étudier les mécanismes de propagations de l'incendie en tenant compte du mode de stockage utilisé dans l'entrepôt et d'évaluer le rôle du système d'extinction automatique.
- D'établir sur la base des mesures et des observations réalisées à l'occasion des essais si les modules de batteries peuvent être à l'origine des explosions et des projections constatées lors de l'incendie
- D'évaluer, au besoin par comparaison avec d'autres types de feu connus et documentés, l'efficacité des dispositifs de protection incendie communément utilisé dans le domaine de la logistique (mur REI, dispositif de désenfumage);
- D'évaluer la dangerosité des substances émises, le cas échéant, en les comparant aux substances émises par des feux plus communément rencontrés et déjà documentés ;
- De préciser au regard des résultats obtenus en matière d'analyse si les moyens de protection utilisés en phase accidentelle (y compris dans les dernières heures d'extinction) permettent de protéger convenablement les intervenants.

Ces essais seront réalisés à partir d'éléments qui auront été récupérés par le BEA-RI auprès de l'industriel.

Nous souhaiterions pouvoir disposer de vos conclusions au travers d'un rapport (au format pdf) selon un calendrier qui sera défini entre vos équipes et les enquêteurs en charge de l'affaire.

Fait à la Défense, le 22/05/2024
Laurent Olivé

Annexe 2 : Méthodes expérimentales – 6 pages

Static crush Y

Essai le 11/10/2023					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Capteur force presse	HBM	U10M	500 kN	0,50%	10/01/2022
Enregistrement force	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023
Capteur de position presse	MTS	Tempsonics GP	1000 mm	0,50%	10/01/2022
Enregistrement position	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX403B 9E500AFF1 M-A2-20151	±100 V	±0,1%	01/08/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	660°C	10%	28/11/2022 (note 1)
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température	HBM	MX1609 9E500154E M-A2-20017	-100/+1300°C	±0,72 °C	03/02/2023
Mesure Flux radiatif	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m ² continue 50 kW/m ² crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement flux	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023

Static crush Z

Essai le 23/10/2023					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Capteur force presse	HBM	U10M	500 kN	0,50%	10/01/2022
Enregistrement force	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023
Capteur de position presse	MTS	Tempsonics GP	1000 mm	0,50%	10/01/2022
Enregistrement position	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX403B 9E500AFF1 M-A2-20151	±100 V	±0,1%	01/08/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	660°C	10%	28/11/2022 (note 1)
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température	HBM	MX1609 9E500154E M-A2-20017	-100/+1300°C	±0,72 °C	03/02/2023
Mesure Flux radiatif	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m ² continue 50 kW/m ² crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement flux	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023

Nail

Essai le 27/10/2023					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Capteur force presse	HBM	U10M	500 kN	0,50%	10/01/2022
Enregistrement force	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023
Capteur de position presse	MTS	Temposonics GP	1000 mm	0,50%	10/01/2022
Enregistrement position	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±10 V	0,10%	03/02/2023
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX403B 9E500AFF1 M-A2-20151	±10 V	±0,1%	01/08/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	660°C	10%	28/11/2022 (note 1)
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température	HBM	MX1609 9E500154E M-A2-20017	-100/+1300°C	±0,72 °C	03/02/2023

Chaufte localisée module

Essai le 29/11/2023					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Mesure et enregistrement tension	Hioki	LR8532 230108388 M-A2-21897	±100 V	±0,2%	10/01/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	660°C	10%	28/11/2022 (note 1)
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température TC	Hioki	LR8532 230108389 M-A2-21896	0/+1350°C	±1 °C	10/01/2023
Mesure température Pyro	Pyrospot	DGR 10N	400-1600°C	10%	non étaloné (note 1,4)
Enregistrement température Pyro	Hioki	LR8532 230108388 M-A2-21897	±10 V	±0,2%	10/01/2023
Mesure des flux radiatifs	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m² continue 50 kW/m2 crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement des flux	Hioki	LR8532 230108388 M-A2-21897	±10 V	±0,2%	10/01/2023

Chaufte localisée cellule

Essai le 16/04/2024					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	09/04/2024
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température	HBM	M1609KB 9E5001426 M-A2-20019	-100/+1300°C	±0,72 °C	08/04/2024

Flux radiatif

Essai le 23/11/2023					
Équipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Étalonnage
Mesure et enregistrement tension	Hioki	LR8532 230108388 M-A2-21897	±100 V	±0,2%	10/01/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	660°C	10%	28/11/2022
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA
Enregistrement température TC	Hioki	LR8532 230108389 M-A2-21896	0/+1350°C	±1 °C	10/01/2023
Mesure température Pyro	Pyrospot	DGR 10N	400-1600°C	10%	non étalonné (note 1, 4)
Enregistrement température Pyro	Hioki	LR8532 230108388 M-A2-21897	±10 V	±0,2%	10/01/2023
Mesure des flux radiatifs	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m ² continue 50 kW/m ² crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement des flux	Hioki	LR8532 230108388 M-A2-21897	±10 V	±0,2%	10/01/2023

Feu caisse

Essai le 22/03/2024					
Équipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Étalonnage
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±100 V	±0,1%	03/02/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	300-2000°C	10%	22/12/2023
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 1)
Enregistrement température TC	HBM	M1609KB 9E5013096 M-A2-20173	-100/+1300°C	±0,72 °C	03/02/2023
Mesure température Pyro	Pyrospot	DGR 10N	400-1600°C	10%	non étalonné (note 1, 4)
Enregistrement température Pyro	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	31/01/2023
Mesure des flux radiatifs	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m ² continue 50 kW/m ² crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement des flux	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	31/01/2023
Masse	NC	NC	5T	±5%	Avant chaque essai (note 5)

Propagation

Essai le 07/03/2024					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±100 V	±0,1%	03/02/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	300-2000°C	10%	22/12/2023 (note 1)
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température TC	HBM	M1609KB 9E5013096 M-A2-20173 M1609KB 9E5001426 M-A2-20019 M1609KB 9E500F127 M-A2-20161	-100/+1300°C	±0,72 °C	03/02/2023 31/01/2023 31/01/2023
Mesure température Pyro	Pyrospot	DGR 10N	400-1600°C	10%	non étalonné (note 1, 4)
Enregistrement température Pyro	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	31/01/2023
Mesure des flux radiatifs	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m ² continue 50 kW/m ² crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement des flux	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	31/01/2023
Masse	NC	NC	5T	±5%	Avant chaque essai (note 5)

Feu caisse + sprinklage

Essai le 16/04/2024					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±100 V	±0,1%	09/04/2024
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	300-2000°C	10%	22/12/2023 (note 1)
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température TC	HBM	M1609KB 9E5013096 M-A2-20173	-100/+1300°C	±0,72 °C	09/04/2024
Mesure température Pyro	Pyrospot	DGR 10N	400-1600°C	10%	non étalonné (note 1, 4)
Enregistrement température Pyro	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	09/04/2024
Mesure des flux radiatifs	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m ² continue 50 kW/m ² crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement des flux	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	09/04/2024
Masse	NC	NC	5T	±5%	Avant chaque essai (note 5)

Propagation + sprinklage

Essai le 04/04/2024					
Equipement	Fournisseur	type / ref	gamme de mesure	précision de la mesure	Etalonnage
Mesure et enregistrement tension	HBM	MX840 9E5001C9B M-A2-20014	±100 V	±0,1%	03/02/2023
Température caméra IR	FLIR	A655sc 55008205	300-2000°C	10%	22/12/2023 (note 1)
Mesure température	Correge	Thermocouples type K conforme classe 1	-200-1100°C	1,5°C	NA (note 2)
Enregistrement température TC	HBM	M1609KB 9E5013096 M-A2-20173 M1609KB 9E500F127 M-A2-20161	-100/+1300°C	±0,72 °C	03/02/2023 31/01/2023
Mesure température Pyro	Pyrospot	DGR 10N	400-1600°C	10%	non étaloné (note 1, 4)
Enregistrement température Pyro	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	31/01/2023
Mesure des flux radiatifs	Captec	Capteur flux radiatif 50x50	25 kW/m ² continue 50 kW/m ² crête	5%	NA (note 3)
Enregistrement des flux	HBM	MX1601B 9E50061F1 M-A2-20145	±10 V	±0,2%	31/01/2023
Masse	NC	NC	5T	±5%	Avant chaque essai (note 5)

Note 1 : L'incertitude sur la valeur de température vient plutôt de la méconnaissance de l'émittance qui dans cette étude a été fixée à 0,95. L'émittance théorique maximale étant de 1, les valeurs données dans l'étude sont vraisemblablement minorantes. On estime ainsi une précision de la mesure de l'ordre de 10 %.

Note 2 : Acheté conforme, classe 1 utilisée pour 1 seul essai.

Note 3 : Livré calibré, utilisé moins de 1 an ou dès qu'exposé à un flux trop élevé (valeur crête dépassée).

Note 4 : L'incertitude des valeurs relevées par le pyromètre est de 0,5 % + 1 K.

Note 5 : Contrôle avec une masse étalon de 20 kg. Utilisée pour estimer la perte de masse et non pas la masse de l'échantillon.

Pour l'ensemble des essais :

- Analyse de gaz en continu :

Le prélèvement est fait selon les règles de l'art et compatible avec la norme ISO 19702, incluant notamment une température de 180°C pour la ligne de prélèvement (filtration et ligne de transfert).

D'après notre expérience, la répétabilité des mesures de gaz, en tenant compte de l'échantillonnage et de l'analyse pour ce type de mesure, est de l'ordre de 5 à 15 % selon le gaz. Pour le HF et certains carbonates, malgré les précautions prises pour limiter la perte de signal, en raison de sa forte réactivité, une partie du signal peut être perdue dans la ligne d'échantillonnage et le filtre, ce qui peut entraîner une sous-estimation supplémentaire.

- o FTIR Nicolet IS50, cellule chemin optique 2 m, volume 200 ml. Gamme spectrale 650-4200cm⁻¹, l'analyse se fait aussi à cette température. Etalonnage de chaque gaz sur un minimum de 5 points sur la gamme d'analyse. Pour les gaz n'ayant pas une réponse linéaire, le nombre de points peut être conséquent (jusqu'à 40 valeurs par ex) pour ne pas rajouter d'erreur de linéarisation pendant l'étalonnage.

Les différentes concentrations d'étalonnage sont produites par dilution d'un mélange gazeux étalon ou par génération de vapeurs via une valise de calibration (cas des substances liquides à température ambiante).

- o O₂ : Analyseur Servomex avec cellule paramagnétique – modèle Xentra 4100.
- o CO/CO₂ : Analyse par technique NDIR – Siemens Ultramat23 et Servomex Xentra 4100.
- o HCT : Analyseur par technique FID (flame ionisation detector) de marque JUM modèle 3-800.
- o H₂ : Spectromètre de masse INFICON modèle LDS3000.

L'ensemble de ces analyseurs (hormis le FTIR) est contrôlé à l'aide de mélange gazeux étalons avant chaque essai. (CO/CO₂/O₂, H₂ et propane (analyseur FID). Une redondance entre la mesure de CO et CO₂ entre les analyseurs et le FTIR permet également un contrôle de la cohérence des mesures.

- Calorimétrie OC et CGD :

En plus des 5 à 10 % d'erreurs sur la mesure des gaz (O₂, CO₂, CO), sur ce type d'incendie et à cette échelle, notre estimation de la précision du taux de dégagement de chaleur prévisible se situe entre 15 % et 20 %²⁰. O. Willstrand *et al.* estiment quant à eux une incertitude inférieure à 10 % pour des batteries Li-ion²¹ et précisent que l'erreur va dans le sens de la sous-estimation. Ces valeurs sont cohérentes avec des techniques similaires de calorimétrie de feu, où la charge de feu est en grande partie inconnue ou variable dans le temps²². Outre cette précision intrinsèque, dans le cas d'un incendie de batterie, la perte de chaleur due à un processus électrique (chauffage par effet joule) ou chimique (décomposition exothermique du sel et d'autres composants inorganiques) ne peut pas être prise en compte dans le calcul et peut représenter jusqu'à 1/3 de l'énergie thermique totale libérée en supplément²³.

Il est vrai que le cas des feux de métaux est particulier mais, le Li-métal représente moins de 10 % de la masse d'un module, l'impact sur la mesure globale reste limité et aucune méthode de calorimétrie exploitable à grande échelle ne permet, à notre connaissance, de prendre en compte la contribution du feu de métal au dégagement d'énergie.

Le choix de préférer d'exploiter les résultats obtenus par la méthode OC par rapport à CDG est justifié par la moindre variation de coefficients selon le combustible et par le fait que la combustion du Li n'émet pas de carbone mais consomme de l'oxygène. Willstrand *et al.* abondent dans ce sens dans "Fire safety journal" en 2024 : « Les variations relativement faibles du dégagement de chaleur par unité de masse d'oxygène consommée pour différents combustibles rendent cette méthode largement acceptée pour les mesures du HRR lors d'essais au feu. Une méthode similaire, la calorimétrie de génération de dioxyde de carbone (CDG), est basée sur la production de CO₂ au lieu de la consommation d'O₂. Cependant, le dégagement de chaleur par unité de masse de CO₂ produit varie comparativement plus entre les différents combustibles ».

- - Pour les eaux d'extinction, gaz et les particules en discontinu : sauf exception, ces mesures ne sont pas utilisées en quantitatif mais en qualitatif et comme identification de traceurs.

Les LQ sont précisées dans le rapport.

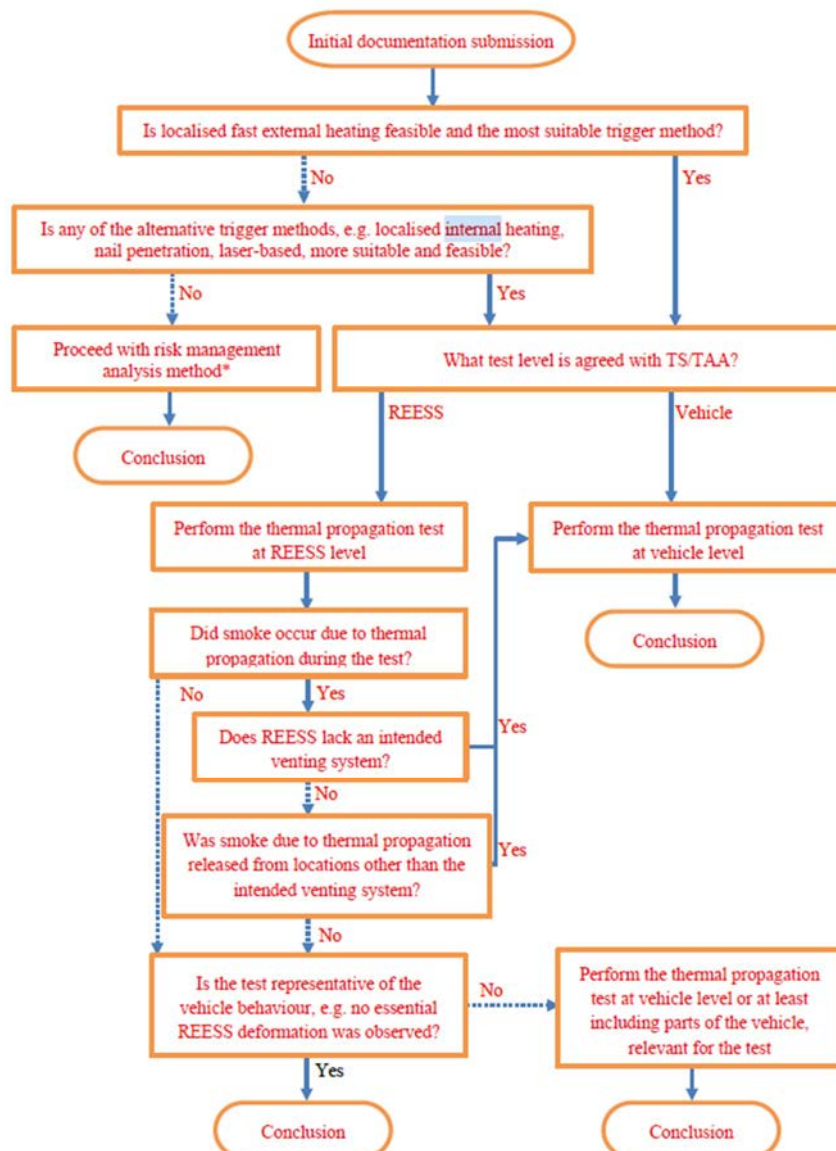
-
1. S. Brohez C. Delvosalle G. Marlair A. Tewarson in Proceedings of the 13th International Congress of Chemical and Process Engineering (2nd Symposium on Environmental and Safety Engineering, CHISA 98), Paper. 12 (Citeseer).
 2. Ola Willstrand, Mohit Pushp, Haukur Ingason, Daniel Brandell ; Uncertainties in the use of oxygen consumption calorimetry for heat release measurements in lithium-ion battery fires, Fire Safety Journal, 2024
 3. R. Bryant, M. Bundy, the NIST 20 MW Calorimetry Measurement System for Large-fire Research (NIST Technical Note TN 2077) National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD (2019)
 4. R.E. Lyon, R.N. Walters Energetics of lithium ion battery failure J. Hazard. Mater., 318 (2016), pp. 164-172, [10.1016/j.jhazmat.2016.06.047](https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2016.06.047)

Annexe 3 : Protocole de chauffe rapide localisée – 3 pages

Extraits de la série 05 du R100, adoptée en GRSP en décembre 2024

"6.15. Thermal propagation.

For a REESS containing flammable electrolyte or alkali metal anodes, the vehicle occupants shall not be exposed to any hazardous environment caused by thermal propagation which is triggered by an internal short circuit leading to a single cell thermal runaway. To ensure this, the requirements of paragraphs 6.15.1. and 6.15.2. shall be satisfied in accordance with the verification procedure described in paragraph 6.15.3.⁴



"Annex 9K

Thermal Propagation Test

1. Purpose

The purpose of the thermal propagation test is to ensure occupant safety in a vehicle when a forced thermal runaway of a cell in the REESS is triggered/initiated. The phenomena of forced thermal runaway simulate a severe thermal event caused by an internal short circuit.

Annex 9K – Appendix 1

Thermal Runaway ~~Trigger Initiation~~ Method with a Localized Rapid External Heater

1. Preparation of the Tested-Device

- 1.1. The feed-through installation of the selected heating element and measuring sensors should only modify the REESS by allowing the necessary electrical and thermocouple connections. These connections must provide greater sealing integrity than the other REESS connectors.
- 1.2. The selected heating element shall not be in direct contact with any surface of the components in the Tested-Device other than the initiation cell. Close thermal contact between the heating element and the surface of the initiation cell is important for the success of this method. Thermal contact between the heating element and initiation cell may be improved through various methods (e.g. avoid air gaps, add a heat transfer paste and apply pressure, which should be maintained throughout the test).
- 1.3. Examples of potential heater application methods are shown in Figure 1: the method used depends on the design of the REESS or REESS subsystem. Maintain a contact pressure for the heating element on the initiation cell during the test to ensure contact and optimal heat transfer, see Figure 1.

Figure 1
Methods of Applying Pressure on the Heating Element to Maintain Heating Element Contact with the Initiation Cell Throughout the Test for Different Cell Types

(a) REESS with large spaces between the cells



Key

- Heating element
- ▨ Heat transfer paste
- ▩ Ceramic paper/foam
- Wire or high-temperature tape

Table 1
Heater Device Selection Guide: Target Parameters

<i>Parameter</i>	<i>Value</i>	<i>Rationale</i>
Heater device material	A suitable resistive heating material, e.g. nickel-chrome, with an isolating barrier	Achieve high temperatures and prevent element failures. Isolating materials may include alumina, ceramic, or fiberglass.
Thickness	<5 mm	Minimize effect of heater on REESS. Some REESS designs may require a thinner heating element.
Area	As small as possible, but no larger than 20 per cent of the surface area of the targeted face of the initiation cell	Concentrate heat on the smallest feasible area of the cell surface. Largest cell surface should be used, if possible
Heating rate	≥ 15 °C/s	Similar to heating rates observed within thermal runaway conditions. ^a
Maximum temperature	At least 100 °C larger than the maximum operating temperature	Heater shall maintain integrity and take into account temperature deviations from heater element to thermocouple. ^b
Control method	Thermostatic closed loop	Avoids undesirable test results, such as heating element burnout, elevated heating element temperature, battery cell sidewall ruptures due to high element temperatures. ^c

Annexe 4 : Méthode de mesure du débit calorifique et de la chaleur de combustion – 2 pages

Il est d'usage depuis le début des années 80 de mesurer le débit calorifique des incendies (ou puissance thermique dégagée, ou HRR en anglais pour heat release rate) par des méthodes dites de calorimétrie incendie, basées sur les bilans matières effectués sur les gaz émis en s'appuyant sur les lois de la thermochimie qui permettent de relier l'énergie théorique dissipée et la consommation ou production d'espèces chimiques associées à une combustion :

- a) calorimétrie basée sur la consommation d'oxygène, méthode dite OC (Oxygen consumption) : il a été démontré (principe de Thornton) que pour la plupart des matières combustibles carbonées, la consommation d'1 kg d'O₂ correspond à la production de 13,1 MJ d'énergie : ce facteur calorimétrique est un coefficient moyen, et en pratique on tient compte des pertes liées aux émissions de composés imbrûlés (CO notamment) et d'autres facteurs de correction ;
- b) le principe CDG (Carbon dioxyde production) permet de relier cette même grandeur (HRR) aux débits de production d'oxydes de carbone (CO + CO₂).

Ces méthodes permettent de s'affranchir des contraintes liées à l'établissement d'un bilan thermique conventionnel (mesures des différentes pertes par convection, conduction et rayonnement), quasiment impossible en pratique à appliquer dans un essai feu.

Les études publiées sur le niveau de précision de ces méthodes alternatives fait valoir des précisions variables allant de +/-5% pour des feux "simples" (ex. feu de nappe de solvant) menés sur appareillages de laboratoire (calorimètre de Tewarson, échelle 10 à 100 g) à des précisions de l'ordre de 15/18 % sur des feux complexes, tridimensionnels (cas présent) ou des expérimentations à grande échelle (échelle de 10 kg à 1000 kg).

La détermination du débit calorifique (HRR) ne préjuge donc pas du mode de transfert thermique de la chaleur dégagée par unité de temps ; les pertes par conduction sont généralement négligeables dans les scénarios pris en compte en ingénierie du feu.

Dans le cadre de l'essai réalisé, le HRR a été calculé en utilisant la méthode b), suivant le principe CDG selon l'équation (1) suivante :

$$\dot{q}_{CDG} = E_{CO_2} (\dot{m}_{CO_2} - \dot{m}_{CO_2}^0) + E_{CO} \dot{m}_{CO} \quad (\text{éq. 1})$$

Avec :

$\dot{q}_{CDG}$: débit calorifique ou heat release rate (kW ou kW/m²),

$\dot{m}_{CO_2}^0$: débit massique de production de CO₂ initial (g/s),

$\dot{m}_{CO_2}$: débit massique de production de CO₂ au cours de la combustion (g/s),

$\dot{m}_{CO}$: débit massique de production de CO au cours de la combustion (g/s),

E_{CO_2} : quantité d'énergie libérée par unité de masse de CO₂ générée = 13,3±11% kJ/g de CO₂²⁴,

E_{CO} : quantité d'énergie libérée par unité de masse de CO générée = 11,1±18% kJ/g de CO.

²⁴ Biteau, H., et al., *Calculation Methods for the Heat Release Rate of Materials of Unknown Composition*. Fire Safety Science, 2008. **9**: p. 1165-1176.

La chaleur de combustion généralement exprimée en MJ/kg ou kJ/g est la quantité de chaleur produite durant la phase de combustion. Elle est calculée par l'intégration de l'aire sous la courbe HRR ; la chaleur de combustion totale dissipée est alors déterminée.

En revanche, une limitation de la technique utilisée est le fait que l'énergie électrique stockée libérée pendant l'essai n'est pas directement accessible par la calorimétrie incendie, car non liée à des réactions thermochimiques (effet Joule).

