

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 80400768.0

51 Int. Cl.³: **C 06 B 21/00**

22 Date de dépôt: 30.05.80

30 Priorité: 07.06.79 FR 7914539

43 Date de publication de la demande:
07.01.81 Bulletin 81/1

84 Etats Contractants Désignés:
BE CH DE FR GB IT LI SE

71 Demandeur: **SOCIETE NATIONALE DES POUDRES ET
EXPLOSIFS**
12, quai Henri IV
F-75181 PARIS CEDEX 04(FR)

72 Inventeur: **Leneveu, Louis**
31, rue Charles Le Goffic
F-29150 Châteaulin(FR)

72 Inventeur: **Rolland, Jean-Louis**
21, rue du Vastil
F-29150 Châteaulin(FR)

72 Inventeur: **Treneules, Didier**
16, rue de Pennarum
F-29150 Châteaulin(FR)

54 **Nouveau procédé de fabrication de poudres propulsives à base de nitrocellulose sans déshydratation préalable.**

57 La présente invention concerne la fabrication des poudres propulsives en grains à base de nitrocellulose non déshydratée.

Le procédé selon l'invention consiste :

- 1 - à mélanger dans un malaxeur la nitrocellulose non déshydratée en présence éventuellement d'un stabilisant avec un solvant choisi dans le groupe constitué par la méthyl éthyl cétone, l'acétate d'éthyle et les mélanges méthyl éthyl cétone et acétate d'éthyle, la teneur pondérale en solvant étant comprise entre 50 et 100% par rapport au poids de nitrocellulose sèche,
- 2 - à calandrer à froid la pâte ainsi obtenue,
- 3 - à découper en grains après essorage la bande ainsi obtenue.

Le procédé selon l'invention permet la fabrication simple et peu coûteuse de poudres propulsives fines à partir de nitrocellulose non déshydratée.

EP 0 021 896 A2

- 1 -

Nouveau procédé de fabrication de poudres propulsives à base de nitrocellulose sans déshydratation préalable.

La présente invention concerne la fabrication des poudres propulsives en grains à base de nitrocellulose.

Les poudres propulsives en grains à base de nitrocellulose sont obtenues d'une manière générale par gélatinisation de la nitrocellulose fibreuse et découpage en grain de la nitrocellulose ainsi gélatinisée. La gélatinisation de la nitrocellulose s'effectue par malaxage des fibres de nitrocellulose en présence de solvants appropriés et par extrusion de la pâte ainsi formée. La pâte extrudée est découpée en grains et les solvants sont éliminés, souvent par trempage à l'eau et séchage à l'air des grains de poudre qui subissent pour finir différents traitements de surface destinés à fixer sur la surface du grain de poudre des agents modérateurs de combustion (opération dite de "lissage") ou du graphite dans le but d'empêcher l'accumulation d'électricité statique sur le grain de poudre (opération dite de "graphitage"). Le procédé de fabrication des poudres propulsives à base de nitrocellulose, encore appelé "procédé avec solvant", est très bien décrit dans l'ouvrage "Les Poudres et Explosifs" de Messieurs VENNIN, BURLLOT et LECORCHE, paru à la Librairie Polytechnique Ch. BERANGER en 1932, pages 578 et suivantes.

La nitrocellulose fibreuse étant un corps très sensible et donc dangereux, ce produit est conservé mouillé à l'eau de manière à éviter tout risque de prise en feu pendant sa conservation ou son

transport. Il convient donc avant de l'utiliser en vue de la fabrication d'une poudre propulsive de la déshydrater. La déshydratation de la nitrocellulose s'effectue en général en remplaçant l'eau par de l'alcool au moyen d'une presse à déshydrater.

5

Le procédé de fabrication des poudres propulsives dit "avec solvant" est très performant mais présente un inconvénient majeur : il est d'une mise en oeuvre complexe et par là-même est relativement coûteux, ce qui limite son intérêt notamment dans le cas de la fabrication de poudres fines de consommation courante, comme les poudres de chasse. On a déjà cherché à simplifier les procédés de fabrication des poudres propulsives à base de nitrocellulose, notamment en travaillant sur des collodions de nitrocellulose comme décrit par exemple dans le brevet français 1 145 114, mais même dans ce type de procédés, on est obligé de passer par une étape de déshydratation préalable de la nitrocellulose.

20

En pratique on ne savait pas, jusqu'à présent, gélatiniser correctement une nitrocellulose qui n'avait pas été au préalable déshydratée au moins partiellement. Le but de la présente invention est de proposer un procédé simple et peu onéreux de fabrication de poudres propulsives fines à base de nitrocellulose non déshydratée.

25

Le procédé selon l'invention se caractérise en ce que :

30

- 1 - on mélange dans un malaxeur la nitrocellulose aqueuse en présence éventuellement d'un stabilisant avec un solvant choisi dans le groupe constitué par la méthyl éthyl cétone, l'acétate d'éthyle ou les mélanges méthyl éthyl cétone et acétate d'éthyle, la teneur pondérale en solvant étant comprise entre 50 et 100% par rapport au poids de nitrocellulose sèche,
- 2 - on calandre à froid la pâte ainsi obtenue,
- 3 - on découpe en grains après essorage la bande ainsi obtenue.

35

Grâce à un choix particulier de solvants, on dispose d'une technique

qui permet en une seule opération de calandrage à la fois d'éliminer l'eau contenue dans la nitrocellulose et d'assurer la gélatinisation de cette dernière. Le procédé selon l'invention permet ainsi la fabrication simple et peu coûteuse de poudres propulsives fines à partir de nitrocellulose non déshydratée.

On donne ci-après le mode de réalisation détaillée de l'invention.

Comme il a été dit plus haut, on part de nitrocellulose aqueuse que l'on mélange dans un malaxeur avec un solvant. Le choix du solvant est essentiel pour la réalisation et seuls les solvants choisis dans le groupe constitué par la méthyl éthyl cétone, l'acétate d'éthyle ou leurs mélanges en toutes proportions permettent d'atteindre le résultat visé par l'invention : à savoir, grâce à une opération de calandrage une élimination parfaite de l'eau contenue dans la nitrocellulose ainsi qu'une bonne gélatinisation de cette dernière. La demanderesse a ainsi observé que des solvants habituellement utilisés dans la fabrication des poudres tels que l'acétone, la méthyl isobutyl cétone, l'alcool éthylique ou l'éther éthylique ne permettent pas d'atteindre le résultat visé par l'invention.

La demanderesse a au contraire constaté avec surprise que seuls la méthyl éthyl cétone, l'acétate d'éthyle ou leurs mélanges permettent de façon reproductible et quelle que soit la nitrocellulose de départ, d'atteindre le résultat visé par l'invention.

La teneur des solvants utilisés est en général comprise entre 50% et 100% en poids par rapport au poids de nitrocellulose sèche et selon une réalisation préférée de l'invention entre 60% et 80%.

Au cours du malaxage, on ajoute de préférence un stabilisant tel que, par exemple, la diphénylamine ou la nitro-2 diphénylamine et éventuellement un plastifiant comme, par exemple, le dinitro toluène ou la centralite.

La durée du malaxage est en général voisine de deux heures et

- 4 -

demie. La pâte ainsi obtenue est alors passée dans une calandreuse à froid. Au cours du calandrage l'eau contenue dans la pâte est expulsée et assure par là même occasion un refroidissement des rouleaux de la calandreuse ; simultanément, le passage entre les
5 rouleaux de la calandreuse provoque la gélatinisation de la nitrocellulose.

La bande sortant de la calandreuse est alors essorée à l'air à température ambiante et découpée en paillettes à l'aide d'une découpeuse classique pour poudres en bandes.
10

Les grains de poudre ainsi obtenus sont trempés à l'eau chaude pour éliminer les solvants et séchés. Ils sont ensuite éventuellement lissés de manière à incorporer à leur surface un modérateur
15 de combustion tel que le camphre par exemple et enfin ils sont graphités.

On obtient ainsi des grains de poudre propulsive qui conviennent bien pour toutes les applications des poudres fines et notamment
20 pour les armes de petit calibre ou les armes de chasse.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples de mise en oeuvre donnés ci-après à titre non limitatif.

25 Exemple 1

Cet exemple concerne la fabrication de grains de poudre propulsive à partir de nitrocellulose humide et d'acétate d'éthyle comme solvant.

On introduit dans un malaxeur 128 kg de nitrocellulose ayant un
30 taux d'azote de 13,20% et mouillée à l'eau à 28% (28 kg d'eau pour 100 kg de nitrocellulose sèche), 65 kg d'acétate d'éthyle et 2 kg de nitro-2 diphénylamine. On laisse tourner le malaxeur pendant deux heures et demie. Après malaxage la pâte est passée dans une calandreuse dont les rouleaux sont écartés de 0,15 mm. La bande
35 sortant de la calandreuse est découpée en paillettes de 1 mm de cotés après une demie heure d'essorage à température ambiante.

Les grains de poudre ainsi obtenus sont trempés dans de l'eau chaude à 80°C pendant 8 heures puis séchés à l'air. Enfin les grains sont graphités dans un drageoir en utilisant 2% en poids de graphite par rapport au poids de la poudre.

5 On obtient ainsi une poudre propulsive ayant un potentiel de 964 cal/g, une masse volumique apparente de 480 g/dm³, une teneur pondérale en solvant résiduel de 0,5% et une résiduelle de 1,20% en poids. Par ailleurs, on compte pour cette poudre 5 000 grains au gramme.

10 Cette poudre a été tirée dans un fusil de chasse de calibre 12,65. Les cartouches contenaient 32 g de plombs n° 6 et une bourre en feutre. Les résultats de tir ont été les suivants :

1 - poids de poudre dans la cartouche	:	1,80 g
vitesse des plombs à 2,5 m du canon	:	360 m/s
15 pression maximale dans l'arme	:	500 bars
2 - poids de poudre dans la cartouche	:	2,00 g
vitesse des plombs à 2,5 m du canon	:	385 m/s
pression maximale dans l'arme	:	550 bars
3 - poids de poudre dans la cartouche	:	2,20 g
20 vitesse des plombs à 2,5 m du canon	:	410 m/s
pression maximale dans l'arme	:	600 bars.

On constate que la poudre selon l'invention donne des performances balistiques tout à fait satisfaisantes. Par ailleurs, la demanderesse a observé que cette poudre s'allume très bien, cela se comprend eu égard au nombre élevé de grains par gramme de poudre.

25

Exemple 2

Cet exemple concerne la fabrication de grains de poudre propulsive à partir de nitrocellulose humide et d'acétate d'éthyle comme solvant.

30

On introduit dans un malaxeur 127 kg de nitrocellulose ayant un taux d'azote de 13,20% et mouillée à l'eau à 27% (27 kg d'eau pour 100 kg de nitrocellulose sèche), 80 kg d'acétate d'éthyle et 1,4 kg de nitro-2 diphénylamine. On laisse tourner le malaxeur pendant deux heures. Après malaxage la pâte est passée dans une calandreuse dont les rouleaux sont écartés de 0,10 mm. La bande sortant de

35

la calandreuse est découpée en paillettes de 1 mm de cotés après deux heures d'essorage à température ambiante. Les grains de poudre ainsi obtenus sont trempés dans de l'eau chaude à 60°C pendant 48 heures puis séchés à l'air. Enfin, les grains sont graphités dans un drageoir en utilisant 2% en poids de graphite par rapport au poids de la poudre.

On obtient ainsi une poudre propulsive ayant un potentiel de 972 cal/g, une masse volumique apparente de 524 g/dm³, une teneur pondérale en solvant résiduel de 1,0% et une humidité résiduelle de 1,28% en poids.

Cette poudre a été tirée dans un fusil de chasse de calibre 12,65. Les cartouches contenaient 32 g de plombs n° 6 et une bourre en feutre. Les résultats de tir ont été les suivants :

1 - poids de poudre dans la cartouche	:	2,50 g
15 vitesse des plombs à 2,5 m du canon	:	386 m/s
pression maximale dans l'arme	:	510 bars
2 - poids de poudre dans la cartouche	:	2,20 g
vitesse des plombs à 2,5 m du canon	:	405 m/s
pression maximale dans l'arme	:	600 bars.

20

Exemple 3

Cet exemple concerne la fabrication de grains de poudre propulsive à partir de nitrocellulose humide et d'un mélange acétate d'éthyle, méthyl éthyl cétone comme solvant.

25 On procède comme décrit dans l'exemple 2, en introduisant dans le malaxeur :

- 127 kg de nitrocellulose humide (analogue à celle de l'exemple 2)
- 40 kg d'acétate d'éthyle
- 30 kg de méthyl éthyl cétone,
- 30 - 1,4 kg de nitro-2 diphénylamine.

On obtient une poudre propulsive ayant un potentiel de 967 cal/g, une masse volumique apparente de 500 g/dm³, une teneur pondérale en solvant résiduel de 0,60% et une humidité résiduelle de 1,32% en poids.

35 Cette poudre a été tirée dans les mêmes conditions que celles de l'exemple 2. Les résultats de tir ont été les suivants :

- 7 -

1	- poids de poudre dans la cartouche	:	2,00 g
	vitesse des plombs à 2,5 m du canon	:	390 m/s
	pression maximale dans l'arme	:	660 bars
2	- poids de poudre dans la cartouche	:	2,20 g
5	vitesse des plombs à 2,5 m du canon	:	426 m/s
	pression maximale dans l'arme	:	750 bars

Exemple 4

Cet exemple concerne la fabrication de grains de poudre propulsive à partir de nitrocellulose humide et d'un mélange acétate d'éthyle, méthyl éthyl cétone comme solvant.

On procède comme décrit dans l'exemple 1 en introduisant dans le malaxeur :

- 128 kg de nitrocellulose humide (analogue à celle de l'exemple 1),
- 15 - 26 kg d'acétate d'éthyle,
- 24 kg de méthyl éthyl cétone
- 2 kg de nitro-2 diphényl amine.

La durée dumalaxage est de 2 heures. Après malaxage, la pâte est passée dans une calandreuse dont les rouleaux sont écartés de 0,08 mm.

20 La bande sortant de la calandreuse est découpée en paillette de 1 mm de cotés après une demie heure d'essorage. Les grains de poudre sont ensuite trempés, séchés et graphités comme décrit dans l'exemple 1.

On obtient ainsi une poudre dont le potentiel est de 965 cal/g.

25

Exemple 5

Cet exemple concerne la fabrication de grains de poudre propulsive à partir de nitrocellulose humide et de méthyl éthyl cétone comme solvant.

30 On procède comme décrit dans l'exemple 1, en introduisant dans le malaxeur :

- 128 kg de nitrocellulose humide (analogue à celle de l'exemple 1),
- 65 kg de méthyl éthyl cétone,
- 2 kg de nitro-2 diphényl amine.

35 La durée du malaxage est de deux heures. Après malaxage, la pâte est passée dans une calandreuse dont les rouleaux sont écartés de

0,08 mm. La bande sortant de la calandreuse est découpée en pail-
lettes de 1 mm de côtés après une demie heure d'essorage à tempéra-
ture ambiante. Les grains de poudre sont ensuite trempés, séchés
et graphités comme décrit dans l'exemple 1.

5 On obtient ainsi une poudre dont le potentiel est de 988 cal/g.

Exemples 6 à 8

Ces exemples sont destinés à montrer l'importance dans le procédé
selon l'invention de la nature du solvant. On a cherché à fabri-
10 quer par calandrage une poudre propulsive en grains à partir de
nitrocellulose humide en employant des solvants classiques de la
nitrocellulose.

Exemple 6

15 On a cherché à utiliser comme solvants des mélanges éther éthylique-
alcool éthylique à 54 et à 56° Beaumé. Le calandrage s'est avéré
impossible pour des teneurs pondérales en solvants comprises entre
50 et 140% par rapport au poids de nitrocellulose sèche.

Exemple 7

20 On a cherché à utiliser comme solvant un mélange acétone- alcool
éthylique (40 : 30). Le calandrage s'est avéré impossible pour des
teneurs pondérales en solvant comprises entre 50 et 100% par rap-
port au poids de nitrocellulose sèche.

25

Exemple 8

On a cherché à utiliser comme solvant la méthyl, isobutyl cétone.
Pour une teneur pondérale en solvant de 65%, par rapport au poids
de nitrocellulosé sèche, le calandrage s'est avéré très difficile
30 et il a été impossible d'assurer une élimination correcte du sol-
vant sans dégradation chimique de la poudre.

35

Revendications de brevet.

1. Procédé de fabrication de poudres propulsives en grains à partir de nitrocellulose non déshydratée caractérisé en ce que :

- 5 a' - on mélange dans un malaxeur la nitrocellulose aqueuse, en présence éventuellement d'un stabilisant, avec un solvant choisi dans le groupe constitué par la méthyl éthyl cétone, l'acétate d'éthyle, ou les mélanges méthyl éthyl cétone/acétate d'éthyle, la teneur pondérale en solvant étant comprise entre 50 et 100%
- 10 par rapport au poids de nitrocellulose sèche,
- b - on calandre à froid la pâte ainsi obtenue,
- c - on découpe en grains après essorage la pâte ainsi obtenue.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la

15 teneur pondérale en solvant au malaxage est comprise entre 60% et 80%.

20

25

30

35