

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 84400839.1

51 Int. Cl.³: **C 06 B 45/10**
C 06 B 21/00

22 Date de dépôt: 25.04.84

30 Priorité: 03.05.83 FR 8307347

43 Date de publication de la demande:
14.11.84 Bulletin 84/46

84 Etats contractants désignés:
AT BE CH DE GB IT LI NL SE

71 Demandeur: **COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE**
Etablissement de Caractère Scientifique Technique et
Industriel
31/33, rue de la Fédération
F-75015 Paris(FR)

72 Inventeur: **Kerviel, Hildebert**
8 rue Jonas
F-77500 Chelles(FR)

72 Inventeur: **Poulard, Serge**
37, rue du Commandant Mouchotte
F-94160 Saint Mandé(FR)

74 Mandataire: **Mongrédién, André et al,**
c/o BREVATOME 25, rue de Ponthieu
F-75008 Paris(FR)

54 **Composition explosive moulable à froid et son procédé de préparation.**

57 **Composition explosive moulable à froid et son procédé de préparation.**

Cette composition comprend:

- 85 à 98% en poids d'au moins un explosif choisi parmi l'octogène, l'hexogène, la pentrite, l'hexanitrostilbène et le triaminotrinitrobenzène,

- 1,5 à 11% en poids d'un liant thermoplastique constitué par un élastomère chloré et/ou fluoré tel qu'un copolymère de trifluorochloroéthylène et de fluorure de vinylidène, et

- 0,5 à 4% d'un plastifiant fluoré constitué par exemple par un polymère de trifluorochloroéthylène de bas poids moléculaire.

Composition explosive moulable à froid et son
procédé de préparation.

La présente invention a pour objet une composition explosive, moulable à froid et son procédé de préparation.

5 De façon plus précise, elle concerne des compositions explosives contenant un explosif puissant et un liant thermoplastique, qui se présentent sous la forme d'une poudre moulable à froid.

10 Généralement, les compositions explosives sont constituées par une charge d'explosif dispersée dans un liant thermoplastique ou thermodurcissable, et la pratique habituelle pour obtenir de telles compositions est d'enrober une poudre d'explosif par le liant thermoplastique ou thermodurcissable et de consolider ensuite la poudre enrobée par compression.

15 Lorsqu'on utilise un liant thermoplastique, tel que ceux décrits dans les brevets américains n° 3 173 817 et 3 440 115, il est nécessaire de réaliser l'étape de compression à chaud.

20 Lorsqu'on utilise des liants thermodurcissables, tels que ceux décrits dans les brevets français n° 2 268 770 (Commissariat à l'Energie Atomique), 2 144 988 (Etat Français), 2 241 514 (Messerschmitt), 2 138 513 (Commissariat à l'Energie Atomique) et 2 225 979 (Etat Français), on doit également réaliser dans la plupart des cas la compression à chaud pour obtenir les caractéristiques souhaitées.

30 La réalisation de cette étape de compression à chaud pose certains problèmes lorsqu'on veut mettre la composition explosive sous une forme particulière. En effet, il est nécessaire dans ce cas de préparer tout d'abord un bloc par compression à chaud et de réusiner ensuite le bloc obtenu. De ce fait, la mise en oeuvre d'une étape de compression à

35

chaud est techniquement et économiquement très onéreuse.

5 Toutefois, certaines compositions d'explosifs enrobés dans des liants thermodurcissables peuvent être comprimées à froid ou extrudées comme cela est décrit dans le brevet européen n° 003 6481 (Delsenroth). Dans ce cas, on utilise un liant à base de polyuréthane et on réalise l'opération d'enrobage en utilisant une dispersion aqueuse de polyuréthane. Cependant, la poudre d'explosif enrobé ainsi obtenue ne présente pas une stabilité satisfaisante au stockage et elle doit, de ce fait, être moulée rapidement. En effet, les liants thermodurcissables ne sont pas stables dans le temps car ils se réticulent et se polymérisent lentement, et ceci est néfaste pour réaliser ensuite dans de bonnes conditions l'étape de compression de la poudre d'explosif enrobé de liant.

15 La présente invention a précisément pour objet une composition explosive qui, bien qu'elle comprenne un liant thermoplastique, présente l'avantage d'être moulable à la température ambiante, et d'être stable dans le temps.

20 La composition explosive, selon l'invention, se caractérise en ce qu'elle comprend :

- 25 - de 85 à 98% en poids d'au moins un explosif choisi dans le groupe comprenant la cyclotétraméthylène-tétranitramine (octogène), la cyclotriméthylène-trinitramine (hexogène), le triaminotrinitrobenzène (TATB), le tétranitrate de pentaérythrite (pentrite) et l'hexanitrostilbène (HNS),
- 30 - de 1,5 à 11% en poids d'un liant thermoplastique constitué par un élastomère chloré et/ou fluoré, et

- de 0,5 à 4% d'un plastifiant fluoré.

Selon l'invention, les élastomères chlorés et/ou fluorés susceptibles d'être utilisés comme liant thermoplastique sont des polymères et copolymères d'hydrocarbures fluorés tels que le polytrifluorochloroéthylène et les copolymères de trifluorochloroéthylène et de fluorure de vinylidène.

De préférence, le liant thermoplastique est un copolymère de trifluorochloroéthylène et de fluorure de vinylidène, par exemple le produit commercialisé sous la marque "Voltalef BP 5500".

Selon l'invention, les plastifiants fluorés susceptibles d'être utilisés sont des polymères à bas poids moléculaire.

De préférence, le plastifiant fluoré est un polymère de trifluorochloroéthylène ayant un poids moléculaire de 500 à 1000, par exemple l'huile commercialisée sous la marque "Voltalef S 10".

Avantageusement, dans la composition explosive de l'invention, le rapport pondéral plastifiant/liant est d'environ 1 / 3 à 1/1.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, la composition explosive comprend :

- 96% d'octogène,
- 3% d'élastomère constitué par un copolymère de trifluorochloroéthylène et de fluorure de vinylidène, et
- 1% de polymère fluoré ayant un poids moléculaire de 500 à 1000.

Grâce au choix du liant thermoplastique et à l'adjonction d'un plastifiant fluoré, les compositions explosives de l'invention préparées sous la forme de poudres peuvent comprendre une forte proportion d'explosif (jusqu'à 98%), et être mises sous la forme voulue par moulage à froid même après une période de stockage relativement longue, allant par exemple jusqu'à plus de 12 mois.

Les compositions explosives de l'invention peuvent être préparées par des procédés classiques. Cependant, selon l'invention, on préfère, pour des raisons de sécurité, préparer la composition explosive à partir d'une suspension dans l'eau de la poudre d'explosif.

Aussi, l'invention a également pour objet un procédé de préparation d'une poudre d'explosif enrobé d'un liant thermoplastique, moulable à froid, caractérisé en ce qu'il consiste :

- a) - à dissoudre dans un solvant organique non miscible à l'eau, un liant thermoplastique constitué par un élastomère chloré et/ou fluoré et un plastifiant fluoré,
- b) - à mettre en suspension dans de l'eau une poudre d'au moins un explosif choisi dans le groupe comprenant l'octogène, l'hexogène, le triaminotrinitrobenzène, le tétranitrate de pentaérythrite et l'hexanitrostilbène,
- c) - à chauffer la suspension à une température inférieure à 100°C,
- d) - à faire couler goutte à goutte dans la suspension ainsi chauffée la solution de liant et de plastifiant obtenue dans l'étape a),
- e) - à évaporer le solvant organique,
- f) - à filtrer la suspension, et
- g) - à laver et essorer la poudre d'explosif enrobé ainsi séparée du liquide de la suspension, et
- h) - à sécher sous vide ladite poudre d'explosif.

De préférence, selon l'invention, 60% de la poudre d'explosif utilisée comme produit de départ dans l'étape b) a une granulométrie de 200 à 630 μm et 30% de la poudre d'explosif utilisée comme produit de départ dans l'étape b) a une granulométrie au plus égale à 100 μm .

Ceci permet en particulier d'obtenir lors de la compression de la poudre un tassement plus grand de l'explosif.

5 Les poudres obtenues par le procédé de l'invention peuvent être mises ensuite sous la forme voulue par des techniques classiques de moulage sous pression à la température ambiante, en utilisant de préférence une pression de 100 à 200 MPa.

10 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux à la lecture de l'exemple qui suit donné bien entendu à titre illustratif et non limitatif.

15 Cet exemple illustre la préparation d'une composition explosive comprenant de l'octogène, un élastomère constitué par un copolymère de trifluorochloroéthylène et de fluorure de vinylidène (liant thermoplastique), soit le produit vendu sous la marque "Voltalef 5500 BP" et un plastifiant fluoré
20 constitué par un polymère de trifluorochloroéthylène ayant un poids moléculaire d'environ 800, soit le produit vendu sous la marque huile "Voltalef S 10".

25 On prépare tout d'abord une solution du liant et du plastifiant en dissolvant à la température ambiante 750 g de Voltalef BP 5500 dans 10 l d'acétate d'éthyle et en ajoutant ensuite à la solution 250 g d'huile Voltalef S 10.

30 On introduit dans un réacteur 14,4 kg d'octogène ayant une granulométrie de 200 à 630 μm et 9,6 kg d'octogène ayant une granulométrie de 0 à 100 μm avec 100 l d'eau, et on soumet l'ensemble à une agitation à 150 t/min. On chauffe ensuite le contenu du réacteur à 50°C sous une pression réduite de 0,05 MPa et on fait alors couler goutte à goutte
35 dans le réacteur la solution de liant et de plasti-

fiant. On augmente ensuite progressivement la température du réacteur jusqu'à 90°C pour éliminer complètement le solvant organique.

5 On refroidit ensuite l'ensemble et on
filtre sur un filtre en tissu de 5 µm pour récupérer
l'octogène enrobé. On lave ensuite l'enrobé sous
agitation à 350 t/min. puis on l'essore à
1000 t/min. On sèche ensuite la poudre obtenue dans
10 une étuve sous vide pendant 48 h à 50°C. On obtient
ainsi une poudre ayant une granulométrie moyenne
de 1 mm.

On vérifie les caractéristiques de la
poudre obtenue en la soumettant aux essais de sécurité
habituels qui consistent à déterminer :

- 15 - le dégagement gazeux lors d'une épreuve d'essai
sous vide pendant 70 h à une température de
120°C ;
- la température de déflagration de l'explosif enro-
bé ; et
20 - la sensibilité au choc de la poudre.

Les résultats obtenus sont les suivants :

- dégagement gazeux lors de l'essai sous vide pen-
dant 70 h à 120°C : 8 ml/100 g,
- température de déflagration : 271°C,
25 - sensibilité aux chocs $H_T-H_O/H_T = - 0,30$.

On utilise ensuite la poudre enrobée pour
préparer par moulage classique, réalisée à 20°C en
appliquant 3 cycles de pression de 150 MPa pen-
dant 15min, ou encore par moulage isostatique réali-
30 sé dans les mêmes conditions (3 cycles à 20°C, sous
150 MPa pendant 15 min) une billette de 40 mm de
diamètre et de 50 mm de hauteur.

Dans le premier cas, la densité de la
pièce obtenue est de 1,850 alors qu'elle est de
35 1,849 dans le cas du moulage par compression isosta-

tique. Ainsi, on obtient de très bons résultats dans les deux cas puisque la densité théorique est de 1,899.

5 On effectue également des essais pour déterminer les propriétés détoniques de l'explosif ainsi obtenu.

Les résultats sont les suivants :

- masse volumique : 1,849 g/cm³,
- vitesse de détonation : 8830 m/s,

10 On constate ainsi que l'explosif de l'invention possède de bonnes caractéristiques détoniques.

REVENDICATIONS

1. Composition explosive, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- 5 - de 85 à 98% en poids d'au moins un explosif choisi dans le groupe comprenant la cyclotétraméthylène-tétranitramine (octogène), la cyclotriméthylène-trinitramine (hexogène), le triaminotrinitrobenzène (TATB), le tétranitrate de pentaérythrite (pentrite) et l'hexanitrostilbène (HNS),
- 10 - de 1,5 à 11% en poids d'un liant thermoplastique constitué par un élastomère chloré et/ou fluoré, et
- de 0,5 à 4% d'un plastifiant fluoré.

15 2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le liant thermoplastique est un élastomère constitué par un copolymère de trifluorochloroéthylène et de fluorure de vinylidène.

20 3. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le plastifiant fluoré est un polymère de trifluorochloroéthylène ayant un poids moléculaire de 500 à 1000.

25 4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le rapport pondéral plastifiant/liant est d'environ 1/3 à 1/1.

5. Composition explosive selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- 30 - 96% d'octogène,
- 3% d'élastomère constitué par un copolymère de trifluorochloroéthylène et de fluorure de vinylidène, et
- 1% de polymère fluoré ayant un poids moléculaire de 500 à 1000.

35 6. Procédé de préparation d'une poudre d'explosif enrobé d'un liant thermoplastique, moulable à froid, caractérisé en ce qu'il consiste :

- a) - à dissoudre dans un solvant organique non miscible à l'eau, un liant thermoplastique constitué par un élastomère chloré et/ou fluoré et un plastifiant fluoré,
- 5 b) - à mettre en suspension dans de l'eau, une poudre d'au moins un explosif choisi dans le groupe comprenant l'octogène, l'hexogène, le triaminotrinitrobenzène, le tétranitrate de pentaérythrite et l'hexanitrostilbène,
- 10 c) - à chauffer la suspension à une température inférieure à 100°C,
- d) - à faire couler goutte à goutte dans la suspension ainsi chauffée la solution de liant et de plastifiant obtenue dans l'étape a),
- 15 e) - à évaporer le solvant organique,
- f) - à filtrer la suspension, et
- g) - à laver et essorer la poudre d'explosif enrobé ainsi séparée du liquide de la suspension, et
- h) - à sécher sous vide ladite poudre d'explosif.

20 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que 60% de la poudre d'explosif a une granulométrie de 200 à 630 μm et 40% a une granulométrie au plus égale à 100 μm .



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. ³)
A	FR-A-1 469 198 (ETAT FRANCAIS)		C 06 B 45/10 C 06 B 21/00

A	FR-A-2 135 534 (WASAGCHEMIE)		

A	US-A-3 985 595 (T.M. BENZIGER)		

			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. ³)
			C 06 B 45/10 C 06 B 21/00
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 17-07-1984	Examineur VAN LEEUWEN R.H.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			