



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑲ Numéro de dépôt : **91401701.7**

⑤① Int. Cl.⁵ : **C06D 5/06, C06B 35/00**

⑳ Date de dépôt : **25.06.91**

③① Priorité : **27.06.90 FR 9008096**

④③ Date de publication de la demande :
22.01.92 Bulletin 92/04

⑧④ Etats contractants désignés :
DE

⑦① Demandeur : **S.N.C. LIVBAG**
Centre de Recherches du Bouchet, B.P. 22
F-91710 Vert Le Petit (FR)

⑦② Inventeur : **Perotto, Christian**
15, rue du Hameau
F-91610 Ballancourt (FR)

⑦④ Mandataire : **Pech, Bernard et al**
Sté nationale des poudres et explosifs 12,
quai Henri IV
F-75181 Paris Cédex 04 (FR)

⑤④ **Composition pyrotechnique génératrice de gaz non toxiques comportant un liant minéral et son procédé de fabrication.**

⑤⑦ La présente invention concerne les compositions pyrotechniques génératrices de gaz non toxiques destinés à gonfler, en cas d'accident, les coussins de protection pour occupants d'un véhicule automobile.

Les compositions selon l'invention contiennent un azoture, un oxydant minéral et, de manière caractéristique, entre 5 % et 40 % en poids d'un liant minéral qui est le produit d'une réaction de polycondensation minérale de mélanges à base de silico-aluminates alcalins. Préférentiellement le liant est le produit de polymérisation d'un silico-aluminate de formule (Si_2O_5, Al_2O_2) et de silice SiO_2 en présence de soude et/ou de potasse aqueuse.

Après mélange et mise en forme des différents constituants de la composition, on assure dans un premier temps la polymérisation du dit liant par chauffage dans une enceinte fermée étanche et dans un deuxième temps on assure le séchage de la composition.

Les compositions avec liant minéral selon l'invention présentent une résistance mécanique et une tenue à l'humidité supérieures à celles présentées par des compositions équivalentes sans liant.

La présente invention se rapporte au domaine de la sécurité automobile. Plus précisément l'invention concerne une nouvelle composition pyrotechnique génératrice de gaz froids non toxiques et son procédé de fabrication. La composition selon l'invention peut notamment être utilisée dans les générateurs pyrotechniques destinés à gonfler, en cas d'accident, des coussins de protection pour occupants d'un véhicule automobile.

Il est connu d'assurer la protection en cas d'accident, des occupants d'un véhicule automobile au moyens de sacs ou de coussins gonflables qui s'interposent entre le corps de l'occupant du véhicule et les parois internes de ce dernier. Pour être efficace un tel sac doit pouvoir être gonflé en un temps très court, de l'ordre au maximum de quelques dizaines de millisecondes, par ailleurs le dispositif dans son ensemble, une fois monté dans un véhicule automobile, doit demeurer fiable pendant plusieurs années. Pour satisfaire à cette double exigence, une solution consiste à assurer le gonflement du sac avec les gaz de combustion d'une composition pyrotechnique placée dans un générateur de gaz relié d'une part au dit sac gonflable et d'autre part à un détecteur de collision.

Pour satisfaire aux normes de la sécurité automobile la composition pyrotechnique doit pouvoir brûler très rapidement et générer des gaz non toxiques. Un groupe de compositions pyrotechniques satisfaisant à ces exigences est constitué par les compositions comprenant un azoture alcalin ou alcalino-terreux comme l'azoture de sodium et un oxydant minéral comme un nitrate alcalin ou alcalino-terreux, un perchlorate alcalin ou alcalino-terreux, un oxyde métallique, un sulfure métallique ou même le soufre. De telles compositions sont par exemple décrites dans les brevets américains 4 369 079, 4 092 190, 4 243 443 ou 4 203 787.

De telles compositions présentent cependant l'inconvénient de nécessiter, dans le générateur, une chambre de filtration efficace car elles dégagent lors de la combustion de nombreuses particules solides chaudes qui sont entraînées avec les gaz de combustion mais qui ne doivent absolument pas pénétrer dans le sac gonflable pour ne pas y introduire de points chauds. Par ailleurs certaines de ces particules, constituées par de l'oxyde de sodium, sont extrêmement corrosives.

On a cherché à remédier à cet inconvénient en rajoutant à la composition de la silice pulvérulente qui, au moment de la combustion, piège les particules d'oxyde de sodium pour former un verre. Cette solution est par exemple décrite dans le brevet US 3 947 300. La présence de silice permet bien de supprimer le problème des particules d'oxyde de sodium mais ne supprime pas les problèmes liés à la présence des autres particules solides.

Par ailleurs toutes les compositions qui viennent d'être citées présentent deux inconvénients liés à la nature de leurs constituants.

D'une part les constituants de base, azoture, oxydant et éventuellement silice sont utilisés sous forme pulvérulente. Le mélange est aggloméré par simple compression, en général sous forme de pastilles qui sont rangées dans la chambre de combustion. Ces pastilles n'ont pas une bonne cohésion mécanique et ont tendance à s'altérer dans le temps sous l'effet des vibrations transmises par le véhicule automobile. Cette altération mécanique entraîne une altération de la loi de combustion de la composition.

D'autre part l'azoture de sodium est un corps sensible à l'humidité et le générateur contenant ce type de compositions doit être bien protégé contre l'humidité.

Dans le but de remédier à ces inconvénients on a cherché à mélanger les constituants des compositions à base d'azoture avec un liant organique tel qu'un polyuréthane ou un polyéther de manière à donner aux pastilles une meilleure tenue mécanique et à assurer une protection partielle de l'azoture contre l'humidité. Une telle solution est par exemple décrite dans le brevet US 3 779 823.

Ce type de solution demeure cependant peu satisfaisant dans la mesure où les liants organiques en introduisant des atomes de carbone et d'azote, font augmenter la toxicité des gaz et ne peuvent être utilisés qu'en très faibles quantités, de l'ordre de quelques pourcent en poids, ce qui ne leur permet pas d'apporter une amélioration sensible au plan de la tenue mécanique et au plan de la protection de l'azoture contre l'humidité.

L'emploi des compositions pyrotechniques génératrices de gaz froids non toxiques à base d'azoture pose donc des problèmes de filtration des gaz, de tenue mécanique des compositions et de protection chimique de l'azoture qui ne sont pas résolus de manière satisfaisante à l'heure actuelle.

Le but de la présente invention est de proposer des compositions pyrotechnique génératrices de gaz froids non toxiques à base d'azoture qui présentent une bonne tenue mécanique, une bonne protection de l'azoture contre l'humidité et une diminution des particules solides émises en cours de combustion.

L'invention concerne donc une composition pyrotechnique solide génératrice de gaz non toxiques comprenant au moins un azoture alcalin ou alcalino-terreux, un oxydant minéral choisi dans le groupe constitué par les nitrates alcalins ou alcalino-terreux, les perchlorates alcalins ou alcalino-terreux, les oxydes métalliques, les sulfures métalliques et le soufre, caractérisée en ce qu'elle contient un liant minéral qui est le produit d'une réaction de polycondensation minérale de mélanges à base de silico-aluminates alcalins et dont la teneur pondérale par rapport au poids total de la dite composition est comprise entre 5% et 40%.

Selon une variante préférée de l'invention le dit liant minéral est le produit de polymérisation d'un silico-

aluminate de formule $(\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)$ et de silice SiO_2 en présence de soude aqueuse et et/ou de potasse aqueuse.

L'invention concerne également un procédé de fabrication des compositions selon l'invention caractérisé en ce que, après mélange et mise en forme des différents constituants de la composition, on assure dans un premier temps la polymérisation du dit liant par chauffage des dits constituants dans un enceinte fermée étanche et en ce que, dans un deuxième temps, on assure le séchage de la composition.

Les compositions selon l'invention trouvent une application préférentielle dans les générateurs pyrotechniques de gaz froids non toxiques destinés à gonfler en cas d'accident des sacs gonflables de sécurité pour occupants d'un véhicule automobile.

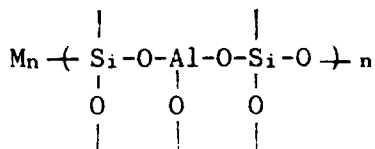
On donne ci-après une description détaillée de mise en oeuvre de l'invention.

L'invention concerne une composition pyrotechnique solide génératrice de gaz froids non toxiques comprenant au moins un azoture alcalin ou alcalino-terreux et un oxydant minéral. Comme azoture on utilisera avantageusement l'azoture de sodium. Comme oxydant minéral on peut utiliser la plupart des oxydants minéraux traditionnellement utilisés dans les compositions génératrices de gaz contenant un azoture et notamment les nitrates alcalins ou alcalino-terreux, les perchlorates alcalins ou alcalino-terreux, les oxydes métalliques, les sulfures métalliques, le soufre. On peut en particulier citer comme oxydant minéral utilisable dans le cadre de la présente invention le nitrate de potassium, le nitrate de calcium, le perchlorate de potassium, les oxydes de fer, le bioxyde de manganèse, l'oxyde de nickel, le sulfure de molybdène seul ou en mélange avec le soufre. Toutefois les oxydants minéraux préférés dans le cadre de la présente invention sont les nitrates alcalins ou alcalino-terreux et en particulier le nitrate de potassium.

De manière caractéristique une composition selon l'invention contient un liant minéral.

Les liants minéraux utilisables dans le cadre de la présente invention sont le produit d'une réaction de polycondensation minérale de mélanges à base de silico-aluminates alcalins. Ces polymères minéraux sont obtenus par polymérisation d'un mélange d'oxydes de silicium et d'aluminium en présence de soude aqueuse et/ou de potasse aqueuse. Ils sont, par exemple, décrits, avec leurs procédés d'obtention, dans les brevets français 2 464 227, 2 489 290 et 2 489 291 ou leurs correspondants américains 4 349 386 et 4 472 199.

Les polymères préférés dans le cadre de la présente invention sont obtenus par polymérisation d'un silico-aluminate de formule $(\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)$ et de silice colloïdale SiO_2 en présence de soude aqueuse et/ou de potasse aqueuse. Lorsque le rapport du nombre d'atomes de silicium sur le nombre d'atomes d'aluminium est voisin de 2, ils sont habituellement désignés par l'appellation poly(sialate-siloxo) de sodium et/ou de potassium et correspondent à la formule globale suivante :



dans laquelle :

M représente un atome de sodium ou de potassium,

S_i représente un atome de silicium,

Al représente un atome d'aluminium,

O représente un atome d'oxygène,

n représente un nombre entier.

L'oxyde silico-aluminate $(\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)$ qui est différent du silico-aluminate ordinaire $(2\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3)$ est par exemple décrit dans le brevet français 2 621 260 ou dans son correspondant américain 4 859 367.

Les compositions selon l'invention peuvent contenir entre 5% et 40% en poids de liant minéral par rapport au poids total de la composition, et préférentiellement entre 10 % et 30 % en poids. Grâce à la présence du liant minéral qui, après polymérisation, est un véritable ciment, les compositions selon l'invention présentent une tenue mécanique remarquable, notamment lorsqu'elle sont sous forme de pastilles. Il a par ailleurs été observé par la demanderesse que, malgré la présence du liant minéral, les compositions selon l'invention présentent une vitesse de combustion qui est tout à fait compatible avec les normes imposées en matière de sécurité automobile et qui est même parfois supérieure à la vitesse de combustion des compositions équivalentes traditionnelles sans liant.

Le liant étant entièrement minéral, il ne génère aucun gaz toxique lors de la combustion de la composition selon l'invention et, après combustion, les compositions selon l'invention présentent une masse de résidus pulvérulents beaucoup plus faible que les compositions traditionnelles équivalentes sans liant du fait que le liant polymérisé ne se désagrège pas et fonctionne, en cours de combustion, comme un premier filtre interne. Les

compositions selon l'invention nécessitent donc dans un générateur pyrotechnique de gaz pour sac gonflable moins de filtres et permettent de diminuer le poids du générateur.

Enfin la présence du liant minéral polymérisé assure une protection partielle de l'azoture contre l'humidité.

Les compositions selon l'invention conviennent donc très bien pour constituer le chargement d'un générateur pyrotechnique de gaz froids non toxiques destiné à gonfler un sac de sécurité pour occupants d'un véhicule automobile. Les compositions selon l'invention permettent notamment de constituer dans ce cas des chargements sous forme de pastilles qui présentent une excellente capacité de conservation dans le temps.

L'invention concerne également un procédé de fabrication des compositions selon l'invention. Ce procédé consiste, après avoir mélangé les différents constituants de la composition et les avoir mis sous la forme d'utilisation de la composition, pastilles, blocs ou autres formes, à assurer dans un premier temps la polymérisation du dit liant et dans un deuxième temps distinct le séchage de la composition.

Les constituants des compositions solides selon l'invention sont de deux sortes : d'une part les constituants traditionnels comme l'azoture et les oxydants minéraux qui sont des solides pulvérulents et d'autre part le liant minéral qui, avant polymérisation, est sous forme liquide et le plus souvent se trouve commercialisé sous forme de deux solutions distinctes. Ainsi les liants préférés de l'invention sont en général commercialisés sous forme d'une solution aqueuse de silico-aluminate et d'une solution aqueuse de silice colloïdale dans de la soude et/ou de la potasse dont le pH est en général voisin de 14. Les constituants pulvérulents seront mélangés dans un mélangeur à solide tandis que l'on prépare le liant minéral non polymérisé par mélange de ses solutions constitutives. Il est à noter que le liant non polymérisé ainsi préparé ne réagit pas à température ambiante et peut être conservé à l'état liquide. Dans un malaxeur on introduit alors le liant minéral non polymérisé et le mélange de solides pulvérulents et on mélange l'ensemble des constituants de la composition en faisant tourner le malaxeur. Durant la phase de malaxage, le malaxeur sera en général refroidi pour éviter tout échauffement des constituants de la composition et tout début de polymérisation du liant minéral.

A l'issue de l'opération de malaxage, le mélange des constituants de la composition est mis sous la forme désirée pour la composition finale : en général pastilles, blocs ou granulés. A ce stade il convient de distinguer différents types de mélanges en fonction de la teneur du mélange en liant liquide non polymérisé.

Les mélanges dans lesquels le poids de liant non polymérisé est inférieur ou égal à 15% du poids total des constituants de la composition ont la consistance d'une farine très légèrement humide. Ces mélanges peuvent être mis en forme par pastillage, même s'ils ont légèrement tendance à former des grumeaux. Ils peuvent également être mis en forme par compression dans un moule pour former un bloc.

Les mélanges dans lesquels le poids de liant non polymérisé est compris entre 15 et 25% du poids total des constituants de la composition sont très difficiles à mettre en oeuvre, à l'échelle industrielle, par pastillage mais se prêtent encore bien à la compression dans un moule pour former un bloc.

Les mélanges dans lesquels le poids de liant non polymérisé est supérieur à 25% du poids total des constituants de la composition ont la consistance d'une pâte coulable. Ils se prêtent bien à la technique de l'extrusion-injection pour former des granulés.

Dans certains cas on aura également intérêt, en vue de favoriser le contact entre les constituants solides pulvérulents et le liant liquide non polymérisé, à introduire dans le malaxeur un agent tensio-actif.

Les agents tensio-actifs préférés de la demanderesse sont les organo titanates phosphorés.

Après mise en forme des constituants de la composition on assure dans un premier temps la polymérisation du liant minéral par chauffage des constituants. La vitesse de polymérisation augmente avec la température de chauffage, mais, compte tenu de la nature particulière des autres constituants de la composition on ne peut élever trop cette dernière. La demanderesse a constaté qu'un chauffage de 24 heures à 60°C permet d'assurer, sans risques, une polymérisation complète. La réaction de polymérisation impliquant la participation de molécules d'eau, il est important de ne pas perdre d'eau par évaporation en cours de polymérisation. Aussi la demanderesse préconise d'effectuer la polymérisation dans une enceinte fermée étanche.

Il a été expérimentalement observé que l'eau ne dégrade pas l'azoture au cours de cette phase de polymérisation en raison du pH fortement basique du milieu, et cela malgré l'opération de chauffage qui accompagne la polymérisation. Une telle facilité de mise en oeuvre n'était pas prévisible et confère un intérêt supplémentaire au procédé selon l'invention.

A l'issue de la phase de polymérisation on procède dans un deuxième temps au séchage de la composition par élimination de l'eau excédentaire. Ce séchage s'effectue avantageusement par chauffage dans une enceinte ventilée, à pression ordinaire ou à pression réduite. Une solution simple consiste à maintenir la composition dans l'enceinte de polymérisation dont on ouvre les portes et à maintenir le chauffage à 60°C pendant une nouvelle période de 24 heures.

On dispose alors des compositions selon l'invention prêtes à l'emploi.

Les exemples qui suivent illustrent certaines possibilités de mise en oeuvre de l'invention sans en limiter la portée.

Exemple 1

Cet exemple est donné à titre comparatif. Il concerne une composition traditionnelle, sans liant, à base d'azoture de sodium, de nitrate de potassium et de silice dans les proportions suivantes :

- 5 Na_3N : 56 parties en poids
 KNO_3 : 17 parties en poids
 SiO_2 : 27 parties en poids

Cette composition a été mise, par pastillage, en forme de cylindres de dimensions :

- hauteur maximale : 15 mm
 10 diamètre : 15 mm
 poids : 4,62 g

Leur résistance à la rupture mesurée sur un appareil de marque "ERWEKA" ® était supérieure à 147N (15 kgf) et leur élasticité de 2 %. On a mesuré la résistance à l'effritement de ces cylindres selon le test dit de "la cage d'écureuil". Pour ce faire, on a pris 14 g de cette composition sous forme de cylindres et on les a mis en rotation dans une cage cylindrique d'un volume d'environ 1200 cm³ (diamètre de la cage : 20 cm, longueur de la cage : 4 cm). La paroi interne de la cage porte des aubes.

Après 4 heures de rotation dans cette cage dite "d'écureuil", on mesure le taux de poussière obtenue qui est fonction de la tenue mécanique de la composition.

Dans ces conditions, on a obtenu environ 30 % de poussière.

- 20 Ces cylindres ont été tirés en bombe manométrique de 27 cm³ et ont donné les résultats suivants :

- force : 0,204 MJ/kg
- vitesse de combustion : 16,7 mm/s à 7 MPa

On a aussi étudié l'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques de cette composition.

- 25 Pour ce faire les cylindres de composition ont été placés dans un dessicateur fermé avec 100 % d'humidité relative dans une étuve ventilée à 60° C pendant 4 heures. On a alors mesuré leur résistance à la rupture qui est quasiment nulle.

Exemple 2

- 30 On a fabriqué une composition selon l'invention à partir des constituants suivants :

- Na_3N : 69 parties en poids
 KNO_3 : 21 parties en poids
 liant : 10 parties en poids
 agent tensio-actif : 0,1 partie en poids

- 35 Le liant utilisé est commercialisé par la société française "GEOPOLYMER" sous l'appellation "GP 70" et se compose de deux solutions de base :

- solution A : solution aqueuse de silice colloïdale dans un mélange de soude et de potasse,
- solution B : solution aqueuse d'alumino-silicate ($\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_3$).

Pour obtenir le liant on a mélangé 3,48 parties en poids de solution B avec 6,52 parties en poids de solution

- 40 A.

L'agent tensio-actif utilisé était un organo-titanate phosphoré commercialisé par la société KENRICH Pétrochemicals sous l'appellation "LICA 12".

Le mélange pulvérulent azoture/nitrate a été préparé dans un mélangeur à solides de type "Turbula". La durée de sa préparation a été de une heure.

- 45 Dans un malaxeur maintenu à 20°C on a introduit le liant liquide non polymérisé et, après mise en route, on a ajouté par fractions successives le mélange pulvérulent.

La durée totale du malaxage a été de une heure.

Le mélange des constituants ainsi obtenu a été mise sous forme de cylindres par compression.

- 50 La polymérisation proprement dite a été faite dans une enceinte fermée chauffée à 60°C pendant 24 heures. Le séchage a été effectué dans une étuve ventilée, chauffée à 60°C, pendant 24 heures.

On a ainsi obtenu des cylindres présentant les caractéristiques suivantes :

- hauteur : 15 mm
 diamètre : 15 mm
 poids : 4,91 g

- 55 La résistance à la rupture de ces cylindres était supérieure à 147N et leur élasticité de 4,1 %.

Le test dit de "la cage d'écureuil", effectué dans les mêmes conditions que celles de l'exemple 1, conduit à un taux de poussière d'environ 3 % seulement.

Ces cylindres ont été tirés en bombe manométrique de 27 cm³ et ont donné les résultats suivants :

- force : 0,29 MJ/kg
- vitesse de combustion : 17,2 mm/s à 7MPa

L'analyse des gaz de combustion non filtrés donne un pourcentage d'azote supérieur à 99 %, un taux de monoxyde de carbone CO inférieur à 120 ppm et un taux d'oxydes d'azote (NO + NO₂) inférieur à 0,5 ppm.

On a également soumis ces cylindres à un test de résistance à l'humidité analogue à celui de l'exemple 1. La résistance à la rupture de ces cylindres après test d'humidité analogue à l'exemple 1 était de 104N (10,6 kgf).

La comparaison entre les exemples 1 et 2 montre qu'une composition selon l'invention présente, par rapport à une composition traditionnelle de même nature, une résistance mécanique et une tenue à l'humidité supérieures.

Exemple 3

On a procédé comme dans l'exemple 2 à partir des constituants suivants :

- NaN₃ : 53,5 parties en poids
- K NO₃ : 16,3 parties en poids
- liant : 30 parties en poids
- agent tensio-actif : 0,2 partie en poids

Le liant a été obtenu par mélange de 13,4 parties en poids de solution B avec 16,6 parties en poids de solution A.

L'agent tensio-actif était le même que celui utilisé dans l'ensemble 2.

On a obtenu par coulée des cylindres présentant les caractéristiques suivantes :

- hauteur : 15 mm
- diamètre : 15 mm
- poids : 4,9 g

Ces cylindres ont été tirés en bombe manométrique de 27 cm³ et ont donné les résultats suivants :

- force : 0,23 MJ/kg
- vitesse de combustion : 12,1 mm/s à 7MPa.

Exemple 4

On a procédé comme dans l'exemple 3 à partir des constituants suivants :

- NaN₃ : 53,5 parties en poids
- K NO₃ : 16,3 parties en poids
- liant : 30 parties en poids

Le liant a été obtenu par mélange de 10,4 parties en poids de solution B avec 19,6 parties en poids de solution A.

On n'a pas utilisé dans cet exemple d'agent tensio-actif.

On a ainsi obtenu par coulée des cylindres présentant les caractéristiques suivantes :

- hauteur : 15 mm
- diamètre : 15 mm
- poids : 4,9 g

Ces cylindres ont été tirés en bombe manométrique de 27 cm³ et ont donné les résultats suivants :

- force : 0,23 MJ/kg
- vitesse de combustion : 10,2 mm/s à 7MPa.

Exemple 5

On a procédé comme dans l'exemple 3 à partir des constituants suivants :

- NaN₃ : 53,5 parties en poids
- K NO₃ : 16,2 parties en poids
- liant : 30 parties en poids
- agent tensio-actif : 0,3 partie en poids

Le liant a été obtenu par mélange de 10,4 parties en poids de solution B avec 19,6 parties en poids de solution A.

L'agent tensio-actif était le même que celui utilisé dans l'exemple 2.

On a ainsi obtenu par coulée des cylindres présentant les caractéristiques suivantes :

- hauteur : 15 mm

diamètre : 12,5 mm

poids : 2,73 g

Ces cylindres ont été tirés en bombe manométrique de 27 cm³ et ont donné les résultats suivants :

- force : 0,24 MJ/kg
- 5 - vitesse de combustion : 18,9 mm/s à 7Mpa.

Revendications

- 10 1. Composition pyrotechnique solide génératrice de gaz non toxiques comprenant au moins un azoture alcalin ou alcalino terreux, un oxydant minéral choisi dans le groupe constitué par les nitrates alcalins ou alcalino-terreux, les perchlorates alcalins ou alcalino-terreux, les oxydes métalliques, les sulfures métalliques et le soufre, caractérisée en ce qu'elle contient, entre 5% et 40% en poids par rapport au poids total de la composition, un liant minéral qui est le produit d'une réaction de polycondensation minérale de mélanges à base de silico-aluminates alcalins.
- 15 2. Composition selon la revendication 1 caractérisée en ce que le dit liant est le produit de polymérisation d'un silico-aluminate de formule (Si₂O₅,Al₂O₂) et de silice SiO₂ en présence de soude et/ou de potasse aqueuse.
- 20 3. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la teneur pondérale en liant par rapport au poids total de la composition est comprise entre 10 % et 30 %.
- 25 4. Composition selon la revendication 1 caractérisée en ce que le dit oxydant minéral est un nitrate alcalin ou alcalino-terreux.
5. Composition selon la revendication 4 caractérisée en ce que le dit oxydant minéral est le nitrate de potassium.
- 30 6. Composition selon la revendication 5 caractérisée en ce que le dit azoture est l'azoture de sodium.
7. Procédé de fabrication d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que, après mélange et mise en forme des différents constituants de la composition, on assure dans un premier temps la polymérisation du dit liant par chauffage des dits constituants dans une enceinte fermée étanche et en ce que dans un deuxième temps on assure le séchage de la composition.
- 35 8. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que la polymérisation du dit liant est effectuée à une température voisine de 60°C.
- 40 9. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que le dit séchage est effectué par chauffage de la dite composition dans une enceinte ventilée.
10. Procédé selon la revendication 9 caractérisé en ce que la température lors du séchage est voisine de 60°C.

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 1701

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.5)
Y	FR-A-2 219 918 (ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA) * page 7, ligne 12 - page 8, ligne 28 * * page 9, ligne 21 - ligne 32; revendications * ---	1-10	C06D5/06 C06B35/00
D,Y	US-A-4 349 386 (J. DAVIDOVITS) * colonne 3, ligne 1 - colonne 4, ligne 65; revendications * ---	1-10	
D,Y	US-A-4 472 199 (J. DAVIDOVITS) * colonne 5, ligne 41 - colonne 6, ligne 29; revendications * ---	1-10	
A	US-A-4 758 287 (J.F. PIETZ) * colonne 4, ligne 9 - ligne 38; revendications * * colonne 8, ligne 42 - ligne 49 * ---	1,7	
A	EP-A-0 012 628 (THIOLKOL CORPORATION) * page 5, ligne 12 - ligne 31 * & US-A-4 203 787 ---	1	
D			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
A	DE-A-2 351 379 (SOCIETE NATIONALE DES POUDRES ET EXPLOSIFS) * revendications 1,4,8 * -----	1	C06D C06B C04B B01J
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 14 OCTOBRE 1991	Examineur SCHUT R.J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 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			

EPO FORM 1503 03.92 (P0402)