(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication: **0 013 850**
A2

(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **79401002.5**

(22) Date de dépôt: **11.12.79**

(51) Int. Cl.³: **C 06 B 25/24**, C 06 B 21/00

(30) Priorité: **22.12.78 FR 7836103**

(43) Date de publication de la demande: **06.08.80**
Bulletin 80/16

(84) Etats contractants désignés: **BE CH DE GB IT LU NL SE**

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

(72) Inventeur: **Zeller, Bernard, 2, avenue Bolvillier, F-91800 Brunoy (FR)**
Inventeur: **Couturier, René, 32, rue des Coquelicots, F-91540 Mennecy (FR)**
Inventeur: **Tribot, Robert, Les Groies de Linars, F-16290 Hiersac (FR)**

(54) Nouvelles poudres propulsives en grains à base de nitrocellulose, d'huile nitrée et de nitrate de polyvinyle et leur procédé de fabrication.

(57) Nouvelles poudres propulsives en grains à base de nitrocellulose, d'huile nitrée et de nitrate de polyvinyle et leur procédé de fabrication.

La présente invention concerne des poudres propulsives à base de nitrocellulose, d'huile nitrée et de nitrate de polyvinyle ainsi que leur procédé de fabrication

Les poudres selon l'invention contiennent entre:
- 50 et 75 parties en poids de nitrocellulose,
- 5 et 25 parties en poids d'huile nitrée,
- 5 et 25 parties en poids de nitrate de polyvinyle.

Le procédé de fabrication consiste à malaxer les bases énergétiques en présence d'un mélange acétone/alcool jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène qui est filée, essorée, découpée, trempée et séchée et se caractérise en ce que

la teneur de la pâte en acétone au malaxage est comprise entre 30 et 36% en poids par rapport à la nitrocellulose et au nitrate de polyvinyle secs et en ce que le rapport pondéral acétone/alcool est compris entre 1 et 1,5

on détermine par malaxage la nitrocellulose avec l'huile nitrée et le mélange de solvants et en ce que l'on ajoute le nitrate de polyvinyle solide par fraction au mélange,

(iii) - l'essorage avant découpage est effectué à une température inférieure à 30°C.

Les poudres selon l'invention conviennent particulièrement bien comme poudres à canon pour chars de combat.

EP 0 013 850 A2

Nouvelles poudres propulsives en grains à base de nitrocellulose, d'huile nitrée et de nitrate de polyvinyle et leur procédé de fabrication.

La présente invention se rapporte au domaine des poudres propulsives homogènes en grains pour armes et plus spécialement à celui des poudres à canon pour chars de combat. L'invention concerne des poudres propulsives à base de nitrocellulose, d'huile nitrée et de nitrate de polyvinyle ainsi que leur procédé de fabrication.

La matière de base pour la fabrication des poudres propulsives actuelles est la nitrocellulose, qui gélatinisée par un solvant approprié telle qu'un mélange éther éthylique-alcool éthylique et mélangée aux additifs usuels connus de l'homme de métier, tels que stabilisants et modérateurs de combustion, fournit les poudres communément désignées sous l'appellation générale de "poudres sans fumées". Ces poudres conviennent bien pour la plupart des armes conventionnelles. Elles sont par exemple décrites dans l'ouvrage "Les Poudres et Explosifs", de MM. L. VENNIN, E. BURLOT, H. LECORCHE, Librairie Polytechnique ch. BERANGER, page 578 et suivantes, (1932). Par contre elles ne sont pas assez "fortes" pour être avantageusement utilisées dans les canons de chars de combat. Il faut entendre par là que l'énergie développée dans la culasse de l'arme par les gaz de combustion de la poudre n'est pas suffisante pour donner la quantité de mouvement désirée au projectile. En effet, dans le cas particulier des canons de chars de combat on accepte de sacrifier la durée de vie du tube pour obtenir les performances maximales au niveau de la vitesse d'éjection

du projectile et on est amené à utiliser les poudres les plus fortes possibles.

On a cherché à augmenter la force des poudres propulsives à la nitrocellulose en y incorporant une huile explosive nitrée telle que la nitroglycérine. Ce type de poudres est par exemple décrit dans les brevets français 1 311 647, 1 456 283, 2 153 039. Ces poudres, généralement appelées poudres à double base, possèdent la force requise pour être utilisées dans les canons de chars et les mortiers mais présentent deux inconvénients majeurs. D'une part la nitroglycérine en quantité importante a tendance à migrer vers l'extérieur du grain de poudre et à former des goutelettes à la périphérie du grain, ce phénomène, encore appelé exsudation, entraine une variation dans le temps des propriétés balistiques de la poudre sans parler du danger occasionné par la présence de nitroglycérine libre en surface des grains de poudre. D'autre part, ces poudres ont une température de combustion très élevée et de ce fait provoquent une érosion trop rapide de l'arme par un échauffement excessif de la surface intérieure du tube du canon.

De manière à obtenir des poudres propulsives fortes mais présentant une température de combustion moins élevée on a proposé des poudres hétérogènes à base de nitrocellulose et de nitroglycérine et d'une charge comme la nitroguanidine. On dit que ces poudres sont hétérogènes et non homogènes car, vues en coupe au microscope, on observe que la charge ne se fond pas aux autres bases propulsives, mais conserve son identité propre. Ces poudres présentent effectivement une force intéressante pour une température de combustion inférieure à celle des poudres à double base précédemment mentionnées mais ont une tenue mécanique médiocre notamment à froid, et ce notamment en raison de leur hétérogénéité. De telles poudres sont par exemple décrites dans le brevet français 2 295 932.

Il a également été proposé d'utiliser d'autres bases pour les poudres propulsives et notamment le nitrate de polyvinyle décrit dans le brevet français 911 759. Le nitrate de polyvinyle ne peut

cependant pas être utilisé seul car sa tenue mécanique n'est pas suffisante. En mélange avec la nitrocellulose le nitrate de polyvinyle permet d'obtenir de bonnes poudres propulsives. De telles poudres sont par exemple décrites dans le brevet français 2 210 589. Cependant ces poudres ne sont pas assez fortes pour pouvoir être avantageusement utilisées dans les canons de chars, par ailleurs on n'a jamais réussi jusqu'à présent à ajouter à ce type de poudre une huile nitrée explosive et les essais de mélange des trois constituants nitrocellulose, nitrate de polyvinyle et huile explosive, ont conduit jusqu'à présent à une pâte non homogène, qu'il est pratiquement impossible de filer et de découper en grains. Pour ces raisons on en connait pas à l'heure actuelle de poudres pour canons de chars à base de nitrocellulose, de nitrate de polyvinyle et d'huile nitrée.

La présente invention a pour objet une nouvelle poudre propulsive homogène en grains, à base de nitrocellulose, d'une huile nitrée explosive et de nitrate de polyvinyle, qui présente une force suffisante pour pouvoir être employée dans les canons de chars tout en ne présentant pas les inconvénients des poudres à double base et notamment en étant moins érosive que ces dernières. Les poudres selon l'invention se caractérisent en ce qu' elles contiennent entre 50 et 75 parties en poids de nitrocellulose, entre 5 et 25 parties en poids de nitrate de polyvinyle et entre 5 et 25 parties en poids d'une huile nitrée pour 100 parties en poids de base énergétique.

La présente invention a également pour objet un procédé d'obtention des poudres selon l'invention. Le procédé selon l'invention consiste à malaxer les bases énergétiques en présence d'un mélange acétone/alcool jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène qui est filée à la presse, essorée, découpée, trempée et séchée, ce procédé se caractérise en ce que :

(i) - la teneur de la pâte en acétone au malaxage est comprise entre 30 et 36% en poids par rapport au poids de

nitrocellulose et de nitrate de polyvinyle secs, et en ce que le rapport pondéral acétone/alcool est compris entre 1,10 et 1,50,

(ii) - on commence par mélanger la nitrocellulose avec l'huile nitrée en présence des solvants puis l'on rajoute le nitrate de polyvinyle sec par fraction au mélange nitrocellulose-huile nitrée-solvants,

(iii) - l'essorage avant découpage est effectué à une température inférieure à 30°C.

Les poudres selon l'invention présentent une force comparable à celle développée, dans les mêmes conditions de tir, par les poudres à canon classiques à base de nitrocellulose et de nitroglycérine, mais elles ont une température de combustion plus faible que ces dernières et sont donc moins érosives pour les armes. La demanderesse a par ailleurs observé, que les poudres selon l'invention présentent une tendance à l'exsudation plus faible que les poudres classiques à base de nitrocellulose et d'une huile nitrée, et que, de façon surprenante, leur coefficient de température est nettement plus faible que celui des poudres à canon classiques. Le coefficient de température mesure les variations des propriétés balistiques d'une poudre (pression dans la chambre et vitesse du projectile à la sortie de l'arme) en fonction de la température, plus ce coefficient est faible et moins les propriétés balistiques de la poudre sont dépendantes de la température.

Comme il a été dit dans l'état de la technique on n'a pas su obtenir jusqu'à présent une pâte homogène à partir des trois constituants nitrocellulose- nitrate de polyvinyle-huile nitrée. La demanderesse a observé que le respect scrupuleux des conditions opératoires énoncées ci-dessus permet d'obtenir une pâte homogène qui se file bien à la presse et qui après découpage et trempage conduit à des grains de poudre ayant une géométrie définie et une bonne tenue mécanique.

.../...

Les grains de poudre selon l'invention contiennent, comme il a été dit plus haut, entre 50 et 75 parties de nitrocellulose, entre 5 et 25 parties d'huile nitrée et entre 5 et 25 parties de nitrate de polyvinyle pour 100 parties de base énergétique. La demanderesse a observé qu'en dehors de ces fourchettes de composition on n'obtenait pas de poudre homogène présentant les propriétés balistiques et mécaniques suffisantes pour pouvoir être employées comme poudres à canon. On peut employer comme huile nitrée une huile choisie dans le groupe constitué par la nitroglycérine, le trinitrate de triméthylol méthane et le trinitrate de triméthylol éthane. Selon une réalisation préférée de l'invention on utilise la nitroglycérine.

Les poudres selon l'invention contiennent d'une façon générale en plus des bases énergétiques un stabilisant tel que la nitro-2 diphénylamine, elles peuvent également contenir des agents anti-lueur comme par exemple la cryolithe de potassium. Les poudres selon l'invention ne sont en général pas lissées mais elles peuvent être graphitées selon l'usage envisagé. Une composition préférée selon l'invention contient :

- 67 parties de nitrocellulose,
- 16,5 parties de nitroglycérine,
- 16,5 parties de nitrate de polyvinyle
- 1,5 partie de nitro-2 diphénylamine.

Une autre composition préférée contient :

- 60 parties de nitrocellulose
- 20 parties de nitroglycérine
- 20 parties de nitrate de polyvinyle
- 1,5 partie de nitro-2 diphénylamine.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication des poudres selon l'invention. Ce procédé est un procédé avec solvants qui consiste à malaxer en présence desdits solvants les bases énergétiques jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène qui est filée à la presse, sous forme de brins qui sont essorés et découpés en grains.

Les grains de poudre sont alors trempés et séchés. L'obtention d'une pâte homogène à partir de nitrocellulose, d'une huile nitrée et de nitrate de polyvinyle est très délicate.

La demanderesse a découvert que seul le respect de conditions très particulières quant à la nature et aux quantités des solvants utilisés et quant aux conditions opératoires du mélange permettait d'obtenir des pâtes homogènes pouvant être aisément filées et découpées en grains.

Selon l'invention on utilise comme solvant un mélange acétone/alcool aliphatique léger dans des proportions telles que la teneur de la pâte en acétone au malaxage soit comprise entre 30 et 36 % en poids par rapport au poids de nitrocellulose et de nitrate de polyvinyle secs et en ce que le rapport pondéral acétone/alcool soit compris entre 1,10 et 1,50. Comme alcool aliphatique léger on préfèrera l'alcool éthylique. De manière à obtenir une pâte homogène le malaxage doit s'effectuer de la façon suivante. On introduit dans le malaxeur les quantités choisies de nitrocellulose, en général imprégnée par de l'alcool, et d'huile nitrée, en général déjà en solution dans l'acétone, et on complète avec de l'acétone et de l'alcool de manière à avoir les teneurs requises en solvants telles que précédemment définies. On ajoute alors le stabilisant ainsi que les additifs éventuels et on fait alors tourner le malaxeur. Dès que la pâte nitrocellulose-huile nitrée est formée on ajoute par fractions le nitrate de polyvinyle sec en faisant tourner le malaxeur entre chaque fraction de manière à obtenir à chaque fois l'absorption du nitrate de polyvinyle par la pâte déjà formée. Lorsque la totalité de la quantité de nitrate de polyvinyle a ainsi été rajoutée, on fait tourner le malaxeur pendant plusieurs heures de manières à obtenir une pâte parfaitement homogène. Une durée d'environ cinq heures est en général suffisante. La pâte ainsi obtenue est ensuite filée en brins à la presse. Les brins sont alors essorés avant d'être découpés en grains. Selon une version préférée de l'invention, l'essorage se

fait à une température inférieure à 30°C de manière à ne pas altérer les propriétés mécaniques des brins. Après essorage les brins sont découpés en grains. Les grains, après avoir éventuellement subi un premier séchage à chaud, sont alors trempés à l'eau et séchés de façon classique. Les grains de poudre ne sont en général pas lissés, mais ils peuvent être graphités selon l'usage envisagé.

L'invention permet ainsi de disposer de grains de poudre homogène à base de nitrocellulose, d'huile nitrée et de nitrate de polyvinyle qui sont notamment utilisables dans les canons de chars de combat, ces grains de poudre ayant une force comparable à celle développée dans les mêmes conditions par des grains de poudre classiques à base de nitrocellulose et de nitroglycérine. Les grains de poudre selon l'invention présentent par ailleurs le double avantage d'avoir une température de combustion moins élevée que ces grains de poudre classiques et d'avoir un coefficient de température plus faible.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples de mise en oeuvre, donnés à titre non limitatif, qui suivent.

Exemple 1

On introduit dans un malaxeur 67 kg de nitrocellulose (taux d'azote 13,2%) imprégnée d'alcool éthylique et 16,6 kg de nitroglycérine en solution dans de l'acétone et 1,5 kg de nitro-2 diphénylamine. On rajoute de l'alcool et de l'acétone de manière à avoir au total 23,4 kg d'alcool et 28,4 kg d'acétone dans le malaxeur. On fait tourner le malaxeur et quand la pâte nitrocellulose-nitroglycérine s'est formée on ajoute le nitrate de polyvinyle sec par fraction d'environ 2 kg en faisant tourner le malaxeur entre chaque ajout jusqu'à ce que l'on ait introduit 16,5 kg de nitrate de polyvinyle. On fait alors tourner le malaxeur pendant cinq heures. Après malaxage la pâte obtenue est filée à la presse sous une pression de 170 bars à travers une filière à sept broches. Les brins de poudre ainsi obtenus sont essorés à température ambiante pendant 6 heures. Après essorage les brins de poudre sont découpés en

grains et trempés à l'eau à 55°C pendant 96 heures. Les grains de poudre sont ensuite séchés. Les grains de poudre présentent alors les dimensions suivantes :

- longueur : 15,5 mm
- diamètre du grain : 7,5 mm
- diamètre des trous (7 trous au total) : 0,82 mm
- web moyen : 1,29 mm.

On a tiré ces grains de poudre dans un canon lisse de 120. Le projectile pesait 6,2 kg et la quantité de poudre employée pesait 7,850 kg. Les tirs ont été effectués à - 40°C, à + 15°C et + 51°C. A titre comparatif on a tiré dans les mêmes conditions des grains de poudre à simple base analogues aux précédents, mais constitués principalement par de la nitrocellulose ayant un taux d'azote de 13,2%.

Les résultats des tirs sont résumés dans le tableau I ci-dessous

TABLEAU 1

température de tir	nature de la poudre	P_{Max}	V_{40}
- 40°C	selon l'invention	3 624 bars	1591 m/s
	simple base	3 591 bars	1533 m/s
+ 15°C	selon l'invention	4 073 bars	1627 m/s
	simple base	4 153 bars	1587 m/s
+ 51°C	selon l'invention	4 526 bars	1640 m/s
	simple base	5 136 bars	1641 m/s

P_{Max} = pression maximum dans la chambre de combustion

V_{40} = vitesse du projectile à 40 mètres de la bouche du canon.

Il ressort du tableau I que le poudre selon l'invention donne selon les températures au projectile une vitesse au moins égale ou supérieure à celle donnée par une poudre classique à simple base et que, entre - 40°C et + 51°C la vitesse du projectile ne varie que de 49 m/s avec la poudre selon l'invention alors qu'elle varie de 88 m/s avec une poudre classique. Il en va de même au niveau des pressions développées dans la chambre lors de la mise à feu.

Par ailleurs, la température de combustion de la poudre selon l'invention calculée à partir du bilan énergétique est de 3600 K° alors que pour une poudre classique à double base de même force elle est voisine de 3780K°, de sorte que l'on dispose grâce à l'invention d'une poudre suffisamment forte pour pouvoir être avantageusement utilisée dans les canons de chars, tout en étant moins chaude que les poudres usuelles à double base utilisées dans ce type d'arme.

Exemple 2

On prend la poudre de l'exemple 1 et on la graphite dans un drageoir avec 0,2% en poids de graphite. La poudre ainsi obtenue est tirée à température ambiante dans un canon lisse de 120. Le projectile pèse 6,2 kg et on emploie 8,2 kg de poudre. La vitesse du projectile à 40 mètres de la bouche du canon est de 1675,5 m/s et la pression maximum développée dans la chambre de combustion de 4068 bars.

Exemple 3

On introduit dans un malaxeur 50 kg de nitrocellulose (taux d'azote 13,2) imprégnée d'alcool éthylique et 25 kg de nitroglycérine en solution dans l'acétone ainsi que 1,5 kg de nitro-2 diphénylamine. On rajoute de l'alcool et de l'acétone de manière à avoir au total 22,5 kg d'alcool et 26,3 kg d'acétone dans le malaxeur. On fait tourner le malaxeur et quand la pâte nitrocellulose-nitroglycérine s'est formée on ajoute le nitrate de polyvinyle sec par fraction d'environ 2 kg en faisant tourner le malxeur entre chaque ajout jusqu'à ce que l'on ait introduit au total 25 kg de nitrate de polyvinyle. On procède alors comme décrit dans l'exemple 1 de manière à obtenir des grains de poudre présentant les dimensions suivantes :

- longueur : 18,94 mm
- diamètre du grain : 8,44 mm
- diamètre des trous (sept trous au total) : 1,21 mm
- web moyen : 1,25 mm.

On a tiré ces grains de poudre dans un canon lisse de 120. Le projectile pesait 6,2 kg et la quantité de poudre employée pesait 6,2 kg. Le tir a été effectué à 15°C. La vitesse de l'obus à 40 mètres de la bouche du canon était de 1538 m/s tandis que la pression maximale dans la chambre de combustion était de 3504 bars. A titre de comparaison le même obus tiré avec 6,5 kg de poudre à simple base telle qu'utilisée dans l'exemple 1 avait une vitesse à 40 mètres de la bouche du canon de 1480 m/s pour une pression maximale dans la chambre de 3250 bars.

Exemple 4

Cet exemple est destiné à montrer l'importance du respect des conditions opératoires dans la fabrication de la poudre et plus particulièrement l'importance du respect des conditions relatives aux quantités de solvants utilisées.

On opère exactement comme décrit dans l'exemple 1 à la seule différence que l'on utilise au total 18,1 kg d'alcool et 23,6 kg d'acétone. La teneur de la pâte en acétone au malaxage est donc de 28% seulement par rapport au poids de nitrocellulose et de nitrate de polyvinyle secs. Par contre, le rapport pondéral acétone/alcool est de 1,3 et se trouve donc correct.

Dès la sortie de la filière on observe sur les brins un gonflement de l'ordre de 5 à 6% sur le diamètre. Après trempage et séchage les grains de poudre obtenus sont déformés et on observe une très grande dispersion des dimensions rendant tout usage industriel de ces grains impossible.

Revendications de brevet

1. Poudre propulsive homogène en grains, à base de nitrocellulose, de nitrate de polyvinyle et d'une huile nitrée choisie dans le groupe constitué par la nitroglycérine, le trinitrate de triméthylol méthane et le trinitrate de triméthyloléthane, caractérisée en ce qu'elle contient entre 50 et 75 parties en poids de nitrocellulose, entre 5 et 25 parties en poids de nitrate de polyvinyle et entre 5 et 25 parties en poids d'huile nitrée pour 100 parties de base énergétique.

2. Poudre propulsive selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient un stabilisant.

3. Poudre propulsive selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle contient :
- 67 parties de nitrocellulose
- 16,5 parties de nitroglycérine
- 16,5 parties de nitrate de polyvinyle
- 1,5 partie de nitro-2 diphénylamine.

4. Poudre propulsive selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle contient :
- 60 parties de nitrocellulose
- 20 parties de nitroglycérine
- 20 parties de nitrate de polyvinyle
- 1,5 partie de nitro-2 diphénylamine.

5. Procédé de fabrication d'une poudre propulsive selon la revendication 1 consistant à malaxer les bases énergétiques en présence d'un mélange acétone/alcool aliphatique léger jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène qui est filée à la presse, essorée, découpée trempée et séchée, caractérisé en ce que :

(i) - la teneur de la pâte en acétone au malaxage est comprise entre 30 et 36% en poids par rapport au poids

de nitrocellulose et de nitrate de polyvinyle secs et en ce que le rapport pondéral acétone/alcool est compris entre 1,10 et 1,50,

(ii) - on commence par mélanger la nitrocellulose avec l'huile nitrée en présence de solvants et en ce que l'on rajoute le nitrate de polyvinyle solide par fraction au mélange nitrocellulose-huile nitrée-solvants,

(iii) - l'essorage avant découpage est effectué à une température inférieure à 30°C.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que ledit alcool aliphatique léger est l'alcool éthylique.