



(11)

EP 1 652 574 A2

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
03.05.2006 Bulletin 2006/18

(51) Int Cl.:
B01F 5/10 (2006.01) **B01F 7/18** (2006.01)
B01F 3/12 (2006.01) **B01F 3/14** (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **05292264.8**

(22) Date de dépôt: **26.10.2005**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI
SK TR**
Etats d'extension désignés:
AL BA HR MK YU

- **Marraud, Christine**
17210 Chevanceaux (FR)
- **Giraud, Eric**
33200 Bordeaux (FR)
- **Marchand, Eric**
33160 Saint Medard en Jalles (FR)

(30) Priorité: **02.11.2004 FR 0411638**

(71) Demandeur: **SNPE Matériaux Energétiques**
75004 Paris (FR)

(74) Mandataire: **Le Roux, Martine et al**
Cabinet Beau de Loménie
158, rue de l'Université
75340 Paris Cédex 07 (FR)

(72) Inventeurs:
• **Gaudre, Marie**
33185 Le Haillan (FR)

(54) **Procédé et dispositif de préparation d'une pâte de propergol de type composite**

(57) La présente invention a pour objet un procédé de préparation d'une pâte de propergol de type composite ainsi qu'un dispositif convenant à la mise en oeuvre

dudit procédé. Ledit procédé comprend, de façon caractéristique, un échange thermique sur au moins une fraction de pâte extraite du malaxeur et mise en circulation dans une boucle de circulation extérieure.

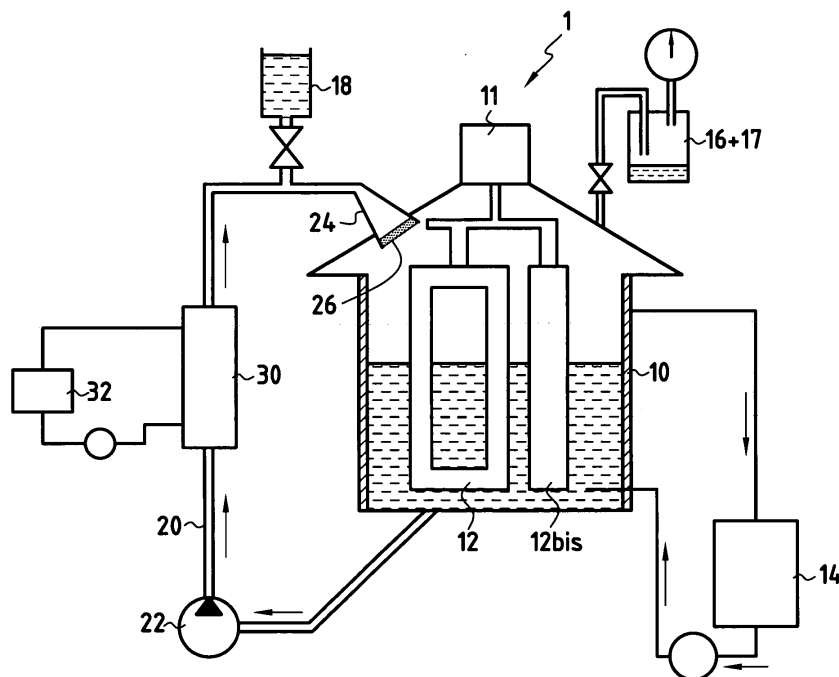


FIG.1

Description

[0001] La présente invention a pour objet un procédé de préparation d'une pâte de propergol de type composite ainsi qu'un dispositif convenant à la mise en oeuvre dudit procédé.

[0002] Lesdits procédé et dispositif constituent des améliorations aux procédé et dispositif existants à ce jour.

[0003] L'invention trouve notamment application dans le domaine de la fabrication de chargements de propergol solide pour lanceur spatial, stratégique et/ou tactique.

[0004] Un propergol solide de type composite comprend une matrice polymérique solide ou liant, des charges solides pulvérulentes (oxydantes, éventuellement réductrices et/ou énergétiques) ainsi que divers additifs.

[0005] Le liant est préparé à partir d'une résine liquide, présentant des terminaisons chimiquement réactives, susceptible d'être réticulée par au moins un réticulant lui aussi liquide. On introduit dans la résine liquide, suivant un ordre approprié, les différents ingrédients du propergol, puis le réticulant. La résine en durcissant (en réticulant) par une cuisson à une température compatible avec la présence de matériaux pyrotechniques, enrobe tous les ingrédients et notamment les charges pulvérulentes pour former un corps solide.

[0006] On trouve par exemple dans DAVENAS "Technologie des propergols solides", chapitres 10 et 11, Ed. Masson 1989, plus de détails sur les différents ingrédients entrant dans la composition des propergols de type composite.

[0007] Le procédé actuellement utilisé pour fabriquer des blocs de tels propergols est un procédé discontinu, dit par "batch", consistant à préparer une certaine quantité de produit en plusieurs malaxées et à les couler dans un seul ou plusieurs chargements.

[0008] Dans une première étape, les différents ingrédients sont introduits dans un malaxeur selon un ordre approprié et soigneusement et longuement malaxés, dans des conditions de pression (en général le vide) et de température bien précises. Pour l'étape suivante, le mélange qui se présente sous forme d'une pâte très visqueuse est coulé dans un moule, avec des outillages de mise en forme. L'ensemble subit une cuisson pour assurer le durcissement de la pâte. Le moule constitue dans certains cas l'enveloppe même du propulseur, enveloppe qui est convenablement préparée pour la réalisation du chargement.

[0009] Pour la fabrication de gros chargements, de quelques dizaines à quelques centaines de tonnes, utilisés en général dans le domaine spatial (accélérateurs accolés au lanceur) ou stratégique, il faut enchaîner plusieurs malaxées-coulées dans la même enveloppe. L'enchaînement des malaxées et des coulées doit être rapide, précis et rigoureux.

[0010] La phase de malaxage de pâte très visqueuse est essentielle pour la qualité du produit fini. C'est une phase longue et coûteuse par le matériel immobilisé et l'énergie consommée.

[0011] La durée de cette phase de malaxage, qui comprend des variations imposées de température (réchauffage puis refroidissement de la pâte) s'explique :

- d'une part, par la difficulté à réaliser un bon mélange, notamment dans le sens vertical (par opposition au sens radial) du malaxeur. La composition renferme des matières très différentes : des granulés, en grande quantité et des liquides, en petites quantités. La pâte résultante présente une forte viscosité ;
- d'autre part, par la mauvaise qualité des échanges thermiques :
 - la pâte de propergol est un matériau thermiquement peu conducteur (les échanges thermiques sont donc lents) ;
 - la surface d'échange thermique, qui est celle de la cuve du malaxeur, est réduite et de plus une couche solide isolante de pâte se forme sur la paroi.

[0012] Par ailleurs, les contraintes actuelles en matière de fabrication de matériaux énergétiques nécessitent l'utilisation de charges plus sensibles. Or, la mise en oeuvre de ces nouvelles matières premières ne doit pas entraîner une augmentation du coût de fabrication en raison de mesures de sécurité accrues, exigées pour leur manipulation.

[0013] Ainsi, un premier problème à résoudre consiste à mettre au point un procédé de malaxage de pâte de propergol de type composite, dans lequel la durée de malaxage est réduite sans altération de la qualité du produit fini.

[0014] Un autre problème à résoudre consiste à pouvoir utiliser, si nécessaire, des charges sensibles (par exemple des charges susceptibles de réagir très violemment, jusqu'à détonner, pour de faibles sollicitations (hauteur de chute très faible (quelques cm), de faibles frottement)) sans modification substantielle du procédé de malaxage, et donc sans augmentation de coût et de risque.

[0015] Selon l'invention, en référence à ces deux types de problèmes techniques (réduction de la durée du malaxage et intervention de charges sensibles), on propose un perfectionnement à la phase de malaxage du procédé de préparation d'une pâte de propergol de type composite. Ledit perfectionnement est basé sur la mise en oeuvre d'un échange thermique sur au moins une fraction de la pâte (en cours de malaxage) mise en circulation extérieure.

[0016] Ainsi, selon son premier objet, l'invention concerne un procédé de préparation d'une pâte de propergol à base d'un liant renfermant des charges solides (pâte de propergol de type composite). Ledit procédé, de façon classique, comprend successivement l'introduction dans un malaxeur des ingrédients constitutifs de ladite pâte puis le malaxage,

dans ledit malaxeur, dans des conditions de température et pression adéquates, de la pâte constituée.

[0017] De façon caractéristique, en cours dudit procédé de l'invention :

- au moins une fraction de la pâte malaxée est extraite dudit malaxeur ;
- ladite au moins une fraction de la pâte malaxée extraite est soumise à un échange thermique ; et
- ladite au moins une fraction de la pâte malaxée extraite, réchauffée ou refroidie, est réintroduite dans ledit malaxeur.

[0018] En cours du procédé de malaxage, une fraction de la pâte malaxée (voire plusieurs fractions de celle-ci) est (sont) mise(s) à circuler, en boucle, à l'extérieur du malaxeur et subit un échange thermique au niveau de cette boucle de circulation extérieure (de chacune de ces boucles de circulation extérieure). Lorsque plusieurs boucles existent, pour la circulation de différentes fractions de pâte, on a compris qu'elles sont "montées en parallèle" sur le malaxeur.

[0019] L'expression "au moins une fraction" signifie dans le présent texte "une ou plusieurs fractions" mais ne couvre pas l'extraction en une seule fois de l'intégralité de la pâte, de l'intégralité de la charge du malaxeur. Bien évidemment, il n'est pas exclu que, par fraction, toute la charge du malaxeur soit concernée par la mise en circulation.

[0020] Selon une variante avantageuse de mise en oeuvre du procédé de l'invention, une unique fraction de pâte est prélevée, subit un échange thermique et retourne dans le malaxeur, refroidie ou réchauffée.

[0021] L'expression "en cours de malaxage" signifie pendant le malaxage mais ne signifie pas forcément au cours du malaxage, c'est-à-dire tout au long dudit malaxage (elle signifie en fait que les étapes de circulation extérieure et chauffage et/ou refroidissement peuvent se produire pendant toute la phase de malaxage ou pendant seulement une partie de celle-ci). En effet, l'homme du métier conçoit d'ores et déjà l'intérêt de réchauffer la pâte (via le concept de l'invention) au démarrage du malaxage (suite à l'introduction des charges, on peut ainsi maîtriser un réchauffement global, visant à diminuer la viscosité, tout en limitant les échauffements locaux), voire lors de celui-ci et de refroidir ladite pâte (via le même concept de l'invention) en fin dudit malaxage (on ne peut en effet couler ou injecter un propergol trop chaud). Ainsi, le procédé de l'invention peut-il être mis en oeuvre selon de nombreuses variantes et notamment :

- avec circulation et chauffage d'une fraction de la pâte, au démarrage seulement ; ou
- avec circulation et refroidissement d'une fraction de la pâte en fin de malaxage seulement ; ou
- avec circulation et chauffage d'une fraction de la pâte au démarrage et avec circulation et refroidissement d'une fraction de la pâte en fin de malaxage...

[0022] Le procédé de l'invention peut être mis en oeuvre pour préparer des pâtes de propergol renfermant des charges solides pulvérulentes plus ou moins sensibles. Ainsi, ledit procédé peut-il comprendre l'introduction dans le malaxeur de charges solides pulvérulentes pas ou peu sensibles et/ou de charges solides pulvérulentes sensibles flegmatisées à l'aide d'au moins un fluide flegmatisant.

[0023] L'homme du métier n'ignore pas que si des charges sensibles interviennent dans la fabrication d'un propergol, elles sont manipulées, "incorporées" dans un fluide "flegmatisant". Généralement, un seul fluide de ce type intervient. On n'exclut toutefois nullement l'intervention d'au moins deux fluides de ce type, en mélange.

[0024] Par fluide flegmatisant, on entend au sens de l'art antérieur et de la présente invention un gaz liquéfié ou, le plus souvent, un liquide inerte, c'est-à-dire ne réagissant pas aux sollicitations précédemment évoquées. Lorsqu'une charge sensible, voire très sensible est mise en suspension dans ce liquide, elle réagit beaucoup moins aux sollicitations et peut être manipulée avec des précautions nettement moins sévères. Ce procédé de flegmatisation est connu en soi. Lorsque le fluide flegmatisant est un liquide, ce liquide doit être un non-solvant pour la charge pulvérulente afin de ne pas altérer la granulométrie de ladite charge ; il doit également être préférentiellement non toxique et non inflammable dans les conditions d'utilisation.

[0025] A titre d'exemple de fluide flegmatisant susceptible d'être mis en oeuvre, on peut citer CO₂, N₂, l'acétone, l'acétate d'éthyle et les hydrofluoroéthers.

[0026] Le rapport massique entre fluide flegmatisant et charges pulvérulentes sensibles est généralement de l'ordre de 75/25 à 25/75. Sachant que la pâte de propergol prête à la coulée peut comporter de 65 à 80 % en masse de charges pulvérulentes sensibles, il y a donc en règle générale une quantité très importante de liquide flegmatisant à éliminer.

[0027] Selon l'art antérieur, un tel fluide flegmatisant est généralement éliminé avant que les charges ne soient introduites dans le malaxeur. On voit plus loin que, dans le cadre du procédé de l'invention, les charges flegmatisées peuvent être introduites directement dans le malaxeur, le fluide flegmatisant étant éliminé dans ledit malaxeur.

[0028] Dans un tel contexte d'intervention de charges solides pulvérulentes sensibles dans l'élaboration du propergol, donc d'intervention de fluide flegmatisant, on comprend l'intérêt tout particulier du procédé de l'invention qui en optimisant le chauffage de la pâte permet d'optimiser l'élimination *in situ* du fluide flegmatisant... Ceci est précisé en détail ci-après.

[0029] Selon une première variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention, au moins une fraction de la pâte malaxée est extraite du malaxeur, réchauffée, puis re-introduite dans ledit malaxeur.

[0030] On peut ainsi, de manière générale, accélérer la montée en température de la pâte à l'intérieur du malaxeur,

l'énergie conférée à la fraction(aux fractions) de pâte réchauffée(s) étant mieux valorisée que si elle avait été communiquée à la masse totale de pâte au sein du malaxeur...

[0031] Lorsque le procédé de l'invention comprend l'introduction dans le malaxeur de charges solides pulvérulentes sensibles flegmatisées à l'aide d'au moins un fluide flegmatisant, cette première variante - avec réchauffement - comprend avantagement la mise en oeuvre du réchauffement (au moins au démarrage du malaxage) dans des conditions de température où ledit au moins un fluide flegmatisant est vaporisé. Ces conditions de température sont bien évidemment à optimiser au vu de la nature du(des) fluide(s) flegmatisant(s) en cause et de l'éventuelle présence de matériaux pyrotechniques. On indique, de façon nullement limitative, que la au moins une fraction de pâte malaxée extraite est alors avantagement réchauffée à une température comprise entre 50°C et 95°C, très avantagement à une température comprise entre 55 et 80°C. Dans le cadre de la mise en oeuvre de cette première variante du procédé avec fluide(s) flegmatisant(s), on prévoit avantagement de récupérer le(s)dit(s) fluide(s) vaporisé(s).

[0032] Selon une seconde variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention, au moins une fraction de la pâte malaxée est extraite du malaxeur, refroidie, puis réintroduite dans ledit malaxeur.

[0033] On peut ainsi, en fin de malaxage, accélérer le refroidissement de la masse totale de pâte à l'intérieur du malaxeur.

[0034] On indique, de façon nullement limitative, que la au moins une fraction de pâte malaxée extraite peut ainsi être refroidie à une température comprise entre 55°C et 20°C, plus généralement à une température comprise entre 55°C et 40°C.

[0035] On a déjà précisé que le procédé de l'invention peut être mis en oeuvre dans un premier temps selon la première variante et dans un second temps selon la seconde variante.

[0036] A la lecture de ce qui précède, l'homme du métier a déjà saisi tout l'intérêt du procédé de l'invention. En référence aux problèmes techniques invoqués dans l'introduction de la présente description, il permet :

- de réduire la durée du cycle de malaxage (en assurant notamment un bon malaxage vertical), et donc de diminuer les coûts de fabrication et/ou d'investissement ;
- d'introduire des charges sensibles, sans modification importante du procédé et surtout sans risque complémentaire.

[0037] Le procédé de l'invention décrit ci-dessus en référence à la préparation de pâte de propergol, de type composite, en général, convient tout particulièrement à la préparation de chargements composites explosifs. A titre d'exemples de chargements de ce type, on peut mentionner ceux décrits dans la demande EP-A-1 333 015.

[0038] Le procédé de l'invention ne pose pas de difficulté particulière, quant à sa mise en oeuvre. Les paramètres à gérer, voire à optimiser sont bien évidemment, pour une boucle de circulation extérieure, le débit de pâte concernée et l'intensité de l'échange thermique à mettre en oeuvre. On peut mentionner ici, de manière incidente, que la(les) fraction (s) de pâte est(sont) avantagement prélevée(s), extraite(s), en partie basse de la cuve de malaxage, voire au fond de ladite cuve et réintroduite(s) en partie haute de ladite cuve. L'opération de réintroduction est généralement menée au-dessus de la masse de pâte au sein du malaxeur.

[0039] Selon son deuxième objet, l'invention concerne un dispositif convenant à la mise en oeuvre du procédé décrit ci-dessus. Ledit dispositif est du type de ceux de l'art antérieur, il a été modifié, dans une moindre mesure, pour inclure au moins une boucle de circulation extérieure équipée d'au moins un échangeur thermique.

[0040] Plus précisément, le dispositif de l'invention adapté à la préparation d'une pâte de propergol à base d'un liant renfermant des charges solides pulvérulentes (pâte de propergol de type composite) comprend un malaxeur incluant une cuve de malaxage et des moyens de malaxage, des moyens de thermorégulation et de dépressurisation de ladite cuve et des moyens d'introduction des ingrédients constitutifs de la pâte, y compris des moyens d'introduction de charges solides pulvérulentes. En cela, ledit dispositif est du type de ceux de l'art antérieur. De façon caractéristique, il comprend en sus au moins une boucle de circulation extérieure équipée de moyens de circulation et d'au moins un échangeur thermique. Chaque boucle avec ses équipements doit permettre la circulation avec échange thermique d'une fraction de la pâte malaxée.

[0041] Les moyens équipant chacune des boucles de circulation extérieure (équipant la boucle de circulation extérieure) sont évidemment adaptés à la nature de la pâte en cause.

[0042] Les moyens de circulation du type pompe sont plus particulièrement adaptés à la viscosité de ladite pâte.

[0043] Selon une variante avantageuse, lesdits moyens comprennent une pompe péristaltique.

[0044] Selon une autre variante avantageuse, le au moins un échangeur thermique est un mélangeur statique, du type à double enveloppe à circulation forcée de fluide caloporteur à contre-courant. Un tel mélangeur statique assure non seulement le chauffage ou le refroidissement de la pâte de propergol en circulation mais permet également d'améliorer l'homogénéisation de ladite pâte avant sa réintroduction dans la cuve du malaxeur. Ceci contribue à la bonne qualité du produit fini.

[0045] Pour ce qui concerne les moyens d'introduction de charges solides pulvérulentes dans la cuve de malaxage, ils peuvent être agencés sur la cuve, indépendamment de toute boucle de circulation extérieure. Ils sont avantagement

agencés pour déboucher dans une(la) boucle de circulation extérieure, très avantageusement agencés, dans un tel cas de figure, en aval du(des) échangeur(s) thermique(s).

[0046] Les moyens de thermorégulation et dépressurisation permettent de contrôler les conditions de température et pression au sein du malaxeur. Les moyens de dépressurisation assurent généralement le vide, au sein dudit malaxeur. Ils interviennent en fait de la même façon qu'ils le font dans les dispositifs de l'art antérieur mais sont en sus susceptibles de contribuer à l'élimination du fluide flegmatisant introduit dans le malaxeur (selon l'art antérieur, ledit fluide était éliminé hors du malaxeur). Auxdits moyens de dépressurisation est avantageusement couplée une unité de condensation. Une telle unité intervient pour la récupération des fluides flegmatisés vaporisés, éventuellement introduits avec les charges solides pulvérulentes.

[0047] La(les) boucle(s) de circulation extérieure est(sont) avantageusement agencée(s) pour assurer une circulation à partir d'une partie basse de la cuve, voire du fond de ladite cuve, vers le haut de ladite cuve. On a vu que la(les)dite(s) boucle(s) débouche(nt) généralement en partie haute, au-dessus du niveau de remplissage prévu pour ladite cuve.

[0048] On se propose maintenant d'illustrer l'invention, de manière nullement limitative, par les figures annexées et exemples ci-après.

[0049] La figure 1 représente schématiquement une variante de réalisation d'un dispositif de l'invention.

[0050] La figure 2 représente la vitesse de refroidissement d'une pâte de propegol inerte préparée selon le procédé de l'invention.

[0051] Ladite figure 2 est à considérer avec les exemples comparatifs 1a et 1b ainsi que les exemples 2a et 2b de l'invention, donnés ci-après.

[0052] Sur la figure 1, on a représenté en 1 un malaxeur du type à double enveloppe, dans laquelle circule un fluide caloporteur que l'on peut chauffer ou refroidir à volonté, tel que de l'eau glycolée ;

en 10, la cuve dudit malaxeur 1 ;

en 12 et 12bis, des moyens de malaxage, plus précisément des pales verticales, solidaires du couvercle du malaxeur 1 et entraînées par un moteur 11 ;

en 14, des moyens de thermorégulation aptes à contrôler la température de la cuve 10 ;

en 16, des moyens de dépressurisation aptes à contrôler la pression (vide ou faible pression) de ladite cuve 10. Auxdits moyens de dépressurisation 16, on a couplé une unité de condensation 17 apte à permettre la récupération d'un fluide flegmatisant, dans l'hypothèse où un tel fluide flegmatisant intervient.

[0053] De façon caractéristique, à la cuve 10 du malaxeur 1 est associée une boucle de circulation extérieure 20 équipée de moyens de circulation, une pompe 22, et d'un échangeur thermique 30. La température du fluide caloporteur, circulant dans ledit échangeur thermique 30, est régulée par l'intermédiaire du groupe thermique 32.

[0054] La boucle de circulation extérieure 20 présente en son embouchure de réintroduction un tube 24 équipé d'une grille 26. Une telle grille 26 intervient avantageusement pour éviter l'entrée de corps étrangers et favoriser le dégazage de la pâte réintroduite, en partageant le flux de ladite pâte en minces filets.

[0055] En 18, on a représenté une trémie pour l'introduction de charges solides pulvérulentes. Ladite trémie 18, selon la variante représentée, débouche dans la boucle de circulation 20, en aval de l'échangeur thermique 30.

[0056] En référence à cette figure 1, on peut rapidement décrire une mise en oeuvre du procédé de l'invention.

[0057] De façon classique, on introduit préalablement dans la cuve 10 du malaxeur 1 ouvert, le liant liquide, les charges réductrices (par exemple de la poudre d'aluminium), les différents additifs sauf le réticulant et le catalyseur de réticulation, et les charges oxydantes, par exemple le perchlorate d'ammonium.

[0058] Le malaxeur 1 est fermé et les ingrédients sont mélangés et chauffés jusqu'à environ 70°C (à cette fin, le fluide caloporteur de la cuve est porté à environ 80°C) ; la mise sous vide (ou faible pression) permet de dégazer le mélange. En continuant à malaxer et à chauffer, on introduit la charge oxydante pulvérulente via la trémie 18 : le chauffage permet de compenser l'augmentation de viscosité due à l'introduction des charges pulvérulentes. On poursuit alors le malaxage et l'homogénéisation de la pâte (on vise généralement à porter ladite pâte homogénéisée à une température entre 20°C et 80°C, préférentiellement entre 50°C et 65°C). Ladite pâte est ensuite refroidie (à cette fin, le fluide caloporteur de la cuve est porté à environ 30°C), jusqu'à la température de coulée, environ 50°C. On introduit alors, toujours par la trémie 18, le réticulant et le catalyseur de réticulation, avant de procéder à la coulée après une dernière séquence d'homogénéisation.

[0059] La température de la cuve 10 du malaxeur 1 est contrôlée par les moyens 14 ; la pression par le système de dépressurisation 16.

[0060] Selon l'invention, on améliore au moins l'une des étapes de chauffage et refroidissement ci-dessus, en extrayant un flux de pâte du fond de la cuve 1, en le faisant circuler dans la boucle 20 avec réchauffage ou refroidissement (efficace) au niveau de l'échangeur thermique 30 et en le réintroduisant, réchauffé ou refroidi, dans la partie supérieure de la cuve 1 (au-dessus du niveau de la surface de masse de pâte).

[0061] Le réchauffage en cause peut être un simple réchauffage ou contribuer également à extraire efficacement un fluide flegmatisant introduit avec des charges solides pulvérulentes sensibles flegmatisées.

ExemplesObtention d'un propergol inerte pour expériences de refroidissement

5 **[0062]** Dans un malaxeur vertical en acier inoxydable de capacité 5 gallons (environ 19 litres), on prépare une pâte de propergol inerte, mais représentative d'un propergol réel (pour s'affranchir des mesures de sécurité), par mélange à environ 65°C-70°C, durant 2 à 3 heures, des ingrédients suivants :

- 12 % en masse de liant à partir d'un polybutadiène à terminaison hydroxytéléchélique (R45HT d'ATOFINA),
- 10 - 68 % en masse d'une charge pulvérulente inerte (chlorure de potassium) ; et
- 20 % en masse de poudre d'aluminium.

Exemples comparatifs 1a et 1b : refroidissement selon un procédé conventionnel

15 **[0063]** La pâte de propergol inerte obtenue ci-dessus est refroidie dans le malaxeur par circulation de fluide caloporteur à 40°C dans la double enveloppe de la cuve du malaxeur. La cuve est sous vide (environ 5 mm Hg), et la vitesse de rotation des pales est de 5 tr/min. On mesure la température de la pâte en fond de cuve pendant l'étape de refroidissement. Pour deux malaxées distinctes, les résultats sont consignés dans le Tableau 1 et représentés sur la figure 2.

20

Tableau 1

	T pâte initiale	T fluide caloporteur	V refroidissement
Ex. Comp. 1a	64°C	40°C	0,75°C/min
Ex. Comp. 1b	70°C	40°C	0,9°C/min

25

[0064] Comme on peut le voir sur la figure 2, le refroidissement de la pâte de propergol, de 64°C à 55°C, s'effectue en 12 min (Ex. Comp. 1a), et le refroidissement de 70°C à 55°C s'effectue en 13 à 14 min (Ex. Comp. 1b).

Exemples 2a et 2b de l'invention

30 **[0065]** La même pâte de propergol que celle préparée ci-dessus est refroidie selon le procédé de l'invention. Les conditions de fonctionnement du malaxeur sont identiques à celles des deux exemples comparatifs précédents. Mais, pour la phase de refroidissement, la pâte de propergol est prélevée en fond de cuve par l'intermédiaire d'une pompe péristaltique, passe dans un échangeur thermique puis est réinjectée dans la cuve du malaxeur selon le schéma représenté par la figure 1 ; pour ces essais, le dispositif comporte un seul circuit extérieur.

35

[0066] La pompe péristaltique est une pompe de marque ABAQUE type ALO, dont le débit varie entre 250 kg/h et 150 kg/h suivant la viscosité, croissante, de la pâte lorsque celle-ci se refroidit et que sa température diminue d'environ 70°C à environ 45°C.

40

[0067] L'échangeur thermique est constitué par un mélangeur statique de marque SULZER de type SMXL de 30 mm de diamètre et de 800 mm de longueur ; il comporte une double paroi avec circulation d'un fluide caloporteur à 30° C pour l'exemple 2a et à 20°C pour l'exemple 2b.

[0068] On mesure la température de la pâte de propergol en fond de cuve pendant l'étape de refroidissement. Pour deux malaxées distinctes, les résultats sont consignés dans le Tableau 2 et représentés sur la figure 2.

45

Tableau 2

	T pâte initiale	T fluide caloporteur échangeur	V refroidissement
Ex. 2a	66°C	30°C	1,75°C/min
Ex. 2b	69°C	20°C	3°C/min

50

[0069] Comme on peut le voir sur la figure 2, la mise en oeuvre du procédé de l'invention permet de refroidir la pâte de propergol de 66°C à 55°C en environ 6 min. (Ex. 2a), et de 69°C à 55°C en 5 min (Ex. 2b). La vitesse de refroidissement est donc doublée (Ex. 2a v. Ex. Comp. 1a), voire triplée (Ex. 2b v. Ex. Comp. 1b).

55

Exemple 3 : élimination de fluide flegmatisant

[0070] On flegmatise une charge sensible (hexogène) en mélangeant 1,5 kg de ladite charge sensible à 4,5 kg d'un hydrofluoroéther liquide, commercialisé sous la dénomination HFE 7100 par la Société 3M. La température d'ébullition du HFE 7100 est de 61°C à la pression atmosphérique ; de plus, ce produit n'est ni cancérigène, ni mutagène, et il n'est pas nocif pour la reproduction (non CMR). Enfin il est ininflammable dans les présentes conditions d'utilisation.

[0071] Dans la cuve d'un petit malaxeur vertical de 1 gallon (3,8 litres), qui contient déjà 1,5 kg de liant liquide, on introduit par gravité les 6 kg de mélange flegmatisé par une trémie. L'eau de la double enveloppe de la cuve est maintenue à 65°C. Par la boucle extérieure on prélève environ 10 kg/h du mélange et on les fait transiter dans un échangeur SULZER SMXL de diamètre 36 mm et de longueur 240 mm dont la double enveloppe est aussi chauffée à 65°C ; l'hydrofluoroéther (HFE) est vaporisé et les vapeurs sont reprises dans le malaxeur, puis évacuées vers le piège lorsque la pâte est réinjectée dans le malaxeur. Au bout de 25 minutes, on constate que :

- le condenseur ne débite plus : donc il n'y a plus de vapeur de HFE ;
- la puissance demandée par le moteur du malaxeur augmente : la pâte devient plus visqueuse car le HFE liquide est éliminé.

[0072] L'élimination du liquide flegmatisant est donc rapide en utilisant le procédé de l'invention. A titre indicatif, on estime que l'élimination de la même quantité de HFE en utilisant un procédé de malaxage classique, c'est-à-dire sans circulation de la pâte de propergol dans une boucle extérieure, nécessiterait entre 1h et 2h.

Revendications

1. Procédé de préparation d'une pâte de propergol à base d'un liant renfermant des charges solides pulvérulentes, ledit procédé comprenant successivement l'introduction dans un malaxeur (1) des ingrédients constitutifs de ladite pâte puis le malaxage, dans ledit malaxeur (1), dans des conditions de température et pression adéquates, de la pâte constituée, **caractérisé en ce qu'en cours dudit malaxage :**

- au moins une fraction de la pâte malaxée est extraite dudit malaxeur (1) ;
- ladite au moins une fraction de la pâte malaxée extraite est soumise à un échange thermique ; et
- ladite au moins une fraction de pâte malaxée extraite, réchauffée ou refroidie, est réintroduite dans ledit malaxeur (1).

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il** comprend l'introduction dans ledit malaxeur de charges solides pulvérulentes pas ou peu sensibles et/ou de charges solides pulvérulentes sensibles flegmatisées à l'aide d'au moins un fluide flegmatisant.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** ladite au moins une fraction de pâte malaxée extraite est réchauffée.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce qu'il** comprend l'introduction dans ledit malaxeur de charges solides pulvérulentes sensibles flegmatisées à l'aide d'au moins un fluide flegmatisant et le réchauffage de ladite au moins une fraction de pâte malaxée extraite dans des conditions de température où ledit au moins un fluide flegmatisant est vaporisé.

5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** ladite au moins une fraction de pâte malaxée extraite est réchauffée à une température comprise entre 50°C et 95°C, avantageusement entre 55°C et 80°C.

6. Procédé selon l'une des revendications 4 ou 5, **caractérisé en ce que** ledit au moins un fluide flegmatisant vaporisé est récupéré.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** ladite au moins une fraction de pâte malaxée extraite est refroidie.

8. Procédé selon la revendication 7, **caractérisé en ce que** ladite au moins une fraction de pâte malaxée extraite est refroidie à une température comprise entre 55°C et 20°C, plus généralement comprise entre 55°C et 40°C.

- 5 9. Dispositif convenant à la préparation d'une pâte de propergol à base d'un liant renfermant des charges solides pulvérulentes, comprenant un malaxeur (1) incluant une cuve de malaxage (10) et des moyens de malaxage (12, 12bis) ainsi que des moyens de thermorégulation (14) et de dépressurisation (16) de ladite cuve (10) et des moyens d'introduction des ingrédients constitutifs de ladite pâte, y compris des moyens d'introduction (18) de charges solides pulvérulentes, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre au moins une boucle de circulation extérieure (20) équipée de moyens de circulation (22) et d'au moins un échangeur thermique (30), destinée à la circulation avec échange thermique d'une fraction de la pâte de propergol malaxée dans ladite cuve (1).
- 10 10. Dispositif selon la revendication 9, **caractérisé en ce que** lesdits moyens de circulation (22) comprennent une pompe péristaltique.
11. Dispositif selon la revendication 9 ou 10, **caractérisé en ce que** ledit au moins un échangeur thermique (30) est un mélangeur statique, du type à double enveloppe à circulation forcée de fluide caloporteur à contre-courant.
- 15 12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, **caractérisé en ce que** lesdits moyens d'introduction (18) de charges solides pulvérulentes débouchent dans ladite au moins une boucle de circulation extérieure (20), avantageusement en aval du(des) échangeur(s) thermique(s) (30).
- 20 13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 9 à 12, **caractérisé en ce qu'une** unité de condensation (17) est couplée aux moyens de dépressurisation (16).

25

30

35

40

45

50

55

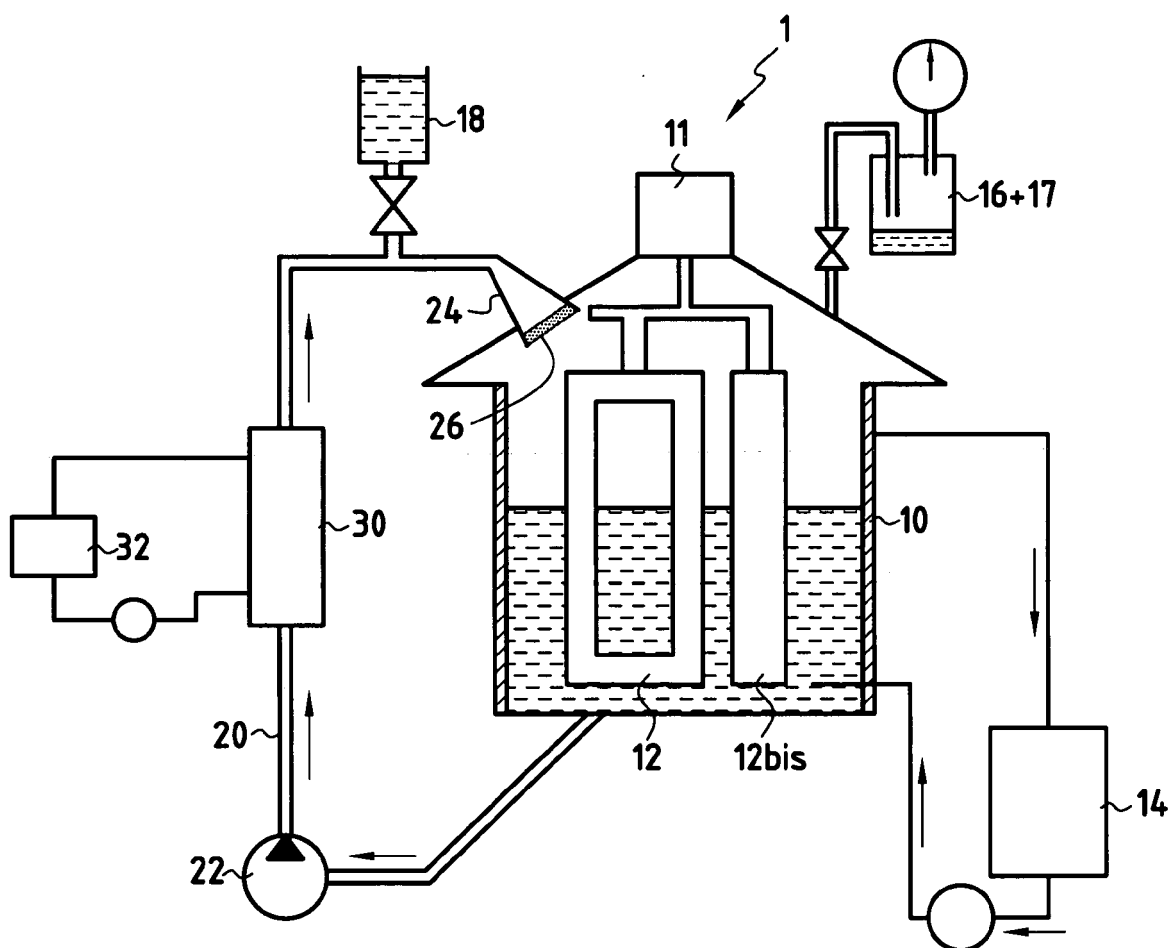


FIG.1

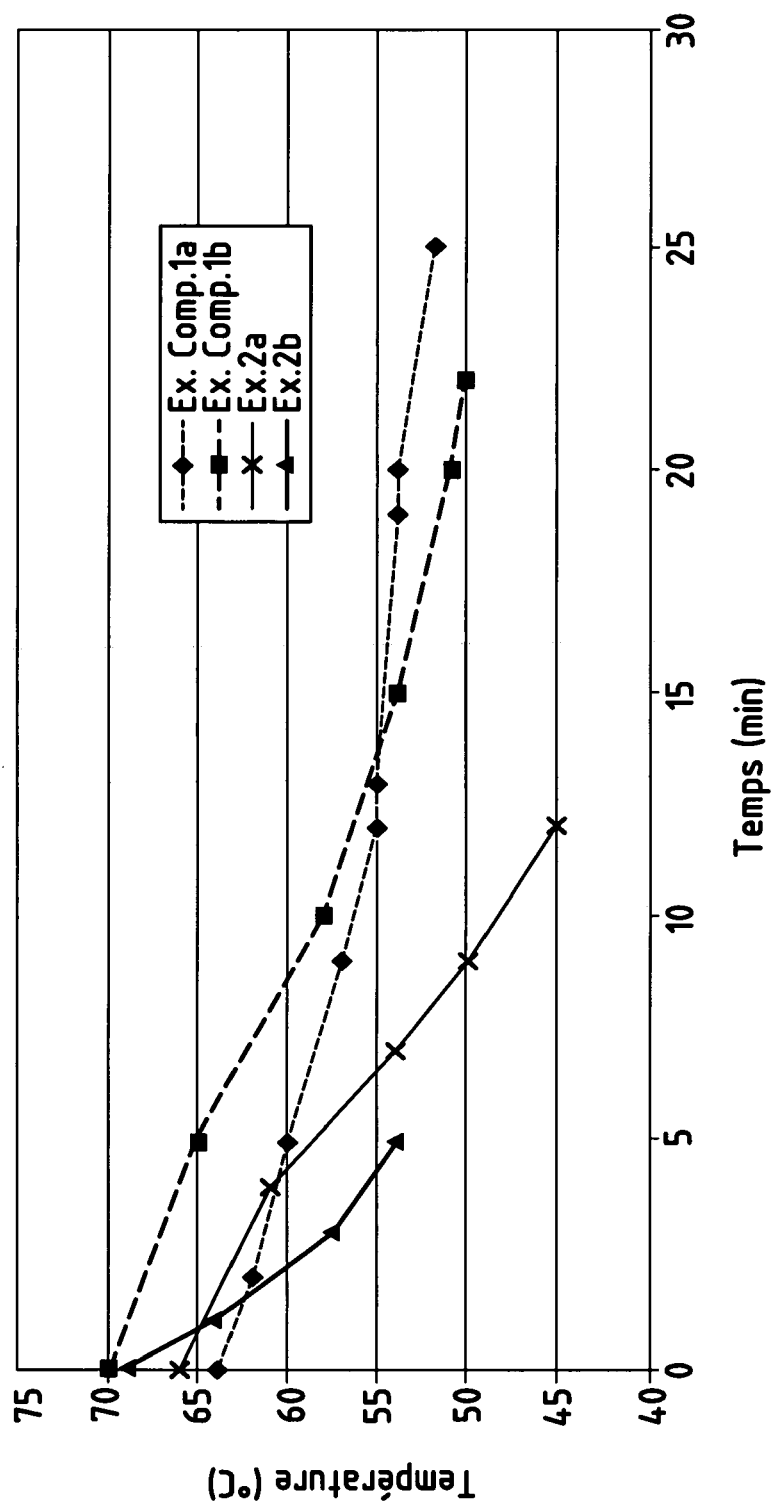


FIG.2