

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 25.01.95.

③⑦ Priorité : 26.01.94 US 186739.

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : 28.07.95 Bulletin 95/30.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : *BREED AUTOMOTIVE
TECHNOLOGY, Inc. — US.*

⑦② Inventeur(s) : Ramaswamy, Coodly P.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire : Bouju Derambure Bugnion.

⑤④ Composition génératrice de gaz pour airbags d'automobiles.

⑤⑦ On prépare une composition génératrice d'azote gazeux, destinée à être utilisée dans des airbags, à partir d'un azoture d'un métal alcalin et d'un sulfure d'un métal lourd. La production du gaz est déclenchée par l'allumage de la composition, et conduit à une faible quantité de particules solides résiduelles.

FR 2 715 400 - A1



5

10

**COMPOSITION GENERATRICE DE GAZ
POUR AIRBAGS D'AUTOMOBILES**

15

L'invention concerne des compositions génératrices de gaz, qui donnent un gaz non toxique, tel que l'azote, destiné à remplir les airbags de sécurité utilisés dans les automobiles.

20

Le développement des coussins de sécurité pour automobiles qui se gonflent en cas de choc, communément appelés airbags, pour retenir les passagers après un choc lors d'une collision, représente un progrès important dans le domaine de la sécurité des passagers des automobiles. Les dispositifs sont conçus pour se gonfler quand un véhicule se déplaçant à environ 20 km/h (12 mPh) ou plus subit un choc soudain. L'airbag se gonfle, et crée une barrière molle entre le passager et l'intérieur du véhicule, ce qui évite des blessures graves ou mortelles au passager.

30

Habituellement, le système à airbag installé dans une voiture comprend un capteur, qui capte l'impulsion due au choc, et, à l'aide d'une composition auxiliaire, libère une composition génératrice de gaz enfermée dans un module. Le gaz qui

35

- 2 -

se dégage remplit un coussin en tissu, en formant une barrière entre le passager et l'intérieur du véhicule. Les capteurs utilisés fonctionnent selon un principe mécanique ou un principe électromécanique. Dans un

5 capteur mécanique, c'est une amorce qui se déclenche, alors que, dans un capteur électromécanique, c'est un dispositif électro-explosif, par exemple une étoupille, qui se déclenche. Cette dernière, pour sa part, déclenche une composition de relais (bore-KNO₃),

10 qui active la composition génératrice de gaz. Les anciennes compositions génératrices de gaz produisaient de l'anhydride carbonique, mais, dans l'état actuel de la technique, c'est l'azote qui est le gaz préféré pour remplir l'airbag. Les compositions

15 décrites dans le brevet US n° 3.741.585 au nom de Hendrickson et al. sont représentatives des premières compositions génératrices d'azote gazeux pour airbags. L'état actuel de la technique, pour ce qui est des compositions génératrices de gaz, consiste à utiliser

20 un azoture d'un métal alcalin, un oxydant et d'autres additifs. Les compositions génératrices de gaz habituellement utilisées font appel à l'azoture de sodium, qui est le combustible préféré. On utilise aussi une large gamme d'oxydants.

25 Une composition génératrice de gaz destinée à être utilisée dans un airbag devrait idéalement être un matériau solide, pouvant facilement prendre la forme de pastilles. En outre, elle doit être non hygroscopique et comprendre des constituants que l'on

30 peut obtenir avec une pureté relativement grande. La réaction de production du gaz doit pouvoir être facilement régulée, et donner le gaz aux débits et aux pressions requises. De même, le gaz doit produire une quantité minimale de gaz toxiques résiduels tels que

35 le monoxyde de carbone et les oxydes d'azote. Les

- 3 -

scories ou résidus solides qui se forment pendant la réaction doivent être réduits au minimum, et être presque complètement retenus dans la zone de combustion. Les particules des résidus solides doivent
5 pouvoir être arrêtées dans le système de filtration du dispositif. Mais surtout, les résidus de scories doivent être non toxiques, en étant produits en une quantité minimale, pour être finalement éliminés.

La réaction de production du gaz doit en outre
10 pouvoir être modifiée en fonction de l'application particulière prévue, par une modification des paramètres physiques des constituants, ou par utilisation d'additifs appropriés.

La composition selon l'invention est une
15 composition solide qui, après allumage, se décompose en azote gazeux et en des particules solides non toxiques, et qui comprend :

un azoture métallique ;
une masse équivalente d'un sulfure d'un métal
20 lourd ; et

un oxydant choisi parmi dans le groupe comprenant les oxydes métalliques, les nitrates de métaux alcalins et les perchlorates de métaux alcalins.

25 La composition est un explosif faible, pouvant être utilisé comme moyen de production d'azote gazeux pour gonfler les constituants d'un airbag dans des systèmes de retenue du conducteur/des passagers d'une automobile.

30 L'expression "explosif faible", telle qu'utilisée ici, désigne une composition qui subit une autocombustion à des vitesses faibles par rapport aux vitesses de détonation des explosifs très brisants, ou explosifs proprement dits.

- 4 -

L'utilisation des compositions selon l'invention permet la modification, la régulation et l'activation de la réaction de production du gaz. Les particules de résidus solides entraînées dans le courant gazeux sont
5 présentes en des limites acceptables.

Les azotures métalliques pouvant être utilisés pour préparer les compositions de l'invention sont bien connus, de même que les procédés permettant de les préparer. On peut citer à titre d'exemples
10 représentatifs d'azotures métalliques les azotures de métaux alcalins tels que l'azoture de lithium, l'azoture de sodium, l'azoture de potassium ; et les azotures de métaux alcalino-terreux tels que l'azoture de calcium, l'azoture de baryum, l'azoture de
15 magnésium et analogues. L'azoture métallique joue le rôle d'un combustible, qui après allumage libère de l'azote gazeux.

L'azoture métallique utilisé de préférence comme combustible est l'azoture de sodium, qui contient 63 %
20 en poids d'azote non toxique. L'azoture de sodium est un solide qui peut être broyé jusqu'à des granulométries avantageuses, à l'aide de machines broyeuses du commerce. Avantageusement, l'azoture métallique a une granulométrie comprise dans
25 l'intervalle de 5 à 100 et de préférence de 10 à 25 μm .

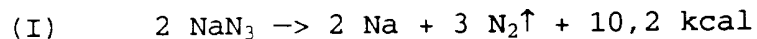
Bien que l'on puisse utiliser un certain nombre de sulfures de métaux lourds, les sulfures de métaux lourds préférés sont les sulfures de fer tels que le
30 sulfure ferreux, le disulfure de fer et analogues. On préfère le sulfure ferreux. Pour obtenir les compositions les plus avantageuses de l'invention, il faut utiliser un sulfure de fer ayant une granulométrie comprise dans l'intervalle d'environ 1 à
35 environ 50 et de préférence de 1 à 20 μm .

- 5 -

Le contrôle de la granulométrie des ingrédients
constituants utilisés dans les compositions de la
présente invention a des répercussions sur les
performances globales de la composition génératrice de
5 gaz, en particulier pour ce qui concerne la vitesse de
combustion et le profil temps-pression de la
libération du gaz. Les grains de petite taille ont une
aire plus grande et brûlent plus rapidement. On peut
réguler l'aire spécifique et la masse volumique des
10 compositions pour satisfaire à différentes
utilisations finales, qui doivent donner des résidus
solides minimaux.

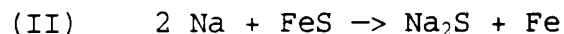
Quand ils sont amorcés pour assurer une
autocombustion, les deux ingrédients décrits ci-dessus
15 réagissent pour dégager de l'azote gazeux et un résidu
constitué d'une matière particulaire non toxique,
finement divisée, qui peut être facilement éliminée du
courant d'azote gazeux.

On peut déclencher la réaction grâce à l'énergie
fournie par un matériau de relais approprié, tel que
20 le bore- KNO_3 . Comme la réaction est exothermique, elle
est auto-entretenu. Si l'on utilise comme azoture
représentatif l'azoture de sodium, la réaction peut
être illustrée schématiquement par l'équation
25 suivante :



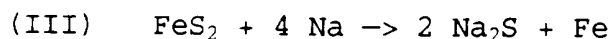
Le sodium métallique est fixé dans une deuxième
étape par le sulfure d'un métal lourd, par exemple le
sulfure ferreux.

30 Dans la deuxième étape, le sulfure de fer réagit
avec le sodium métallique pour former du sulfure de
sodium non toxique et du fer métallique selon le
schéma de réaction suivant :



- 6 -

Dans le cas du disulfure de fer, la réaction a lieu selon l'équation suivante :



5

Si l'on utilise l'azoture et les sulfures servant de réactifs en des proportions stoechiométriques, c'est-à-dire en des quantités égales en équivalents, les produits de réaction (II) que l'on obtient finalement forment un mélange de solides de haute densité de particules non toxiques finement divisées, qui sont facilement retenues dans la zone du brûleur. Seule une faible quantité de ce résidu solide est susceptible de s'échapper dans le courant d'azote gazeux à grande vitesse, et, même dans ce cas, les solides qui s'échappent peuvent être retenus à l'intérieur de la zone du brûleur grâce à une série de filtres habituellement utilisés autour de la zone du brûleur. Il en résulte que la quantité de particules de scories qui pénètrent dans l'airbag est très faible, et c'est là l'un des avantages de la présente invention. Inversement, dans la plupart des compositions génératrices de gaz utilisées antérieurement dans les airbags, le sodium métallique est converti en oxyde de sodium, qui se combine aux additifs pour former une grande quantité de scories. Il est difficile de faire en sorte que cette réaction soit mise en oeuvre avec un grand rendement, tout en bloquant dans le système de filtration le fort résidu de particules d'oxydes métalliques.

On comprendra que la réaction (II) entre le sodium et le sulfure ferreux est elle-même généralement lente et ne devrait habituellement pas convenir à une composition pour le gonflement d'un airbag. Cependant, le déposant de la présente demande

- 7 -

de brevet a trouvé que la réaction (II) peut être déclenchée et accélérée en présence d'une petite proportion d'un oxydant tel qu'un oxyde métallique, un nitrate d'un métal alcalin, un perchlorate d'un métal
5 alcalin et analogues. En tant qu'oxydant, on préfère le perchlorate de potassium et le perchlorate d'ammonium. Dans le cas du perchlorate d'ammonium, les produits sont tous gazeux et de ce fait ne contribuent pas aux résidus particuliers. Avantageusement, la
10 granulométrie des oxydants est comprise dans l'intervalle de 2 à 30 μm .

On peut citer à titre d'exemples de perchlorates de métaux alcalins pouvant être utilisés avantageusement le perchlorate de potassium, le
15 perchlorate de sodium, le perchlorate d'ammonium.

Parmi les nitrates de métaux alcalins, on peut citer comme exemples représentatifs le nitrate de potassium, le nitrate de sodium et analogues.

L'oxydant préféré est le nitrate de potassium.

20 De même, on peut utiliser des composés explosifs brisants pour activer la réaction. On peut utiliser (en de faibles pourcentages), pour amorcer la réaction entre le sodium et le sulfure de fer, des explosifs très brisants, stables aux hautes températures, tels
25 que la nitroguanidine, la cyclonite (RDX) et la cyclotétraméthylènetétranitramine (HMX).

Parmi les autres additifs que l'on peut avantageusement ajouter aux compositions de l'invention, on peut citer de faibles proportions
30 d'auxiliaires de mise en oeuvre, qui devraient améliorer les propriétés d'écoulement et de pastillage, comme le silicate de magnésium et l'oxyde d'aluminium. Habituellement, on ajoute des lubrifiants. On peut citer à titre d'exemple de
35 lubrifiants solides le disulfure de molybdène. En tant

que lubrifiant, on préfère le disulfure de molybdène, car il réagit avec le sodium de l'étape (I) de la réaction décrite ci-dessus pour produire du molybdène métallique et du sulfure de sodium. Ces produits, en
5 faibles quantités, ne sont pas des résidus gênants. Parmi les autres additifs pouvant être utilisés, on peut citer le soufre broyé ou encore des poudres métalliques atomisées, par exemple d'aluminium, pour augmenter la chaleur de réaction et l'aptitude à
10 l'allumage. Classiquement, ces additifs sont utilisés en des proportions en général non supérieures à environ 1-5 % en poids par rapport à la composition totale.

Les ingrédients des compositions de l'invention
15 peuvent être mélangés dans des mélangeurs du commerce comportant des éléments anti-explosions. Les compositions peuvent être pastillées à l'aide de presses pastilleuses rotatives à plusieurs postes, pour donner des pastilles ayant la masse, l'épaisseur
20 et la densité souhaitées.

Les exemples et préparations ci-après décrivent le mode de préparation et d'utilisation des compositions selon l'invention, et présentent le meilleur de réalisation envisagé par la demanderesse,
25 mais sans vouloir limiter celle-ci.

Les tests suivants ont été effectués :

Une méthode pour évaluer les compositions génératrices de gaz, en fonction des différentes utilisations finales, consiste à les placer dans une
30 enceinte gonflante qui forme une partie d'un module d'airbag. L'essai est effectué dans une cuve de pression statique ayant un volume connu, la composition étant allumée comme cela se passe dans le système airbag. On obtient le profil pression-temps
35 (P-T), ainsi qu'une mesure des substances résiduelles

- 9 -

toxiques dans le gaz et les matières particulaires, en lavant la cuve, en filtrant et en pesant. Différents constructeurs ont utilisé différents volumes de cuve statique et corréler les résultats aux conditions en temps réel. Les expériences mises en oeuvre sur les compositions génératrices de gaz de l'invention utilisent une cuve de 28,3 l (1 cubic foot). Pour mieux représenter les situations en temps réel, on considère dans l'industrie qu'un volume de 2,83 m³ (100 cubic foot) représente le volume intérieur d'une automobile. En conséquence, le résultat que l'on obtient quand on utilise une cuve de 28,3 l (1 cubic foot) est divisé par 0,01, pour donner un résultat correspondant approximativement à un volume de 2,83 m³ (100 cubic foot).

MODE OPERATOIRE

On broie de l'azoture de sodium et de sulfure ferreux jusqu'à une granulométrie prédéfinie, et on les mélange selon des proportions prédéterminées à du disulfure de molybdène servant de lubrifiant. On ajoute du silicate de magnésium et de l'oxyde d'aluminium comme auxiliaires rhéologiques, pour obtenir un mélange homogène. On pastille le mélange sur une pastilleuse rotative à plusieurs postes, et on obtient des pastilles ayant la masse, les dimensions et la masse volumique souhaitées.

30 **EXEMPLES 1 A 5**

Ces exemples illustrent l'effet de différents additifs sur les caractéristiques de fonctionnement de la composition selon l'invention. Les additifs sont identifiés sur le tableau I ci-après.

- 10 -

Toutes les proportions sont données en pourcentage pondéral.

TABLEAU I

5	Composition	1	2	3	4	5
	Azoture de sodium	58,5	58,0	58,5	58,5	58,0
	Sulfure ferreux	38,7	38,0	38,5	38,5	38,0
	Nitrate de potassium			2,0		3,0
10	Disulfure de molybdène	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
	Aluminium		1,0			
	Oxyde de fer (Fe_2O_3)		2,0			
	DNPT*				2,0	
	Soufre	1,8				
	Charge, en g	63	63	63	63	63
15	Masse des pastilles, en mg	160	130	130	130	130
	p-max dans la cuve d'essai en kPa	240, 242	235, 243	249, 247	241, 245	247, 242
	Temps jusqu'à p-max, en ms	45,7, 48,9	43,1, 68,9	37,1, 34,5	44,9, 39,3	38,5, 32,7
20	Particules, en mg	224, 199	208	141, 99	72, 64	65, 47

*DNPT : dinitrosopentaméthylènetétramine

EXEMPLES 6 A 8

25 On peut modifier, en ajoutant une charge de base d'un explosif très brisant pour détonation, les caractéristiques de fonctionnement des compositions selon l'invention. L'effet de l'utilisation d'un explosif brisant typique, tel que la nitroguanidine, est illustré sur le tableau II ci-après, et devrait être représentatif de l'effet d'autres explosifs très brisants tels que la cyclotriméthylène-trinitramine ou cyclonite (RDX) et la cyclotétraméthylènetétranitramine (HMX). Les explosifs

30

- 11 -

très brisants, quand on les ajoute, le sont en des proportions d'environ 0,1 à 2 % en poids.

TABLEAU I I

5	Composition	6	7	8
	Azoture de sodium	58,0	58,0	58,0
	Sulfure ferreux	38,0	38,0	38,0
	Disulfure de molybdène	1,0	1,0	1,0
	Nitrate de potassium	3,0	2,5	2,0
10	Nitroguanidine		0,5	1,0
	Charge, en g	78	78	78
	Masse des pastilles, en mg	160	160	160
	p-max, en kPa	362, 354	367, 383, 364	371, 367, 369
15	dp/dt	16,1	17,3, 20,10, 18,1	14,4, 14,9, 17,0
	Temps jusqu'à p-max, en ms	49,0, 45,8	41,6, 45,6, 48,6	46,6, 48,8, 53,0
20	Particules, en mg	49, 154	287, 228, 309	210, 237, 276

EXEMPLES 9 A 12

25

Un contrôle de la granulométrie permet d'obtenir des caractéristiques de fonctionnement constantes, répétables et souhaitées. Le tableau III ci-après illustre l'effet d'une variation de la granulométrie des constituants principaux, à savoir l'azoture de sodium et le sulfure ferreux.

30

- 12 -

TABLEAU III

5	Composition	9	10	11	12
	Azoture de sodium	58 (10-21 μ)	58 (13-21 μ)	58 (60 μ)	58 (60 μ)
	Sulfure ferreux	38 (2-5 μ)	38 (13-15 μ)	38 (2-8 μ)	38 (13-15 μ)
	Disulfure de molybdène	1,0	1,0	1,0	1,0
10	Nitrate de potassium	3,0	3,0	3,0	3,0
	Charge, en g	78	78	78	78
	Masse des pastilles, en mg	160	160	160	160
15	p-max, en kPa	362, 354	331, 343, 338	352, 358, 369	327, 297, 310
	dp/dt	16,1, 16,0	9,8, 11,1, 9,6	7,3, 7,3, 8,0	6,1, 5,0, 5,1
	Temps jusqu'à p-max, en ms	49,0, 48,8	80,8, 73,2	98,6, 96,8, 96,6	98,7, 98,4
20	Particules, en mg	149, 154	113, 109, 102	538, 318, 296	625, 286, 110

La granulométrie du constituant azoture est plus petite dans l'Exemple 9 que dans les autres exemples. L'Exemple 9 présente aussi une réponse pression-temps plus rapide que celle des autres exemples. Une diminution de la granulométrie a un effet favorable sur le temps de réponse.

EXEMPLES 13 A 14

On peut affecter les caractéristiques de fonctionnement des compositions selon l'invention en modifiant l'aire spécifique du propergol, disponible pour la combustion. Le tableau IV ci-après présente

TABLEAU IV

5	Composition	13	14
	Azoture de sodium	58,0	58,0
	Sulfure ferreux	38,0	38,0
	Disulfure de molybdène	1,0	1,0
10	Nitrate de potassium	3,0	3,0
	Charge, en g	78	78
	Masse des pastilles, en mg	160	160
	Aire spécifique disponible, en mm ² /g de propulseur	436	623
15	p-max, en kPa	334, 338	362, 354
	dp/dt	10,7, 11,0	16,1, 16,0
	Temps jusqu'à p-max, en ms	64,6, 67,2	49,0, 48,8
20	Particules, en mg	177, 135	149, 154

Une augmentation de l'aire spécifique conduit à une réponse pression-temps plus rapide, et donc influe d'une manière favorable sur le temps de réponse. Avantageusement, l'aire spécifique disponible est comprise entre environ 200 et 1 000 mm²/g, de préférence de 400 à 800 mm²/g.

EXEMPLES 15 ET 16

La masse volumique des pastilles a un effet considérable sur les caractéristiques de fonctionnement de la composition. Cet exemple illustre l'effet de ce paramètre sur la composition selon l'invention, l'effet étant détaillé sur le tableau V ci-après.

- 14 -

TABLEAU V

5	Composition	15	16
	Azoture de sodium	58,0	58,0
	Sulfure ferreux	38,0	38,0
	Disulfure de molybdène	1,0	1,0
10	Nitrate de potassium	3,0	3,0
	Charge, en g	78	78
	Masse des pastilles, en mg	160	160
	Masse volumique des pastilles, en g/cm ³	2,0	2,25
15	p-max, en kPa	403, 397, 399	362,3, 354,4
	dp/dt	22,1, 24,4, 24,8	16,1, 16,0
	Temps jusqu'à p-max, en ms	39,0, 38,0, 41,0	49,0, 48,8
20	Particules, en mg	204, 268	149, 154

La masse volumique est avantageusement comprise entre environ 1,5 et 2,75 g/cm³, de préférence entre 2,0 et 2,15 g/cm³.

EXEMPLES 17 A 19

On peut modifier les caractéristiques de fonctionnement en faisant varier la charge du propergol utilisé. L'effet d'une variation de la charge du propergol ressort du tableau VI.

TABLEAU VI

5	Composition	17	18	19
	Azoture de sodium	58,0	58,0	58,0
	Sulfure ferreux	38,0	38,0	38,0
	Disulfure de molybdène	1,0	1,0	1,0
10	Nitrate de potassium	3,0	3,0	3,0
	Charge, en g	63	78	86
	Masse des pastilles, en mg	160	160	160
	p-max, en kPa	267, 262	362, 354	402, 403
15	dp/dt	10,1, 9,2	16,1, 16,0	21,6, 19,6
	Temps jusqu'à p-max, en ms	58,6, 57,4	49,0, 48,8	41,2, 43,2
	Particules, en mg	144, 90	149, 154	267, 319

20

Bien que la réponse pression-temps soit quelque peu plus lente pour les charges plus importantes, on arrive à des pressions maximales plus élevées en des laps de temps relativement plus courts.

25

EXEMPLE 20

On peut mélanger l'un à l'autre l'azoture de sodium et le sulfure ferreux en des proportions pondérales égales en équivalents après les avoir
 30 broyés aux granulométries souhaitées, avec du disulfure de molybdène servant de lubrifiant. Une composition génératrice de gaz de ce type a les caractéristiques de fonctionnement suivantes :

35

TABLEAU VII

5	Azoture de sodium	59,5
	Sulfure ferreux	39,5
	Disulfure de molybdène	1,0
10	Charge, en g	78
	Masse des pastilles, en mg	160
	p-max, en kPa	345, 346, 350
	dp/dt	14,8, 13,8, 13,2
15	Temps jusqu'à p-max, en ms	50,8, 51,0, 56,4
	Particules, en mg	292,3, 350,7, 345,0

20

EXEMPLES 21 A 24

Le sulfure ferreux peut être remplacé par le disulfure de fer. La réaction a lieu de la manière indiquée ci-dessus, avec formation d'un solide inoffensif, sous forme d'une scorie contenant du fer et du sulfure de sodium. Une composition représentative préparée de cette manière, et contrôlée sous différentes charges et dans différentes conditions, conduit aux résultats indiqués sur le tableau VIII ci-après.

30

- 17 -

TABLEAU VIII

5	Composition	21	22	23	24*
	Azoture de sodium	67,0	67,0	67,0	67,0
	Disulfure de fer	31,0	31,0	31,0	31,0
	Silicate de magnésium **	1,0	1,0	1,0	1,0
10	Oxyde d'aluminium	1,0	1,0	1,0	1,0
	Charge, en g	65	69,5	68,0	69,5
	Masse des pastilles, en mg	160	160	160	160
	p-max, en kPa	331, 333, 333, 336	373, 367	319, 322	350, 354
15	dp/dt	13,5, 12,5, 12,9, 13,2	15,4, 15,0	16,6, 16,9	12,7, 14,1
	Temps jusqu'à p-max, en ms	57,8, 59,2, 62,2, 59,4	55,2, 54,0	46,2, 46,0	59,6, 53,0
	Particules totales, en mg	331, 333, 333, 336	412, 303	95,7, 115,2	136,7, 167,7

20

* On utilise un système de filtration modifié, différent de celui des Exemples 21 et 22. Alors que les Exemples 21 et 22 utilisent un tamis de 25 μm servant de filtre final de régulation des particules, les Exemples 23 et 24 font appel à un tamis supplémentaire de 40 μm placé en avant du tamis de 25 μm .

25

** MAGNESOL®, Reagent Chemical and Research Inc., 124 River Road, Middlesex, New Jersey, Technical Brochure Rev. 1, juillet 1986.

30

35

EXEMPLES 25 ET 26

On peut remplacer le nitrate de potassium servant d'oxydant pour activer la composition, par du perchlorate de potassium après l'avoir broyé à la granulométrie voulue. Une composition représentative préparée en utilisant du perchlorate de potassium est illustrée sur le tableau IX ci-dessous, avec son effet sur les caractéristiques de fonctionnement sous différentes charges.

TABLEAU IX

	Composition	25	26
15	Azoture de sodium	59,0	59,0
	Sulfure ferreux	39,0	39,0
	Disulfure de molybdène	1,0	1,0
20	Perchlorate de potassium	1,0	1,0
	Masse des pastilles, en mg	160	160
	Charge, en g	78	78
	Masse volumique des pastilles, en g/cm ³	2,25	2,25
25	p-max, en kPa -	354, 347, 346	401, 413, 418
	dp/dt	14,8, 13,5, 13,1	14,5, 14,4, 16,6
	Temps jusqu'à p-max, en ms	45,4, 45,4, 47,0	52,4, 54,4, 47,0
30	Particules, en mg	209, 208, 216	305, 336, 332
	Conditions de l'essai	Ambiantes	Ambiantes

EXEMPLES 27 ET 28

On peut remplacer le nitrate de potassium utilisé comme oxydant pour activer la composition par des perchlorate d'ammonium, après broyage à la granulométrie souhaitée. Une composition représentative préparée à l'aide de perchlorate d'ammonium est illustrée sur le tableau X ci-après, avec son effet sur les caractéristiques de fonctionnement sous différentes charges.

TABLEAU X

Composition	27	28
Azoture de sodium	59,0	59,0
Sulfure ferreux	39,5	39,5
Perchlorate d'ammonium	1,5	1,5
Masse des pastilles, en mg	220,0	220,0
Charge, en g	76	86
Masse volumique des pastilles, en g/cm ³	2,25	2,25
p-max, en kPa	334, 325, 330	416, 413, 416
dp/dt	16,1, 17,1, 14,1	23,1, 21,8, 20,2
Temps jusqu'à p-max, en ms	54,6, 48,2, 54,4	47,4, 50,8, 47,2
Particules, en mg	563, 467, 658	766, 712, 741
Conditions de l'essai	Ambiantes	Ambiantes

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation ci-dessus décrits et représentés, à partir desquels on pourra prévoir d'autres modes et d'autres formes de réalisation, sans pour autant sortir du cadre de l'invention.

- 20 -

REVENDICATIONS

1. Composition solide qui, après allumage, se décompose en azote gazeux et en particules solides non toxiques, caractérisée en ce qu'elle comprend des masses équivalentes
5
 (a) d'un azoture métallique, et
 (b) d'un sulfure d'un métal lourd ;
et une proportion à effet oxydant d'un oxydant choisi
10 parmi le groupe constitué des oxydes métalliques, des nitrates de métaux alcalins et des perchlorates de métaux alcalins.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le sulfure de métal lourd est un sulfure de fer.
15
3. Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que le sulfure de fer est le sulfure ferreux.
20
4. Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que le sulfure de fer est le disulfure de fer.
25
5. Composition selon la revendication 1, caractérisée par la présence d'un additif d'écoulement.
- 30 6. Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce que l'additif d'écoulement est le silicate de magnésium.

- 21 -

7. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'oxydant est le nitrate de potassium.

5 8. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'oxydant est le perchlorate de potassium.

10 9. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'oxydant est le perchlorate d'ammonium.

15 10. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'azoture métallique est l'azoture de sodium.

20 11. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle est formée en pastilles ayant une masse volumique comprise dans l'intervalle de 1,5 à 2,75 g/cm³.

25 12. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'azoture métallique a une granulométrie comprise dans l'intervalle de 5 à 100 µm.

30 13. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le sulfure a une granulométrie comprise dans l'intervalle de 1 à 50 µm.

35 14. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que les particules de la composition ont une aire spécifique comprise dans l'intervalle de 200 à 1000 mm²/g.

- 22 -

15. Composition selon la revendication 1,
caractérisée en ce qu'elle comprend en outre un
explosif très brisant choisi parmi le groupe
comprenant la nitroguanidine, la cyclonite et la
5 cyclotétraméthylène-tétranitramine.

16. Composition selon la revendication 1,
caractérisée en ce qu'elle comprend en outre une
proportion à effet lubrifiant de disulfure de
10 molybdène.