



BREVET D'INVENTION

N° 897.372

Classif. Internat.: C06D-F41 H

Mis en lecture le: 10-06-1985

LE Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle

Vu le procès-verbal dressé le 26 juillet 83 à 15 h 30

au Service de la Propriété industrielle

ARRÊTE :

Article 1. - Il est délivré à l'ETAT FRANCAIS, représenté par le Délégué Général pour l'Armement

14, rue St-Dominique, Paris Armées (France)

repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles

un brevet d'invention pour Composition pyrotechnique génératrice de fumée opaque au rayonnement infrarouge et munition fumigène obtenue (Inv.: G. Sauvestre, et A. Espagnacq)

qu'il déclare avoir fait l'objet d'une demande de brevet déposée en France le 27 juillet 1982 sous le n° 82.13054

Article 2. - Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 26 janvier 19 84

PAR DELEGATION SPECIALE

le Directeur

L. WUYTS

~~CONFIDENTIEL~~

097372

N° 82.13054 CC/DLP
N° 450 486/DGA/DPAG/SAG/3/CD
B. 75 566 DS

Description jointe à une demande de

BREVET BELGE

déposée par : ETAT FRANCAIS représenté par le Délégué
Général pour l'Armement

ayant pour objet : Composition pyrotechnique génératrice
de fumée opaque au rayonnement infra-
rouge et munition fumigène obtenue

Qualification proposée : BREVET D'INVENTION

Priorité d'une demande de brevet déposée en France le
27 juillet 1982 sous le n° 82.13054

Inventeurs : Gérard SAUVESTRE
André ESPAGNACQ

~~CONFIDENTIEL~~

5 Il existe actuellement très peu de publications relatives à la produc-
tion d'un écran de fumée interdisant la transmission du rayonnement infra-
rouge émis par une cible vers un capteur et aucun auteur n'a proposé à ce
jour l'utilisation d'une composition pyrotechnique pour produire un écran.
10 de fumée opaque au rayonnement infrarouge. Par contre, de nombreuses études
ont été faites sur les compositions fumigènes classiques produisant un nuage
de fumée pour camoufler à l'oeil humain un engin quelconque. Ainsi, les com-
positions pyrotechniques fumigènes à base d'hexachloroéthane ^{et} d'oxyde de
zinc sont bien connues de l'homme de l'art et on pourra à titre d'illustra-
tion se référer au brevet américain 2 939 779. Ce genre de composition est
15 apte à générer une fumée blanche par production de chlorure de zinc ou de
chlorure d'ammonium, le carbone étant alors transformé en gaz carbonique. Ce
genre de composition est tout à fait inefficace vis-à-vis des capteurs de
rayonnement sensibles dans le domaine de longueur d'onde allant de 1 à 14 μ m.
Il est à noter qu'il faut tenir compte des fenêtres de transparence de l'at-
20 mosphère, utilisées pour recevoir le rayonnement thermique. Les deux fenêtres
plus particulièrement utilisées sont :

- la fenêtre 3-5 μm
- la fenêtre 7-14 μm

On utilisera donc plus particulièrement ces deux fenêtres pour étudier la transmission ou l'absorption de ces compositions fumigènes.

Le rôle des compositions fumigènes opaques aux infrarouges est d'arrêter le rayonnement infrarouge émis par un corps quelconque soit par absorption, soit par diffusion, soit par diffraction, soit par surimpression thermique, c'est-à-dire par une émission thermique intense propre à la composition fumigène même (cas des leurres infrarouges) qui se superpose à l'image thermique de la cible à camoufler.

On a déjà proposé l'utilisation d'un aérosol comprenant des fines gouttelettes ou des particules solides dispersées par un gaz vecteur pour masquer le rayonnement infrarouge d'un corps:

Les brevets français 2 299 617 et 2 309 828 décrivent la formation d'un aérosol liquide par réaction du tétrachlorure de titane ou d'étain avec l'eau selon la réaction :



On utilise alors une composition pyrotechnique dispersante, fortement exothermique du type aluminium ou bore/perchlorate de potassium pour disperser le tétrachlorure de titane. Toutefois, ce type d'aérosol constitué de goutte-
5 lettes liquides hydrosolubles n'est guère efficace et a une durée de vie très courte, inférieure à 20s et ce, quel que soit le volume du système dispersant. On remarquera encore que ce genre de composition engendre des gouttelettes acides, corrosives et toxiques.

On connaît également le brevet français 2 396 265 qui décrit la dispersion de particules solides à partir d'une poudre minérale et d'un gaz
10 vecteur. Il faut cependant maîtriser la granulométrie des particules contenues dans l'aérosol émis car seule une granulométrie finale voisine de la longueur d'onde du rayonnement à occulter est efficace. Or, on a constaté que la production d'un aérosol de particules solides froides dont le diamètre serait compris entre 1 et 14 μm ne permet pas de supprimer l'image
15 thermique de façon efficace et pendant un temps suffisant en raison de la sédimentation des particules qui intervient. Les durées de vie obtenues ne dépassent pas 25 secondes, sauf génération en continu de l'aérosol.

Les brevets français 2 294 422 et 2 294 432 décrivent des leurres infrarouges qui émettent, par combustion d'une composition pyrotechnique, une
20 flamme de haute intensité définissant ainsi une source de rayonnement infrarouge susceptible de se substituer à la source de rayonnement constituée par le moteur de l'aéronef dans le système de guidage de l'engin lancé contre celui-ci. Il ne s'agit pas de créer un écran de camouflage opaque au rayonnement infrarouge de la cible, mais de saturer le capteur.

Le but de la présente invention est une nouvelle composition pyrotechnique produisant un écran interdisant la transmission du rayonnement infrarouge pour camoufler totalement une cible pendant un temps suffisant, c'est-à-dire
25 de 40 à 50 s.

L'invention a donc pour objet une composition pyrotechnique destinée à
30 la production d'une fumée opaque au rayonnement infrarouge d'une cible vers un capteur thermique, caractérisée en ce qu'elle comprend un composé générateur, par décomposition thermique, de particules de carbone dont la dimension est comprise entre environ 1 et 14 μm , un système oxydo-réducteur réagissant à une température supérieure à 1000°C et un liant.

Le composé générateur de particules de carbone peut être constitué par
35 l'hexachloroéthane, l'hexachlorobenzène, le naphthol, l'anthracène substitués ou non par le chlore ou un mélange de ceux-ci.

Le réducteur peut être choisi parmi les poudres métalliques et l'oxydant peut être représenté par l'hexachlorobenzène, l'hexachloroéthane ou leur
40 mélange.

La composition selon l'invention peut comprendre le système ternaire suivant :

- 15 à 25 parties en poids de poudre métallique
- 50 à 85 parties en poids d'hexachlorobenzène ou d'hexachloroéthane,
- 0 à 30 parties^{de} naphthalène

Avantageusement, la poudre métallique est une poudre de magnésium.

L'invention concerne également les munitions fumigènes comprenant une composition pyrotechnique pour produire une fumée opaque au rayonnement infrarouge.

Un avantage de la composition pyrotechnique et de la munition fumigène selon l'invention réside dans le fait que le nuage de fumée opaque à l'infrarouge est constitué de fines particules de carbone générées par voie chimique de façon homogène avec un débit suffisant.

Un autre avantage réside dans le fait qu'il est possible de maîtriser les facteurs essentiels suivants :

- la vitesse de combustion de la composition, ce qui permet d'obtenir un débit massique suffisant,
- la température de combustion qui doit être élevée et qui conditionne la bonne répartition granulométrique des particules de carbone.

D'autres avantages de la composition pyrotechnique fumigène seront mieux compris à la lumière du complément de description qui va suivre de modes particuliers de réalisation donnés à titre d'exemple.

Pour préparer les compositions pyrotechniques selon l'invention on s'y prend de la manière suivante ou de façon équivalente :

La poudre métallique est d'abord soumise à un étuvage à 50°C environ pendant 24 heures. Les composés solides tels l'hexachlorobenzène et l'anthracène sont passés en tamis AFNOR d'environ 0,50 - 0,65 mm. Ils sont ensuite introduits tour à tour dans la cuve d'un malaxeur et malaxés pendant 15 à 30 mn. A partir du mélange obtenu, on réalise des comprimés comprenant un canal central sous une pression de l'ordre de 6.10^7 Pa.

Selon l'invention, on utilise un composé générateur de particules de carbone pour produire un écran opaque au rayonnement infrarouge. On peut donc utiliser les paraffines, les composés benzéniques condensés ou non (1) (naphthalène, anthracène, phénanthrène, naphтол); le naphthalène et l'anthracène notamment permettent d'obtenir de bons résultats. Le système oxydo-réducteur doit fournir une température de combustion supérieure à 1000°C; les poudres métalliques associées aux oxydants classiques du type nitrates ou perchlorates peuvent être utilisées. Cependant, on préfère, selon l'invention, optimiser la composition pyrotechnique en utilisant un composé générateur de particules de carbone qui soit suffisamment oxydant pour réagir avec le réducteur. Ainsi, les composés hydrocarbonés substitués partiellement ou totalement par des

(1) ainsi que leurs dérivés chlorés

éléments électronégatifs halogènes tels que le chlore et le fluor, déjà générateurs de particules de carbone, conviennent parfaitement, et peuvent être associés à des composés carbonés non substitués. A titre d'exemple, le couple hexachlorobenzène-naphtalène permet de réaliser des compositions pyrotechniques générant une fumée intense opaque au rayonnement infrarouge. Bien entendu, on pourra utiliser un composé hydrocarboné substitué en combinaison avec un oxydant classique. Le liant en lui-même ne constitue pas une caractéristique de l'invention et il est utilisé pour renforcer la tenue mécanique de la composition. Cependant, on choisira de préférence les composés macromoléculaires du type fluorés qui participe à la réaction de combustion par l'apport de molécules de fluor très oxydant par exemple le polyfluorure de vinylidène, mais on peut cité également d'autres liants tels que le copolymère acétate, le copolymère acétochlorure de vinyle, le polystyrène, réticulable ou non, le copolymère méthacrylate de méthyle/styrène et le néoprène. La proportion du liant utilisée peut être de l'ordre de 5 à 20 parties et mieux vaut ne pas dépasser 25 parties.

Pour chacune des compositions indiquées ci-après on a mesuré la vitesse de combustion, la tenue mécanique, le pouvoir d'occultation, le coefficient d'absorption ainsi que le vieillissement.

La vitesse de combustion est mesurée sur une éprouvette cylindrique de 3 cm de long et de 3 cm de diamètre réalisée par compression à $6-10^7$ Pa.

Le pouvoir d'occultation est mesuré à l'aide d'une caméra thermique travaillant dans la bande $0,3-5,6 \mu\text{m}$ disposée à 4,5 m d'un émetteur constitué par une source étendue de 20 cm de côté portée à 200°C dans un tunnel. Le pouvoir d'occultation de la fumée peut être défini comme le temps pendant lequel l'image de la source étendue est partiellement ou totalement effacée par le passage de cette fumée entre la caméra et la source étendue.

Le coefficient d'absorption $A_{\Delta\lambda}$ (m^{-1}) est mesuré sur une bande de longueur d'onde de $0,3$ à $6 \mu\text{m}$ par application de la loi de Beer.

Dans le tableau I, on a rassemblé les résultats des mesures de vitesse de combustion et de tenue mécanique définis ci-après.

- combustion : on mesure la vitesse de combustion à l'air libre V (1atm) et la vitesse de combustion sous la pression régnant à l'intérieur d'une munition fumigène $V(P)$ prête à l'emploi; c'est-à-dire constituée d'un pot fumigène de 36 cm de long et de 8 cm de diamètre;

- tenue mécanique : on mesure S_{mc} (contrainte maximale en compression uniaxiale) et emc (déformation pour la contrainte maximale)

- tenue au vieillissement : 1) on soumet les compositions pyrotechniques à des températures respectives de -40°C et $+51^\circ\text{C}$ pendant un mois et on mesure les caractéristiques mécaniques précédentes.

~~CONFIDENTIEL DÉFENSE~~

20 on mesure d'une part la perte de masse par sublimation des constituants de la composition après le vieillissement et d'autre part la tation du comprimé.

- coefficients de sensibilité à la friction (csf) et à la friction csi (selon les modes opératoires respectifs GEMO EMD-440A et GEMO PED-410-L1).

On réalise les diverses compositions suivantes sous forme de comprimés aux indications précédentes que l'on teste comme précisé ci-dessus :

COMPOSITION 1

- 20 parties de poudre de magnésium,
- 10 - 80 parties d'hexachlorobenzène,
- 10 parties de naphthalène,
- 10 parties de polyfluorure de vinylidène.

COMPOSITION 2

- 20 parties de poudre de magnésium,
- 15 - 70 parties d'hexachlorobenzène,
- 10 parties de naphthalène,
- 5 parties de néoprène.

COMPOSITION 3

- 20 parties de poudre de magnésium,
- 20 - 70 parties d'hexachlorobenzène,
- 10 parties de naphthalène,
- 5 parties de polyfluorure de vinylidène.

COMPOSITION 4

- 18,5 parties de poudre de magnésium,
- 25 - 61,5 parties d'hexachloroéthane,
- 30 parties de naphthalène,
- 20 parties de paraffine chlorée
- 20 parties de polyfluorure de vinylidène.

COMPOSITION 5

- 30 - 20 parties de poudre de magnésium,
- 80 parties d'hexachlorobenzène,
- 5 parties d'acétate de polyvinyle.

COMPOSITION 6

- 20 parties de poudre de magnésium,
- 35 - 80 parties d'hexachlorobenzène,
- 20 parties de polyfluorure de vinylidène.

COMPOSITION 7

- 20 parties de poudre de magnésium
- 80 parties de pentachloronaphtol
- 40 - 10 parties de naphthalène
- 10 parties de polyfluorure de vinylidène

COMPOSITION 8

- 20 parties de poudre de magnésium
- 90 parties d'un mélange de trichloronaphtalène et de tétrachloronaphtalène (50-50)
- 45 - 10 parties de polyfluorure de vinylidène

897372

T A B L E A U 1

Critères

	V 1atm (mm/s)	0,57
	VP (mm/s)	0,1
5	Smc (10^5 Pa)	178
	emc %	0,87
	Smc (10^5 Pa) :	-40°C 175
	après 1 mois :	+51°C 144
	emc (%) :	-40°C 1,01
10	après 1 mois :	+51°C 0,77
	Perte de masse (%) :	-40°C -0,7
	après 7 jours à :	+51°C 1,8
	Perte de masse (%) :	-40°C -0,8
	après 1 mois à :	+51°C 4
15	Dilatation (%) après :	-40°C néant
	1 mois à :	+51°C +0,2
	csF (%) sous 353 N	0
	csi (%) sous 100 J	0

20 Les résultats obtenus montrent que les propriétés physiques et chimiques des comprimés de composition préparés selon l'invention ne varient pas au cours du temps.

Dans le tableau II, on a rassemblé les valeurs obtenues pour le coefficient d'absorption A et le pouvoir d'occultation.

T A B L E A U II

T A B L E A U II		POUVOIR D'OCCULTATION λ 2 à 5,6 μ m		
25	A_{λ}	durée d'occultation	durée d'occultation	
	0,3 à 6 μ m	totale en s	partielle en s	
30	1	0,95	8	45
	2		0	50
	3		7	60
	4	0,92	2,5	20
	5	0,76	0	5
	6	1,03		

~~CONFIDENTIEL DÉFENSE~~

REVENDICATIONS

- 1 - Composition pyrotechnique fumigène destinée à la production d'un écran de fumée interdisant la transmission du rayonnement infrarouge d'une cible vers un capteur, caractérisée en ce qu'elle comprend un composé générateur, par décomposition thermique, de particules de carbone dont les dimensions sont comprises entre environ 1 et 14 μm et un système oxydo-réducteur réagissant à une température supérieure à 1000°C et un liant.
- 2 - Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le composé générateur de particules de carbone est constitué par l'hexachloroéthane, l'hexachlorobenzène, le naphthalène, l'anthracène/ou un mélange de ceux-ci.
- 3 - Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que le réducteur est choisi parmi les poudres métalliques et en ce que l'oxydant est représenté par l'hexachlorobenzène, l'hexachloroéthane ou leur mélange.
- 4 - Composition selon la revendication 3, caractérisée en ce qu'elle comprend le système ternaire suivant :
- 15 à 25 parties en poids de poudre métallique,
 - 50 à 85 parties en poids d'hexachlorobenzène ou d'hexachloroéthane,
 - 0 à 30 parties de naphthalène.
- 5 - Composition selon la revendication 4, caractérisée en ce que la poudre métallique est une poudre de magnésium.
- 6 - Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 20 parties de poudre de magnésium,
 - 80 parties d'hexachlorobenzène,
 - 10 parties de naphthalène,
 - 10 parties de liant représenté par du polyfluorure de vinylidène.
- 7 - Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 20 parties de poudre de magnésium,
 - 70 parties d'hexachlorobenzène,
 - 10 parties de naphthalène,
 - 5 parties de liant représenté par le néoprène.
- 8 - Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 20 parties de poudre de magnésium,
 - 70 parties d'hexachlorobenzène,
 - 10 parties de naphthalène,
 - 5 parties de liant représenté par le polyfluorure de vinylidène.

00000

- 9 - Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 20 parties de poudre de magnésium,
 - 70 parties d'hexachlorobenzène,
- 5 - 10 parties de naphthalène,
- 10 parties de liant représenté par le polyfluorure de vinylidène.
- 10 - Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 18,5 parties de poudre de magnésium,
- 10 - 61,5 parties d'hexachloroéthane,
- 30 parties de naphthalène,
 - 20 parties de paraffine chlorée,
 - 20 parties de liant représenté par le polyfluorure de vinylidène.
- 11 - Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 15 - 20 parties de poudre de magnésium,
- 80 parties d'hexachlorobenzène,
 - 20 parties de liant constitué par l'acétate de polyvinyle.
- 12 - Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 20 - 20 parties de poudre de magnésium,
- 80 parties d'hexachlorobenzène,
 - 20 parties de polyfluorure de vinylidène.
- 13 - Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 25 - 20 parties de poudre de magnésium,
- 80 parties de pentachloronaphtol,
 - 10 parties de naphthalène,
 - 10 parties de polyfluorure de vinylidène.
- 30 14 - Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle comporte les constituants suivants :
- 20 parties de poudre de magnésium,
 - 90 parties d'un mélange 50-50 de trichloronaphtalène et de tétrachloronaphtalène.
- 15 - Application d'une composition pyrotechnique selon l'une quelconque des
- 35 revendications 1 à 14 à la réalisation de munitions fumigènes.

BRUXELLES, le 26 JUIN 1983

E. Pon

Etat Français
représenté par le Délégué
Général pour l'Armement
P. Pon BUREAU VANDER HAEGHEN

D. J. P. P.