

Mise en œuvre expérimentale d'impacts basse vitesse sur matériau énergétique

P. MATEILLE^{a,b}, S. COUSSY^b, L. DARIDON^a, O. ARNOULD^a, A. FANGET^b, E. LAPEBIE^b

a. LMGC – UMR 5508 / Université de Montpellier 2, cc048 Place Eugène Bataillon, 34095 MONTPELLIER

b. Centre d'Etudes de Gramat, 46500 GRAMAT

Résumé :

Les matériaux énergétiques présentent un caractère sensible aux sollicitations mécaniques, chimiques ou thermiques « faibles », dont l'origine est probablement liée à un endommagement microstructural progressif du matériau. La butalite analysée dans le cadre de notre étude est un propergol composite, constitué de grains de perchlorate d'ammonium et d'une matrice polymérique de type PBHT. Pour décrire la réponse thermo-mécanique sous faible choc de ce matériau à l'échelle mésoscopique, nous réalisons des essais d'impacts basse vitesse à la tour de chute, sous différentes configurations expérimentales, en couplant un enregistrement par caméra rapide à une analyse ante- et post-mortem de l'échantillon par microtomographie X. Plusieurs modifications d'une tour de chute classique ont été effectuées afin de mettre en œuvre la vidéo rapide et d'explorer le maximum de configurations expérimentales possibles. Les résultats des essais de validation de la version modifiée du dispositif nous permettent d'envisager des campagnes d'essais permettant de récupérer les données nécessaires à l'identification et à la caractérisation des mécanismes d'endommagement pouvant servir de points chauds pour l'initiation d'une réaction sous faible choc.

Abstract :

Energetic materials are sensitive to “low” mechanical, chemical and thermal stresses, whose origin is probably linked to their microstructural damaging. The present study focuses on a composite propellant composed of ammonium perchlorate grains in a polyurethane binder (HTPB). To describe the thermo-mechanical behaviour of this material, at the mesoscopic scale, under low impact, drop weight tests are carried out under various experimental configurations, adding a high speed camera recorder and ante- and post-mortem X-ray microtomography. Several modifications of the usual device are developed in order to explore as most as possible experimental configurations. Results obtained during validation tests of the modified device enable us to consider that this system can yield us the required data for the identification and characterization of the hot spots underlying damage mechanisms for low impact reaction ignition.

Mots clefs : propergol, impacts basse vitesse, endommagement microstructural, tour de chute

1 Introduction

Bien que potentiellement sensibles, les matériaux énergétiques sont conçus pour être stables aussi bien en conditions normales, que lors de sollicitations mécaniques, chimiques ou thermiques « faibles ». Dans cette étude, nous ne considérons que les agressions de types mécaniques, et plus particulièrement les impacts à basse vitesse (faible pression, « long » temps d'application). En effet, durant leur cycle de vie, de leur fabrication à leur utilisation opérationnelle ou à leur démantèlement, les munitions sont exposées à des chocs répétitifs de faible intensité qui peuvent les amener à réagir de manière intempestive.

C'est pourquoi, dans le cadre de la sécurisation des munitions, nous cherchons à étudier le ou les endommagements à l'origine de ces réactions sous faibles sollicitations, leur évolution et leur(s) origine(s) mécanique(s), afin d'établir un seuil de réaction/non réaction, lié à l'environnement du matériau énergétique considéré. Ainsi, la compréhension de la réponse thermomécanique d'un propergol composite comme une butalite, passe par une caractérisation multi-échelle de chacune de ses phases constitutives. En effet, selon le

type de chargement appliqué, les non linéarités comportementales se traduisent par une localisation de la déformation dans la matrice avec de fort taux de cisaillement ou d'endommagement comme de la décohésion grains/matrice, de la multi-fissuration de grains ou de la plastification granulaire

Afin de discriminer l'origine et le type de l'endommagement généré, suivant l'intensité et le type de sollicitations, nous utilisons une version modifiée du « drop weight test », qui est un des tests normatifs permettant d'établir une classification énergétique comparative des matériaux testés [1, 2]. Après une brève description de la butalite étudiée, cet article présente les modifications apportées à ce test, permettant de mettre en œuvre un moyen de mesure comme la vidéo rapide, ainsi que les premiers résultats obtenus. Ces mesures sont complétées par des observations ante- et post-mortem des échantillons de matériau par microtomographie X. L'association de ces deux techniques devrait nous permettre de déterminer les types d'endommagement générés en fonction du chargement appliqué. Nous étudions trois types d'échantillons le premier constitué uniquement par du PBHT, le second d'un matériau fantôme, c'est-à-dire ayant un comportement mécanique équivalent à celui de la butalite mais inerte, et le dernier étant la butalite.

2 Matériel et méthodes

Le matériau énergétique étudié (matériau école de l'ONERA) est une butalite « simplifiée », c'est-à-dire un propergol composite obtenu par incorporation d'une distribution monomodale (400 μm) de 60 % en masse de grains de perchlorate d'ammonium (PA) dans un liant polymérique de type polybutadiène hydroxylé (PBHT) (voir la figure 1). Nous avons choisi ce type matériau car sa composition microstructurale « simplifiée » (grains quasi sphériques et sans défaut) nous permet de caractériser plus facilement son endommagement et plus généralement d'étudier les phénomènes d'initiation (*i.e.*, points chauds) dus à des agressions mécaniques faibles.

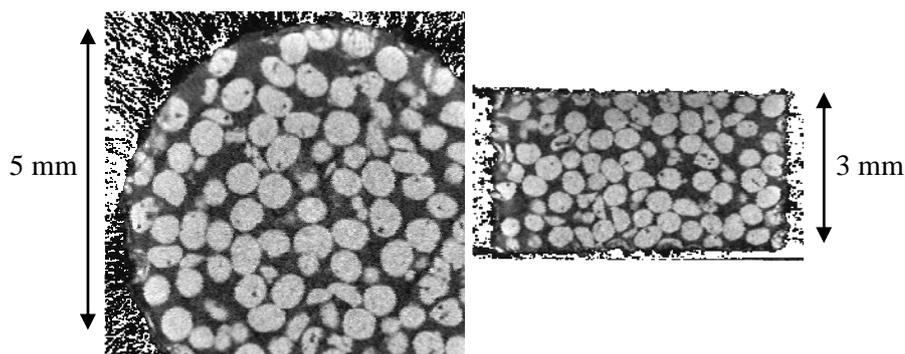


FIG. 1 – Vues 2D obtenues par microtomographie aux rayons X d'une pastille de butalite en coupe transversale (à gauche) et longitudinale (à droite) : mise en évidence des grains de perchlorate d'ammonium (en gris clair) dans la matrice en PBHT (en noir).

Le premier test de tour de chute cité dans la littérature date de 1910 (Rotter-UK). Ce n'est que plus tard, dans les années 40, que l'« Explosive Research Laboratory » de Bruceton a développé le test de tour de chute standard encore utilisé aujourd'hui [1]. La tour de chute sur laquelle nous travaillons, est identique à celle décrite dans la norme NF T 700-500 [2] et est utilisée par l'OTAN [3]. Il s'agit d'un test normatif de classification et de réception des matériaux explosifs. Comme le montrent les photos de la figure 2, la tour de chute utilisée dans cette étude se compose d'un socle en béton armé supportant le dispositif de maintien de la pièce à solliciter et d'une structure métallique qui supporte la colonne de guidage de la masse tombante. Celle-ci est maintenue en position par un système de déclenchement. Un dispositif anti-rebond permet d'assurer un seul impact.

Ce dispositif permet de déterminer la sensibilité au choc de faible intensité d'une substance explosive. La hauteur de chute peut varier de quelques centimètres à près de trois mètres. La masse du projectile peut être ajustée à volonté jusqu'à une trentaine de kilogrammes. La forme de l'impacteur peut également être adaptée au besoin. Ces paramètres permettent de faire varier l'énergie du choc et d'estimer, suivant la méthode de Bruceton, la valeur de l'énergie qui correspond à la probabilité d'avoir 50% de réaction. Plus cette valeur est faible, plus la matière est sensible au choc [2]. L'impact de la masse tombante sur l'échantillon de matériau énergétique à tester peut initier trois types de réaction : soit une réaction très rapide liée au cisaillement des

grains de l'échantillon ; soit une réaction beaucoup plus lente, attribuée à la combustion de l'échantillon ; soit aucunes réactions avec éventuellement création d'endommagement non visible ou non mesurable avec les procédés classiques.

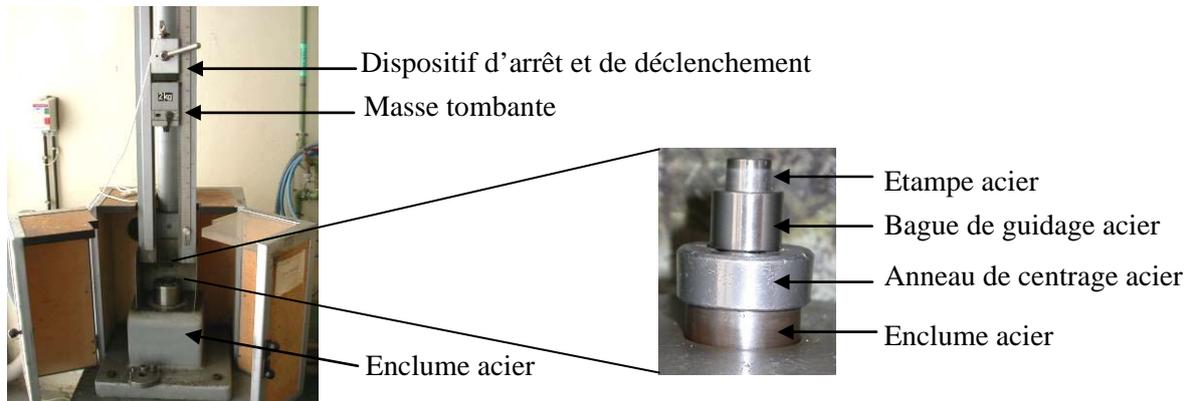


FIG. 2 – Description de la tour de chute dans sa configuration nominale.

Aujourd'hui, le « Cavendish Laboratory » de Cambridge utilise un moyen d'essai similaire pour étudier la physique des explosifs [4]. Leurs travaux portent principalement sur la détermination de la sensibilité des matériaux énergétiques aux faibles chocs et l'influence des différents composants des propergols, ainsi que l'énergie nécessaire à l'initiation de l'échantillon et l'énergie dégagée lors de la réaction. Il s'agit de faire réagir le matériau énergétique étudié et de se focaliser sur les phénomènes post-réactionnels initiés. Dans notre cas, nous nous plaçons en amont de l'initiation du matériau, l'objectif principal étant d'observer les effets des impacts à basse vitesse, de les quantifier et de déterminer les phénomènes qui endommagent le matériau et entraînent la formation de points chauds (*i.e.*, sites d'initiation d'une réaction). Pour cela, il est essentiel de pouvoir décomposer exactement les types de sollicitations imposées par la tour de chute dans sa configuration normative et de l'adapter à nos besoins.

Les modifications que l'on souhaite apporter à la tour de chute doivent répondre à certaines contraintes :

- Rester modulable et reconfigurable (besoin d'étude/moyen normatif) ;
- Défini pour une quantité d'explosif limitée à 40 mm^3 (soit approximativement 4 mm de diamètre et 3 mm de haut) ;
- La masse tombante et l'impacteur ne sont pas modifiables.

Pour caractériser les phénomènes en amont de l'initiation du matériau, nous choisissons de suivre l'essai par caméra rapide, afin de mesurer l'écrasement de la pastille, l'évolution des déformées radiale et transversale, le déplacement des grains, ... en fonction du temps [5].

Pour cela, nous modifions le matériau constitutif des éléments placés sous la pastille, ainsi que la bague de guidage. Ce matériau doit être transparent à la lumière et doit permettre d'adapter les étaupes et l'enclume à l'impédance de la butalite (ou du PBHT). Ainsi, l'onde générée à l'impact n'est pas réfléchiée aux interfaces pastille/étaupes/enclume, et il n'y a qu'un seul passage d'onde incidente dans le matériau. Au final, l'acier est remplacé par du PMMA (voir figure 3). L'enclume inférieure est aussi modifiée pour mettre en place un miroir permettant de visualiser la face inférieure de l'échantillon au cours de l'essai.

Grâce à des résultats de calculs de dimensionnement préliminaires, le chargement de la pastille est supposé se décomposer en deux parties : un chargement dynamique hétérogène (passage de l'onde incidente due au choc) et un chargement quasi-statique homogène (compression simple). Pour découpler ces deux phénomènes expérimentalement, un épaulement a été ajouté à l'étaupe supérieure (voir la figure 3). Celui-ci permet de contrôler la déformation maximale de compression simple et ainsi d'étudier l'effet du taux d'écrasement statique.

L'enregistrement de l'écrasement de la pastille de butalite se fait à l'aide d'une caméra rapide de type PHOTRON FASTCAM [6] Noir et Blanc (fréquence 5kHz, temps de pose 1/25000s), couplée à un objectif de type télescope QUESTAR. Elle est connectée à un ordinateur pour la gestion du logiciel d'acquisition et son déclenchement est asservi à un système de trigger à coupe circuit. Pour obtenir un compromis optimal

entre le contraste, la vitesse d'enregistrement et la netteté, l'échantillon est éclairé en lumière blanche par 4 fibres optiques. Le dispositif vidéo est posé sur un banc optique et le nombre d'images prises au cours d'un essai est de l'ordre de 100.

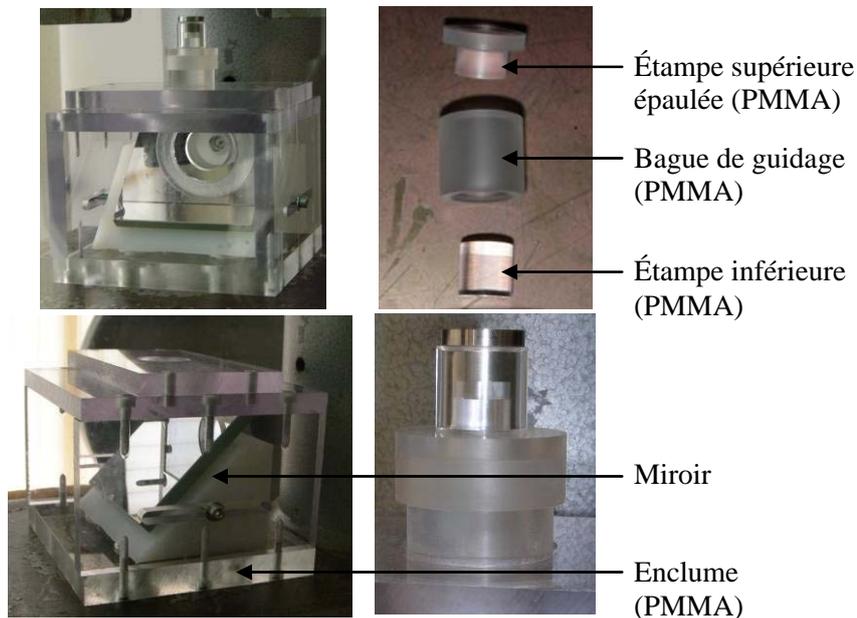


FIG. 3 – Vues de la tour de chute modifiée

Enfin, pour observer les différences microstructurales entre une pastille saine (n'ayant subi aucun chargement) et une pastille ayant été agressée, nous utilisons un microtomographe SKYSCAN [7] (taille maximale de l'échantillon $20 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$, images 1024×1024 sur 12 bits de niveau de gris, résolution spatiale $5 \mu\text{m}$, temps d'intégration 100ms à 10s, tension maximale du faisceau 100kV). Il nous permet d'obtenir un scanner complet de la pastille, sur le principe de la radiographie aux rayons X.

3 Résultats préliminaires

Pour valider les modifications réalisées sur la tour de chute et vérifier que les mesures effectuées sont cohérentes et exploitables, toutes les configurations expérimentales possibles sont testées en faisant varier les paramètres de confinement latéral, de mode de chargement et de lubrification, ainsi que la masse et la hauteur de chute de la masse tombante. Au cours de tous ces essais nous mettons en œuvre la caméra rapide et l'analyse microtomographique ante- et post-mortem.

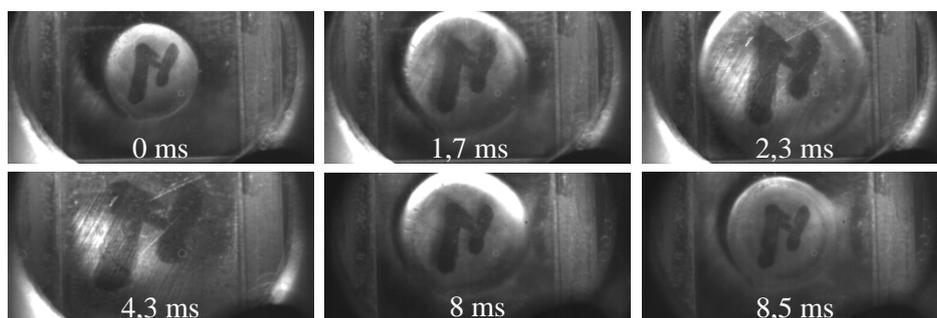


FIG. 4 – Séquence d'enregistrement temporelle d'un essai à la tour de chute (10 cm-5 kg) sur une pastille de PBHT ($\varnothing 5 \text{ mm}$ -H 3 mm) dans le cas d'un écrasement maximal avec lubrification, en vue axiale.

Les figures 4 et 5 donnent des exemples de séquences d'enregistrement que nous avons réalisées au cours d'essais d'impact basse vitesse à la tour de chute, sur des pastilles de PBHT et de butalite, dans des conditions expérimentales variables. La pastille de PBHT est écrasée à près de 100% (voir la figure 4). La lubrification permet une déformation radiale isotrope. A la décharge, la pastille reprend sa forme initiale, démontrant qu'il n'y a pas de déformation résiduelle ou d'endommagement « macroscopique » quantifiable.

Dans le cas de la pastille de butalite, celle-ci subit une déformation axiale imposée de 30% (voir la figure 5). Comme il n'y a pas de lubrification, on peut remarquer la forme en tonneau de la pastille lors de l'écrasement. La figure 6 montre des images ante- et post-mortem obtenues en microtomographie, sur la pastille de butalite de la figure 5.

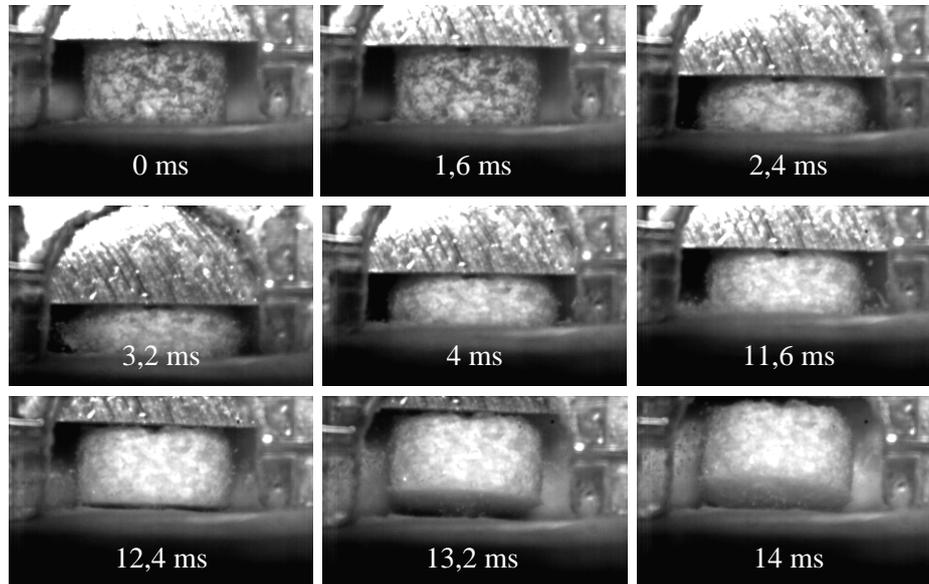


FIG. 5 – Séquence d'enregistrement temporelle d'un essai à la tour de chute (10 cm-5 kg) sur une pastille de butalite (\varnothing 5 mm-H 3 mm) dans le cas d'un choc arrêté sans lubrification, en vue radiale.

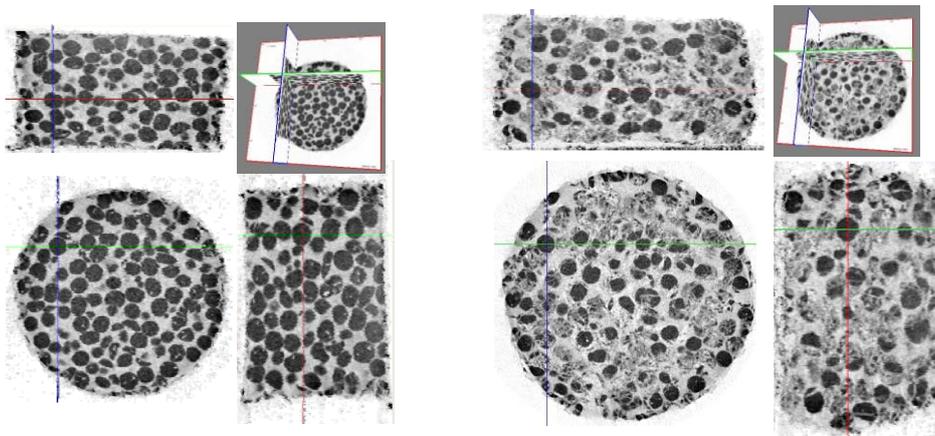


FIG. 6 – Images ante- et post-mortem obtenues au microtomographe d'une pastille de butalite (\varnothing 5 mm-H 3 mm) dans le cas d'un écrasement axial maximal de 30% sans lubrification (figure 5) : observation de l'apparition de divers endommagements par rapport à la pastille saine (figure 1).

On mesure des déformations résiduelles d'environ 31% en diamètre et 13% en hauteur. Cette altération « macroscopique » est certainement due à plusieurs phénomènes d'endommagement/plastification « microscopiques ». On observe, en effet, de la fissuration dans les grains, voire de la pulvérisation de grains, des décohésions grains/matrice et même l'apparition de vide correspondant soit à des zones probables de début de réactions, soit à la relaxation de la matrice (voir la figure 6).

De plus lors d'un essai réalisé dans la configuration « transmission de choc seul » avec une enclume supérieure épaulée, la comparaison ante- et post-mortem au microtomographe de la pastille n'a permis d'observer qu'une fissuration des grains sans déchaussement grain/matrice, aucune apparition de vide et aucune déformation macroscopique résiduelle. Cela signifierait que le passage de l'onde seule provoquerait un endommagement des grains avant même que la pastille ne soit comprimée quasi-statiquement. Cette observation va à l'encontre des idées reçues sur la chronologie et l'origine de l'endommagement dans ce genre de matériau et des essais complémentaires doivent être effectués pour la confirmer.

4 Conclusions

La modification de la tour de chute et son utilisation comme moyen d'expertise en terme de vulnérabilité et de sécurisation des munitions, associée à une caméra rapide et un microtomographe, semble être un bon moyen pour identifier les types d'endommagement, leurs origines et pour caractériser plus largement les phénomènes liés à l'initiation de matériaux énergétiques type butalite, soumis à une agression mécanique de faible intensité. En effet, les premiers essais montrent clairement que le type de chargement des matériaux énergétiques joue un rôle majeur dans leurs phases d'endommagement et de réaction. Le chargement très hétérogène de l'onde initiale due au choc semble générer un pre-endommagement localisée des grains alors que la compression homogène quasistatique semble ensuite générer de la décohérence grain/matrice voir des débuts de réaction. La compréhension de la réponse thermomécanique de ce type de matériau passe donc par une caractérisation et une modélisation multi-échelle suivant le type de chargement appliqué. Les mesures actuelles ne permettent pas de quantifier ce qu'il se passe dans la matrice. Des moyens de traitement d'images actuellement en cours de développement devraient nous permettre d'accéder aux champs de déplacements des grains de perchlorate d'ammonium en surface de la pastille et aux déplacements des surfaces de la pastille au cours du temps. Nous pourrions ainsi calculer le champ de déplacements des grains et, en s'appuyant sur des modélisations numériques éventuellement multi-échelles, estimer les déformations intergranulaires de la matrice et les contraintes appliquées aux grains. Ceci nous permettra de mieux mettre en relation état de contraintes/déformations locales et mode(s) d'endommagement généré(s). Des essais complémentaires, éventuellement sur pastilles ayant subi un choc, sous microtomographie permettront d'effectuer le même genre d'analyse en quasistatique mais dans le volume.

References

- [1] C.S. Coffey, V.F. DeVost, Impact testing of explosives and propellants, *Propellants Explosives Pyrotechnics*, 20, 105-115, 1995.
- [2] AFNOR, NF T 70-500, Matériaux énergétiques de défense - Sécurité et Vulnérabilité : Sensibilité au choc - Epreuve au mouton de choc, 1995.
- [3] OTAN, Standardization agreement, STANAG 4489, Explosives, Impact sensitivity tests, 1999.
- [4] S.M. Walley, J.E. Field, S.J.P. Palmer, Impact sensitivity of propellants, *Mathematical and physical sciences*, 438(1904), 571-583, 1992.
- [5] P. Mateille, L. Daridon, O. Arnould, E. Lapébie, A. Fanget, H. Trumel, Impact basse vitesse «Tour de chute» - Modélisation & Lois de comportement, *Journées Microstructure de Tour « Approche multi échelles des matériaux énergétiques hétérogènes »*, 2008.
- [6] Photron Limited, Caméra rapide FASTCAM-ultima APX, Manuel du matériel, <http://www.photron.com/content.cfm?n=products&id=KingOfHighSpeedVideo>, 2003.
- [7] SkyScan, Desktop X-Ray microtomographe SkyScan 1072, <http://www.skyscan.be/products/1072.htm>, 2001.