Conception et développement d'un micro détonateur électrique intégrant des nanothermites pour l'amorçage par impact d'explosifs secondaires

Ludovic Glavier

▶ **To cite this version:**

Ludovic Glavier. Conception et développement d'un micro détonateur électrique intégrant des nanothermites pour l'amorçage par impact d'explosifs secondaires. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Toulouse 3 Paul Sabatier, 2017. Français. NNT : . tel-01483791v1

HAL Id: tel-01483791

https://laas.hal.science/tel-01483791v1

Submitted on 6 Mar 2017 (v1), last revised 26 Mar 2018 (v2)

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE TOULOUSE

Délivré par l'Université de Toulouse 3 – Paul Sabatier

Spécialité

Micro et Nano Systèmes

Présentée et soutenue par :

Ludovic GLAVIER

Le vendredi 13 janvier 2017

Titre

Conception et développement d'un micro détonateur électrique intégrant des nanothermites pour l'amorçage par impact d'explosifs secondaires

---

JURY

Directrice de thèse

Carole ROSSI	LAAS CNRS

Rapporteurs

Boris A. KHASAINOV	Institut Pprime
Gérard BAUDIN	CEA Gramat

Autres Membres du Jury

Nicolas NOLHIER	LAAS CNRS	Président
Fabien JOUOT	CNES DLA	Examiniateur
Laurent RENAUD	Dassault Aviation	Examinateur

***Ecole doctorale** :*

Génie Electrique, Electronique et Télécommunications (GEET)

Unité de Recherche :

Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS)

Mieux vaut une allumette intelligente qu’un sot briquet,

Ceci n’a rien d’étonnant.

Remerciements

Le commencement de cet ouvrage, bien que cela en marque la fin, est dédié à l'expression de ma gratitude envers les différentes personnes qui m'ont permis d'accomplir ce travail de thèse avec un grand plaisir.

L'Homme s'ennuie du plaisir reçu et préfère de bien loin le plaisir conquis.

Alain Fournier

Je commence donc mes remerciements par la direction du laboratoire qui m'a accueilli durant ces années de travail, Jean ARLAT, succédé par Liviu NICU. Je remercie l'équipe de recherche N2IS dirigée par Jean-Yves FOURNIOLS. Une équipe qui a connu du changement au cours de mon passage au LAAS en créant le groupe NEO, dirigé par Alain ESTEVE que je tiens à remercier particulièrement. Je remercie toutes les personnes du service administratif et du secrétariat pour m'avoir permis de réaliser ces travaux dans d'excellentes conditions.

Moi Docteur, je remercie tous les membres du Jury : M. Gérard BAUDIN, chargé de Recherche au CEA, M. Boris KHASAINOV, chargé de recherche à l'institut Pprime et directeur de la SARL SimulExplo pour avoir rapporté ces travaux de thèse. Je remercie M. NOLHIER Nicolas Professeur à l'Université de Toulouse pour avoir présidé ce Jury.

Moi Docteur, je remercie le CNES, plus particulièrement Yann GUELOU pour ces échanges plus que pertinents sur mes travaux de recherche. Fabien JOUOT, pour tous ces échanges professionnels et extra-professionnels ainsi que ta participation en tant qu'examinateur à ma soutenance de thèse.

Moi Docteur, je remercie Dassault Aviation de m'avoir permis de réaliser ces travaux dans de très bonnes conditions, dans la réalisation des essais. Je remercie toutes les personnes du BE, du labo et de la production. Notamment Pierre JOANNY merci pour ta confiance. Bernard MARTIN pour m'avoir suivi et supporté tout au long de mes travaux. Laurent RENAUD d'avoir été examinateur lors de ma soutenance et pour ton support. Jérémy BARBERON pour ton dévouement, ton implication et ta volonté durant les périodes d'essais. Et Tonio pour ta disponibilité qui a été indispensable.

Moi Docteur, je remercie très chaleureusement Carole ROSSI qui a été ma directrice de thèse pour ta confiance, ta patience, tout le temps accordé pour me pousser à aller toujours plus loin, ce qui m'a permis d'arriver là où je suis aujourd'hui. Un grand merci !

Moi Docteur, je remercie toutes les personnes et les services techniques du LAAS avec qui j'ai pu « collaborer ». Un bien grand mot signifiant autant réflexion philo-

scientifique qu'absorption de liquides plus ou moins organiques… Je pense en particulier à Ludovic SALVAGNAC (et de la rhumanesque UNIVEX), Anne HEYMERIC (et la biérattitude à Boston), Xavier DOLLAT, Rémi COURSON, Laurent MAZENQ, Adrien LABORDE…

Moi Docteur, je remercie la fine équipe avec qui j'ai passé ma vie au laboratoire. Merci Cloé de nous avoir sauvé du machisme. Medhi le parrain. Marc l'extra. Théo mon grand fou, mon compagnon de route, 3 ans assis l'un à côté de l'autre ce n'est pas négligeable. Stéphane notre bonne conscience, qui nous a rendu la vue (n'y vois aucun lien avec Essilor). Andrès l'amitié exotique bienveillante. Andréa notre dévouée énergique. Mathilde notre cuisinière. Vincent l'extra-introverti (dans le sens extraordinaire !). Lorena notre maman. Nicolas notre fêtard et frontdeur. Jérémy G. notre mélomane. Docteur Jérémy sans qui je n'aurais été dans l'espace à mon pot de thèse… Loin d'être exhaustif je tiens à remercier toutes les personnes que j'ai rencontrées et avec qui j'ai pu échanger.

Moi Docteur, je remercie Guillaume TATON, alias « ma puce », pour m'avoir initié à ce projet à travers la transmission de ton savoir et de ta passion pour le monde du spatial. Tu m'as énormément apporté durant ce temps passé avec toi, tant professionnellement que personnellement…

Moi Docteur, je remercie Adrien RAMOND de toutes ces conversations ambitieuses au Melting Pot, ainsi que ces moments très enrichissants partagés avec toi.

Moi Docteur, je remercie le club d'aviron Toulousain (Simon, Gaël, Yannick, Maxime, Jérôme, Myklos, Guillaume, Christophe, Philippe, Vincent, JB …) de m'avoir permis de découvrir de nouvelles choses et surtout avec qui j'ai pu me défouler durant mes périodes de dur labeur.

Moi Docteur, je remercie affectueusement ma famille et ma belle-famille pour avoir suivi toutes mes péripéties. D'avoir été présent de près ou de loin le jour de ma soutenance. Pour le cadre idyllique de MONS qui m'a fortement m'aider à rédiger… Je remercie aussi mon « cousin » Sam, pour m'avoir accueilli chez lui durant mes visites en région Parisienne, je sais ô combien c'était difficile, surtout les lendemains…

And last but not least, moi Docteur, je remercie ma chère et tendre Mathilde qui m'a épaulé durant tout ce temps et qui a toujours l'oreille attentive à mon égard. Enfin qui a réussi à me supporter et qui y arrive encore. C'est donc avec un œil tendre et amoureux que je viens ici t'exprimer ma gratitude.

Ma vie durant ces travaux de thèse a été particulièrement épanouissante. Et malgré le salaire de doctorant (même si on n'est pas à plaindre), il s'agit de l'expérience la plus enrichissante qui soit, tant scientifiquement qu'humainement. Ce manuscrit est bien plus qu'une simple thèse, c'est un bout de ma vie qui a dessiné mon avenir…

SOMMAIRE

Notations XI

Introduction Générale 1

CHAPITRE I : CONTEXTE ET ETAT DE L'ART 7

I.1. Introduction 9

I.2. De Véronique à Ariane 5 10

I.3. Les systèmes pyrotechniques sur lanceur Ariane 5 15

I.3.1. L'initiateur 19

I.3.2. La Barrière de Sécurité d'Armement (BSA) 21

I.3.3. La Ligne de Transmission (LdT) 21

I.3.4. Le Relai MultiVoies (RMV) 22

I.3.5. Le Relais Retard (RR) 23

I.3.6. Exemples de fonctions terminales 23

I.3.7. Résumé 24

I.4. L'architecture Pyronumérique proposée par Dassault Aviation 25

I.4.1. Présentation de l'IFI 27

I.4.2. L'interface de connexion 29

I.4.3. Le bloc électronique 29

I.4.4. Le système de conversion électro-pyrotechnique et d'armement 30

I.4.5. Résumé et introduction de l'objectif de ma thèse 36

I.5. La détonation et les explosifs 37

I.5.1. La détonation 37

I.5.2. Les explosifs 38

I.5.3. L'amorçage d'explosif secondaire 39

I.6. Etat de l'art des détonateurs électriques 40

I.6.1. Les détonateurs à fil chaud ou « bridge wire » 40

I.6.2. Exploding Bridge Wire Detonator (EBW) 42

I.6.3. Exploding Foil Initiator (EFI) ou Slapper Detonator 44

I.6.4. Les détonateurs à élément projeté (DEP) par combustion 45
I.6.5. Résumé et analyse 47
I.7. Problématique et objectifs de la thèse 49
I.8. Conclusion 50

CHAPITRE II : CONCEPTION DU SYSTEME 53
II.1. Introduction 55
II.2. Cahier des charges 55
II.2.1. Exigences fonctionnelles 55
II.2.2. Exigences dimensionnelles 56
II.2.3. Exigences pyrotechniques 56
II.2.4. Exigences en termes de fiabilité et de robustesse 56
II.2.5. Exigences de tenues aux environnements 57
II.2.6. Résumé du Cahier des charges 58
II.3. Conception du micro détonateur 58
II.4. Solution d'intégration 60
II.4.1. La solution bi-canons 61
II.4.2. La solution de secours mono-canon 62
II.5. L'amorçage d'explosif par Transition Choc / Détonation (TCD) 65
II.6. Le système de propulsion de paillet 68
II.6.1. Le canon 68
II.6.2. Le paillet 69
II.6.3. La chambre de combustion 73
II.6.4. La composition pyrotechnique propulsive 74
II.7. Le PyroMEMS 76
II.7.1. Eléments de conception du PyroMEMS 77
II.7.2. Résumé du procédé de fabrication du PyroMEMS V1 80
II.7.3. Fiabilisation du procédé de fabrication 88
II.7.4. Validation des performances du PyroMEMS V2 95
II.8. Conclusion 98

CHAPITRE III : ETUDE DU DISPOSITIF TOUT NANOTHERMITE 101

III.1 Introduction 103

III.2 Les nanothermites 103

III.2.1. Généralités 103

III.2.2. Notion de stœchiométrie 104

III.2.3. L'apport du nanométrique 104

III.2.4. Prise en compte de la couche d'alumine 107

III.3. Préparation des nanothermites en poudre 108

III.3.1. Les nanoparticules d'aluminium : L'agent réducteur 108

III.3.2. Les nanoparticules d'oxydes métalliques et fluorés : l'agent oxydant 110

III.3.3. Préparation des poudres d'Al et d'oxydant 111

III.4. Caractérisation des nanothermites en poudre 114

III.4.1. Densité Maximale Théorique (TMD) 114

III.4.2. Analyse thermique 115

III.4.3. La vitesse de combustion à pression constante 117

III.4.4. Mesures de pression en bombe manométrique 119

III.5. Modélisation de la propulsion d'un paillet à partir de nanothermite en poudre 125

III.5.1. Quelques notions de balistique intérieure 125

III.5.2. Description du modèle 127

III.5.3. Modèle de combustion de la nanothermite 129

III.5.4. Résolution du problème 134

III.5.5. Résultats du modèle 136

III.6. Propulsion de paillet par nanothermite 137

III.6.1. La chambre de combustion 139

III.6.2. Le paillet 139

III.6.3. Le canon 139

III.7. Confrontation des résultats expérimentaux et théoriques 140

III.8. Conclusion 144

CHAPITRE IV : ETUDE DU DISPOSITIF COMPOSE RDX / NANOTHERMITE 147

IV.1 Introduction 149

IV.2 Dispositifs expérimentaux..... 149

IV.2.1. Les chambres de combustion 151

IV.2.2. Le paillet..... 153

IV.2.3. Le canon 154

IV.2.3. L'assemblage et les couples de serrages pour assurer l'étanchéité 154

IV.2.5. Les substances pyrotechniques..... 155

IV.3. Caractérisation de la propulsion de paillets par la combustion de RDX initié par nanothermite 160

IV.3.1. Pression en fonction de la densité de chargement du RDX et du type de la charge d'allumage 160

IV.3.2. Vitesse du paillet à partir de la pression mesurée..... 163

IV.3.3. Pression en fonction de la section de rupture du paillet 168

IV.3.4. Résumé des essais avec la chambre instrumentée..... 171

IV.3.5. Mesure des cratères d'impact sur plaque d'indentation 172

IV.3.6. Tests préliminaires d'amorçage du RDX en détonation 174

IV.4. Dispositif de validation d'amorçage en détonation du RDX..... 176

IV.5. Résultats des essais d'amorçage du RDX en détonation par le démonstrateur 178

IV.6. Conclusion 180

Conclusion Générale..... 183

ANNEXE 1 : LE DEPOT DE NANOTHERMITE 187

ANNEXE 2 : DIMENSIONNEMENT DU DISPOSITIF DE PROPULSION..... 191

BIBLIOGRAPHIE 195

NOTATIONS

Al / CuO	Composé pyrotechnique à base d'aluminium et d'oxyde de cuivre
Al / CuO NPs	Nanothermite Al / CuO sous forme de nanoparticules
Al / CuO foils	Nanothermite Al / CuO sous forme de multicouches
Al / Bi_2O_3	Composé pyrotechnique à base d'aluminium et d'oxyde de bismuth
Al / MoO_3	Composé pyrotechnique à base d'aluminium et d'oxyde de molybdène
Al / PTFE	Composé pyrotechnique à base d'aluminium et de Polytétrafluoroéthylène
BSA	Barrière de Sécurité d'Armement
BSE	Barrière de Sécurité Electrique
BTF	BenzoTriFuroxan
CL20	HNIW – HexaNitrohexaazaIsoWurtzitane
CNRS	Centre National de la Recherche Scientifique
DEC	Détonateur Electrique Câblé
EAP	Etage d'Accélération à Poudre
EBW	Exploding Bridge-Wire
EFI	Exploding Foil Initiator
EPC	Etage Principal Cryotechnique
ESC	Etage Secondaire Cryotechnique
ESI	European Standard Initiator
IFI	Initiateur à Fonctions Intégrées
IFOC	Initiateur Fonctionnant par Onde de Choc
HM-7	Moteur à Hydrogène 7 tonnes
HMX	Octogène – Cyclotétraméthylène tétranitramine
HNS	HexaNitroStilbene
LAAS	Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes
LH2	Hydrogène H_2 liquide
LOX	Oxygène liquide
MEMS	Micro-Electro-Mechanical Systems

MIC	Composite Intermoléculaire Métastable (en anglais : Metastable Intermolecular Composite)
N_2O_4	Peroxyde d'azote
PBX	Polymer-Bonded Explosive
PCB	Printed Circuit Board
PEB	Post Exposure Bake
PETN	Tétranitrate de pentaérythritol ou Pentrite
PTFE	Polytétrafluoréthylène – Téflon®
PyroMEMS	Pyrotechnic Micro-Electro-Mechanical Systems
RDX	Hexogène – Cyclotriméthylène trinitramjne
REACh	Registration, Evaluation, Authorization and restriction of Chemical substances
TCD	Transition Choc / Détonation
TDD	Transition Déflagration / Détonation
TMD	Theoretical Maximum Density (Densité Maximale Théorique)
UDMH	Diméthylhydrazine Asymétrique (Unsymmetrical DiMethylHydrazine)
ZPP	Zirconium – Perchlorate de Potassium

INTRODUCTION GENERALE

En France, le marché du spatial représente un peu plus de 2 milliards d'Euros et joue un rôle clé dans l'économie en raison du rôle fondamental des diverses applications (sciences, observation, météorologie, communications, navigation) dans l'élaboration, la mise en œuvre des politiques publiques et la souveraineté. Par exemple les transports, l'information, l'environnement utilisent les capacités spatiales. Il est tout aussi important dans le domaine militaire où l'évolution des besoins, des systèmes et des technologies rend l'utilisation de l'espace à la fois de plus en plus indispensable et abordable. C'est notamment le cas pour les systèmes de télécommunication, d'observation, d'écoute, de localisation ou d'alerte.

Jusqu'à la fin du 20ième siècle, les motivations de l'évolution des lanceurs était l'augmentation de la masse des satellites à placer en orbite. L'évolution des lanceurs était orientée vers des lanceurs toujours plus lourds et puissants permettant de mettre en orbite géostationnaire des satellites jusqu'à 13 tonnes. Les fusées, européenne Ariane 5, russe Proton et américaine Delta IV ont été développées dans cette optique-là.

Mais à partir des années 90, l'évolution des technologies offrant des capacités de miniaturisation poussées et de production d'énergie dans l'espace ont permis la miniaturisation des satellites permettant de réaliser des satellites avec des masses pouvant descendre sous les 10 kg, appelés nanosatellites. Aujourd'hui le verrou majeur de la diffusion des petits satellites, est le coût de la mise en orbite disproportionné par rapport aux coûts de fabrication.

Les lanceurs actuels sont capables de transporter de lourdes charges mais avec des coûts importants. La solution actuelle pour transporter ces petites charges à moindre coût est de les inclure comme passagers lors de mise en orbite classique. La miniaturisation des systèmes de transports spatiaux est donc un enjeu majeur pour conquérir ce marché des satellites miniaturisés à condition de proposer des coûts de mise en orbite abordables bien inférieurs aux coûts actuels de mise en orbite géostationnaire qui varient entre 13 k€ et 18 k€ par kilogramme de satellite.

L'Europe, avec la famille des lanceurs Ariane, a une autonomie et a pris une part majoritaire des lancements commerciaux qui reposent sur trois lanceurs : Vega, Soyouz, et Ariane. Afin de conserver une place dans le marché économique spatial et sa souveraineté, face à la concurrence américaine qui s'accélère avec l'arrivée de SpaceX et du lanceur Falcon envisageant des vols à très faibles coûts (3 000 $ par kilogramme de satellite),

l'Europe a lancé le programme de développement d'un nouveau lanceur, Ariane 6, qui est confrontée à un double défi économique et technique. Réduire le coût de lancement revient non seulement à réduire les coûts de fabrication mais également à réduire la masse du lanceur, à réduire le coût de fabrication de ses composants et les équipements pyrotechniques. C'est dans ce contexte que se situe ma contribution scientifique et technologique.

En effet, mes travaux de thèse sont motivés par la volonté de mettre à profit les progrès réalisés dans les microtechnologies et les matériaux avancés notamment les matériaux énergétiques, afin de proposer de nouveaux systèmes pyrotechniques miniaturisés, à coût réduit et niveau de fonctionnalité et fiabilité accrus. Par exemple, les systèmes de découpe, de sauvegarde, d'allumage, de passivation ou d'éloignement utilisés sur les lanceurs actuels comme Ariane 5 ou Vega, sont certes très fiables, mais ils sont composés en quasi-totalité de substances pyrotechniques : ils sont donc lourds et volumineux.

Ma thèse entre dans le cadre d'un projet de recherche entre le CNRS, le CNES et Dassault Aviation, démarré en 2010, et fait suite au travail de thèse de doctorat de Guillaume Taton qui, a engagé la faisabilité d'un système pyronumérique associant les technologies utilisées en micro-électronique au service de la pyrotechnie. L'innovation par rapport aux technologies pyrotechniques des lanceurs actuels, se situe dans l'idée que le pilotage des fonctions terminales (Allumage des moteurs, Séparation d'étages, Passivation, Sauvegarde) se fait alors par des signaux numériques et non plus détoniques, permettant d'intégrer de la sécurité, de l'intelligence et de transférer la conversion électro-pyrotechnique en bout de chaîne, c'est-à-dire, au niveau de la fonction terminale.

Ainsi, la thèse de G. Taton a abouti au développement d'un micro-Initiateur à Fonctions Intégrées appelé µIFI ou IFI, système miniature multifonctionnel, intégrant une communication par BUS numérique, un stockage local d'énergie, des barrières de sécurité électrique et mécanique, un micromoteur, et un initiateur pyrotechnique à nanothermite (PyroMEMS). Le dispositif d'une centaine de millimètre cube permet de réaliser les fonctions d'initiateur (qui génère une flamme pour allumage Etage Principal Cryotechnique) et d'étoupille (qui génère un effet mécanique pour pyrovanne). Or, pour une exploration de ce concept innovant de micro-Initiateur à Fonctions Intégrées, il convient de répondre à la gamme complète des types d'actionnements pyrotechniques des fonctions terminales sur lanceur, et donc aussi à la fonction détonateur. C'est précisément l'objectif de mon travail de thèse : de façon compatible avec la technologie µIFI, concevoir et réaliser un micro-détonateur afin de couvrir la gamme complète des types d'actionnements pyrotechniques des fonctions terminales sur lanceur. Pour ce travail, deux exigences se sont imposées à nous :

(1) nous l'avons dit, être en cohérence avec les développements technologiques précédents afin d'assurer une compatibilité totale des briques technologiques et même une généricité des technologies pour les 3 fonctions : inflammateur, étoupille, détonateur.

(2) respecter les contraintes règlementaires, telles que REACh. Les réglementations Européennes comme REACh interdisent l'utilisation de certaines substances à base de plomb, notamment les sels de plomb, impactant grandement les systèmes pyrotechniques actuels. L'emploi d'explosifs primaires n'est également pas souhaité pour cette future génération de systèmes pyrotechniques. L'option que nous étudierons sera donc un détonateur sans explosif primaire utilisant la même brique de base, la puce PyroMEMS de conversion électro-pyrotechnique développée dans le cadre de la précédente thèse.

Les défis sont importants et se situent à 3 niveaux :

- **Au niveau système** : trouver une solution permettant de mettre en détonation un explosif secondaire sans explosif primaire, dans un volume réduit et initié par la décharge d'une capacité intégré dans un système miniaturisé est un premier défi. L'idée également de créer un système redondé dans l'initiateur afin d'assurer au mieux la fiabilité du produit. Ce type de système, redondé ou non, est innovant car il permettrait d'intégrer une barrière de sécurité mécanique, de ne pas être dépendant d'une batterie conséquente et d'être autonome ce qui se prête aux systèmes embarqués. Il n'existe, à ce jour aucun dispositif répondant à ces exigences.
- **au niveau matériau** : développer une nouvelle composition à base de nanothermite pour être en cohérence avec la brique technologique du µIFI, capable d'amorcer directement ou par mise en vitesse d'un paillet un explosif secondaire en détonation est un challenge que nous allons explorer car les nanothermites ne sont pas des explosifs primaires.
- **au niveau des techniques expérimentales** : la mise en œuvre de bancs expérimentaux pour caractériser avec la plus grande précision de très fortes impulsion de pressions dans des volumes très réduits est un défi expérimental non trivial auquel s'ajoute celui de mettre en œuvre une solution robuste instrumentée de propulsion de projectile à très haute vitesse (> 800 $m.s^{-1}$) qui permet de réaliser plusieurs tirs.

A l'issue de ces trois années de thèse, nous avons adressé chacune de ces questions et essayé d'y apporter des solutions technologiques, techniques et scientifiques. Nous avons aussi conçu et caractérisé un démonstrateur capable de mettre en détonation du RDX CH0-100 en respectant les exigences de conception requises, et cela en moins de 250 µs. Toute la chaîne de conversion électro-détonique a été caractérisée avec précision : les délais d'initiation en fonction des substances pyrotechniques utilisées, les niveaux de

pression générés et les vitesses de projectiles en fonction des éléments clé du système que sont le paillet et les dimensions de la chambre de combustion.

Ce manuscrit rapporte les résultats de mon travail de thèse et s'articulera en quatre parties détaillant la problématique, la conception du micro détonateur, la fabrication et les essais mis en œuvre pour arriver jusqu'au démonstrateur et son expérimentation.

******

Le premier chapitre présente le contexte de ma thèse, les lanceurs spatiaux, puis détaille les différents systèmes pyrotechniques utilisés sur Ariane 5 et ce qu'apporte l'architecture pyronumérique proposée par Dassault-Aviation. Une approche rapide de la détonation et des explosifs permettant de définir le type de substance et les mécanismes associés à leur réaction fera l'objet d'une section. L'état de l'art des détonateurs sera ensuite détaillé. Ce chapitre se terminera par l'exposé de la problématique et des objectifs de mon travail de recherche.

Le second chapitre est dédié à la description du principe de fonctionnement et à la conception du détonateur. Après l'exposé du cahier des charges imposé par l'application et l'industriel Dassault-Aviation, l'architecture générale du détonateur sera détaillée en discutant trois solutions possibles d'intégration. La conception commence par la charge d'explosif à amorcer. Un approfondissement du mode d'initiation d'explosif secondaire sera exposé, la Transition Choc / Détonation qui fait tout l'enjeu de ces travaux de thèse. Ensuite nous présenterons le canon, le paillet et la chambre de combustion. Nous discuterons des possibles substances pyrotechniques pour mettre en mouvement le paillet. Nous explorerons deux options : la première composée exclusivement de nanothermites en poudre et une seconde utilisant des nanothermites et du RDX. Pour finir, nous détaillerons le PyroMEMS dont la réalisation est basée sur les micro et nanotechnologies. Cette puce d'initiation est la brique de départ de la chaîne pyrotechnique permettant d'amorcer en détonation un explosif secondaire.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude des nanothermites. D'abord, nous présenterons l'étude sur l'élaboration et la caractérisation de nanothermites dans l'objectif de l'utilisation en tant que poudre propulsive du paillet. L'étude comprend, la synthèse, la caractérisation en combustion et en pression de quatre types de nanothermite : Al / CuO, Al / Bi_2O_3, Al / MoO_3 et Al / PTFE. Un modèle de balistique intérieure permettant d'identifier les mécanismes de propulsion et de la génération de gaz lors de la combustion des nanothermites appuyé par des essais de propulsion de paillets métalliques de 0,1 et 0,2 mm d'épaisseur en acier inoxydable, permettra de conclure qu'il n'est pas possible de propulser

un projectile avec une énergie cinétique suffisante à l'amorçage d'explosif secondaire par une composition de nanothermite.

Le quatrième chapitre concerne l'étude d'un système composé de propulsion du paillet en remplaçant la nanothermite par une composition génératrice de gaz, du RDX, initié par des nanothermites. Après la présentation du fonctionnement de ce nouveau dispositif, les bancs d'essais développés pour mesurer la pression dans la chambre de combustion, la profondeur d'impact du paillet sur une plaque d'indentation seront détaillés. Ils permettent une étude quantitative de l'influence de la nanothermite ajoutée au RDX, du taux de compaction du RDX et de la section du paillet à sectionner. Nous estimerons à partir des mesures de pression, la vitesse de propulsion du paillet. Ce chapitre se termine par la réalisation du démonstrateur final et les essais de mise en détonation du RDX qui ont été fructueux dans les meilleures configurations qui seront retenues pour la suite de l'industrialisation.

CHAPITRE I

CONTEXTE ET ETAT DE L'ART

I.1. Introduction

L'emploi de la pyrotechnie ne peut être évité dans beaucoup de secteurs de l'économie nationale. D'après le site du SFEPA (Syndicat des Fabricants d'Explosif de Pyrotechnie et d'Artifice), la pyrotechnie représente un chiffre d'affaire de 1 200 M€ et emploie environ 10 000 personnes [I.1]. Les entreprises du secteur vont de la PME[1] ou ETI[2] (Thétys, Titanobel, Lacroix…) aux grands groupes internationaux (Dassault Aviation, Safran Herakles, Airbus Group, Davey Bickford, SNPE Eurenco, EGIDE, EPC Groupe, Autoliv Group…). Les applications sont très larges puisqu'elles couvrent, les mines, carrières, les forages pétroliers, le génie civil (percer des tunnels, dans la démolition), l'actionnement et la sécurité pour la signalisation, les artifices civils, les airbags mais aussi des applications moins grand public comme la prévention d'avalanche, la protection de chocs….

Dans le secteur militaire et le spatial, des systèmes dont le fonctionnement est basé sur un effet pyrotechnique sont omniprésents et réprésentent 37 % du chiffre d'affaire de la pyrotechnie Française (10 % pour le spatial soit 120 millions d'euros et 27 % pour l'armement soit 320 M€). Les acteurs économiques sont Roxel, Dassault Aviation, Safran Herakles, Airbus Defence & Space, MBDA, CEA, Pyroalliance, Nexter, Lacroix…

Les dispositifs pyrotechniques sont donc très nombreux, largement diffusés dans la société et de plus en plus sophistiqués. L'évolution tend à les rendre miniatures et de plus en plus sécurisés et les nouvelles réglementations en vigueur invitent les industriels à remplacer les compositions pyrotechniques les plus sensibles par de nouvelles plus stables et à poursuivre l'effort de miniaturisation en s'appuyant sur les nouvelles technologies qui offrent aujourd'hui de nombreux composants fonctionnels (capteurs, initiateurs, actionneurs). C'est dès les années 1995 que le LAAS commence à intégrer directement des substances pyrotechniques en couche mince dans ses microsystèmes afin de réaliser des systèmes d'actionnements puissants ; c'est la micropyrotechnie. Les applications visées dans un premier temps étaient l'actionnement micro fluidique pour l'injection de médicament [I.2]. La discipline a évolué et dès les années 2000 le terme PyroMEMS fait son apparition [I.3] en démontrant sa faisabilité et sa pertinence. Aujourd'hui les PyroMEMS sont développés pour des applications d'initiation sécurisée [I.4] [I.5] [I.6], d'actionnements localisé [I.7] pour le militaire et le civil. Ces dispositifs ont pour point commun de coupler les technologies MEMS

[1] Petites et Moyennes Entreprises de 10 à 250 salariés
[2] Entreprises de Tailles Intermédiaires de 250 à 5 000 salariés

(*Micro Electro Mechanical Systems*) avec les systèmes d'initiation pyrotechnique et ainsi intégrer des dispositifs de tailles réduites et à moindre coût.

Mes travaux de thèse sont motivés par la volonté de mettre à profit les microtechnologies développées au LAAS, les PyroMEMS et les matériaux avancés notamment les matériaux énergétiques, afin de proposer de nouveaux systèmes pyrotechniques miniaturisés, à coût réduit avec des niveaux de fonctionnalité et de fiabilité accrus.

Ce premier chapitre présente le contexte de ma thèse, les lanceurs spatiaux et leur épopée depuis le milieu du XX^{ème} siècle, puis détaille les différents systèmes pyrotechniques utilisés sur Ariane 5. Ce chapitre décrit aussi la nouvelle architecture très innovante dite « pyronumérique » proposée par Dassault-Aviation et le CNES en détaillant ses avantages par rapport aux systèmes actuels. L'état de l'art des détonateurs sera ensuite détaillé. Nous verrons que pour s'adapter à toutes les fonctions terminales sur lanceur, il est nécessaire d'avoir un initiateur pour l'allumage des moteurs, une étoupille pour les pyrovannes et également un micro détonateur pour les cordeaux de découpe. Un état de l'art sur les explosifs secondaires, leur mode d'amorçage et des détonateurs est réalisé pour exposer toutes les solutions disponibles sur le marché pour réaliser cette fonction de micro détonateur. Ce chapitre se terminera par l'exposé de la problématique et des objectifs de mon travail de recherche.

I.2. De Véronique à Ariane 5

La conquête spatiale a débuté à partir des années 1950 dans un contexte de Guerre Froide entre les Etats Unis et l'Union Soviétique. Initialement les motivations étaient l'exploration du système solaire à des fins principalement scientifiques. Puis, rapidement, à la fin des années 50, grâce aux progrès réalisés dans les systèmes de propulsion, l'envoi d'hommes dans l'espace (le premier humain : Youri Gagarine le 12 avril 1961) a motivé de grands programmes de recherche comme Apollo pour les Etats-Unis et Mir pour l'Union Soviétique. Dans les années 70, le progrès des technologies ont permis à des robots et sondes autonomes de remplacer l'homme dans cette exploration au-delà des frontières terrestres. On notera l'exploration de nombreuses planètes comme Vénus, Mars et plus tard Titan, la lune de Saturne avec les sondes Venera 7, Viking et Hugens.

Après la Seconde Guerre Mondiale, les Européens se mobilisent autour du lancement de fusées, d'abord Françaises puis Européennes que nous allons rapidement balayer dans ce qui suit en guise d'introduction du contexte de la thèse, en s'appuyant sur les évolutions nécessitées par l'évolution des besoins sociétaux et l'arrivée des

télécommunications. Notamment dans les années d'après-guerre, la France était motivée par une forte ambition nationale impulsée par le Général De Gaulle pour acquérir une industrie capable d'être autonome dans la propulsion d'objets dans l'espace mais aussi pour les missiles, nouvelles armes stratégiques pour la sécurité nationale.

En 1949, le développement de la fusée-sonde Véronique (pour Vernon électronique) marque le début d'une longue saga des lanceurs spatiaux. Le programme Véronique fut pris en charge par le Laboratoire de Recherche Balistiques et Aéronautiques (LRBA) crée en 1946 au sein de la Direction des Etudes et Fabrication des Armes (DEFA). Cette fusée-sonde s'appuie sur la technologie du missile V2 développée par les Allemands durant la Seconde Guerre Mondiale, qui leur a permis de dépasser la ligne de Kármán situé à 100 km désignée comme étant la frontière entre la Terre et l'Espace pour la Fédération Aéronautique Internationale [I.8].

Les objectifs de cette première fusée-sonde étaient de transporter des appareils de mesures scientifiques hors atmosphère comme la mesure verticale du champ d'émetteurs de radiodiffusion, réaliser des expériences climatiques comme l'émission de nuage de sodium ou acquérir une technologie de propulsion pour les missiles balistiques. Jusqu'en 1954, la fusée-sonde était capable de transporter une charge utile de 50 kg à une altitude de 135 km. Une évolution de Véronique arrive dans les années 1957 – 1958 à l'occasion de l'année Géophysique Internationale, Véronique AGI, permettant de transporter une masse de 100 kg à une altitude de 200 km. Ainsi des expériences médico-biologiques ont pu être réalisées pour déterminer l'influence de la microgravité sur les êtres vivants.

Les fusées-sondes Véronique furent les prémices de la création d'un grand programme de lanceurs spatiaux Français et Européens. En 1961, le Centre National d'Etude Spatial (CNES) est créé sous l'impulsion du Général De Gaule et prend en charge le développement d'un lanceur capable de mettre un satellite inférieur à 100 kg en orbite basse. Il sera baptisé Diamant A. Les enjeux de ce programme sont doubles puisqu'il a aussi pour ambition de développer des moteurs performants pour des missiles balistiques nécessaires à la défense nationale. Les travaux scientifiques mettent rapidement en évidence que seul un lanceur constitué de plusieurs étages pourra mettre en orbite un satellite. Les étages de propulsion sont éjectés après fonctionnement diminuant ainsi la masse à propulser, ce qui procure un gain considérable en termes d'efficacité en comparaison avec la solution à un seul étage de propulsion. Cependant, cela est vrai tant que le niveau de complexité reste relativement faible [I.9]. Le lanceur Diamant est alors conçu avec 3 étages, alors que Véronique était constituée d'un seul étage à propulsion liquide. Le premier étage est à propulsion liquide (N_2O_4 / UDMH) hérité de Véronique, le deuxième étage est à propulsion solide, équipé d'un moteur à 4 tuyères orientables développé dans le programme Europa du CECLES dans les années 1960. Le troisième

étage est également un moteur à propergol solide utilisant pour la première fois en Europe une technique qui consiste à remplacer la structure en acier par un bloc de poudre en fibre de verre appelé technique du *roving*. Le premier lanceur Français Diamant A met en orbite basse (200 km d'altitude) le satellite A1 de 42 kg nommé Astérix [I.10] en 1965 à partir de la base de lancement Européenne à Hammaguir, en Algérie. De 1962 à 1975, les lanceurs Diamants ont été déclinés en trois versions (A, B et BP4) pouvant satelliser jusqu'à 150 kg en orbite basse.

Grâce à ce programme Diamant, l'industrie spatiale Française a acquis le savoir-faire scientifique et technique qui lui permettra de se positionner favorablement sur le marché des envois commerciaux de satellites en orbite basse et plus tard géostationnaire.

En parallèle, dans les années 1960, des pays Européens (Belgique, Royaume-Uni, France, Allemagne, Italie, Pays-Bas, Australie comme membre associé pour la base de lancement), s'unissent autour d'un projet de lanceurs spatiaux, nommé Europa, et le Centre Européen pour la Construction de Lanceurs d'Engins Spatiaux (précurseur de l'Agence Spatiale Européenne) voit le jour. Europa a l'ambition de transporter des charges utiles de 200 à 360 kg en orbite de transfert géostationnaire[3] ou d'une tonne en orbite basse (> 2 000 km) afin de répondre au marché des satellites en pleine mutation du fait de l'arrivée des satellites de télécommunication dont le premier est orbité autour de la Terre en 1965. Ce premier projet Européen fut un échec et fut abandonné en 1972 car il s'est avéré trop ambitieux et trop coûteux. Europa aura permis cependant cinq tirs fructueux suivis de six échecs consécutifs dont le dernier de la base de Kourou qui marquera la fin de ce programme. Dans le même temps, les Américains avaient développé les lanceurs Saturn capables d'envoyer de lourdes charges dans l'espace. Notamment le lanceur Saturn V était capable d'envoyer une charge utile de 110 tonnes en orbite basse ou 47 tonnes sur la lune. Il a d'ailleurs assuré la mission mondialement connue d'Apollon 11 au cours de laquelle, pour la première fois des hommes se posaient sur la lune le 20 juillet 1969. Ce lanceur américain est le plus lourd jamais créé et sa puissance est déployée grâce à trois étages de propulsion.

Revenons en Europe, le programme Europa fut remplacé par le programme Ariane dont la maîtrise d'œuvre fut assurée par la France (CNES), alors troisième puissance mondiale dans l'industrie spatiale avec l'objectif clair d'asseoir sa souveraineté dans l'accès à l'espace. Le premier lanceur, Ariane 1 décolle de Kourou le 24 décembre 1979. Il est composé de trois étages et peut transporter une charge utile de 1 850 kg en orbite GTO. Les deux premiers étages utilisent des moteurs Viking à ergols liquides (peroxyde d'azote N_2O_4 /

[3] Orbite géostationnaire : GTO 35 784 km d'altitude

UDMH ou UH 25) développés par la Société Européenne de Propulsion (SEP) aujourd'hui Safran Aircraft Engines. Le troisième étage utilise un moteur HM-7 cryotechnique (LH2 / LOX). Il y aura eu onze lancements d'Ariane 1 dont seulement deux échecs. Le dernier est effectué le 22 Février 1986 pour lancer le premier satellite d'observation de la Terre, (satellite SPOT). Les lanceurs Ariane 2, Ariane 3 et Ariane 4 sont des évolutions d'Ariane 1 qui permettent de transporter des charges utiles plus importantes pour faire face à l'évolution du marché des satellites et rester concurrentiels face aux lanceurs Américains Delta et Atlas nés à la fin des années 1970.

Notons que les charges à transporter sur les lanceurs évoluent sans cesse depuis les années 1960. Les satellites sont de plus en plus complexes et de plus en plus lourds notamment pour répondre aux besoins des télécommunications. La carrière de cette série de lanceurs Ariane 1 à 4 a débuté en 1979 et se termine en 1998 avec Ariane 4 qui fut un grand succès puisque l'Europe a acquis 60 % des parts du marché des satellites commerciaux.

Ariane 4 est donc le lanceur qui a permis à l'Europe de devenir un acteur majeur dans l'accès à l'espace puisqu'elle a assuré 116 lancements au total, avec une fiabilité de lancement supérieur à 97 %. 74 lancement successifs réussis ont été réalisés entre 1995 et 2003 ce qui était un record pour un lanceur commercial.

En janvier 1985, alors qu'Ariane 4 n'a pas encore vu le jour et encore moins connu son succès, les ministres Européens des affaires spatiales lancent le programme Ariane 5 avec comme objectif de transporter de lourdes masses (20 tonnes) en orbite basse (< 2000 km) et plus de 10 tonnes en GTO. Ariane 5 voit le jour en 1996, le 4 juin avec un premier lancement infructueux puisque le lanceur est détruit après 37 s de vol à cause d'une erreur informatique dans la gestion des gyroscopes.

Malgré ce faux départ, Ariane 5 a effectué depuis de nombreuses missions et atteint aujourd'hui une fiabilité de lancement de 95 %. Ce lanceur a connu plusieurs évolutions par rapport à Ariane 4. Notamment le premier étage n'est plus un étage à ergols liquides mais à propergol solide si on ne compte pas les 2 ou 4 PAP (Propulseur d'Appoint à Poudre) utilisé sur Ariane 4 selon les lancements. Le moteur Viking a été remplacé par le moteur Vulcain (encore le V de Vernon) et il est monté sur le second étage du lanceur, l'Etage Principal Cryotechnique (EPC).

Malgré l'échec du premier lancement, un échec partiel au second lancement, et deux autres échecs plus tard sur un total de 75 vols au 18 juin 2016 [I.11], Ariane 5 a permis à l'Europe de garder sa position de « leader » sur le marché des lancements de

satellites commerciaux en orbite GTO avec plus de 50 % de part du marché en 2015 d'après Stéphane Israël, PDG d'Arianespace [I.12].

Seulement, Ariane 5, disponible en 4 versions (G, G+, ES, ECA, seul l'espacement sous coiffe diffère) souffre d'un manque de flexibilité dans ses configurations. Par exemple, il est impossible d'ajouter ou enlever des boosters pour s'adapter à une charge utile plus ou moins lourde. Le coût de lancement est ~ 200 M$ pour la version ECA soit ~ 18,7 k$ par kg (~ 17 €.g^{-1}) de charge utile. Aujourd'hui, Ariane 5 fait face à la concurrence des lanceurs Américains Falcon 9 et dans une moindre mesure le lanceur Russe Proton qui connaît de nombreux échecs dont le dernier en mai 2015. Le Falcon de l'américain SpaceX est relativement nouveau sur le marché avec un premier lancement en 2010 qui vise l'envoi de charges plus faibles (jusqu'à 5,5 t en GTO). Il permet d'envoyer un seul satellite à la fois, contrairement à Ariane qui embarque deux satellites par lancement. La nécessité de deux satellites par lancement est une contrainte notamment sur les délais de lancement pour les clients.

Dans ce contexte évolutif et très concurrentiel, l'ESA a proposé une nouvelle version d'Ariane, Ariane 6. L'objectif principal du programme est de réduire les coûts de lancement tout en maintenant un niveau de fiabilité très élevé et des performances accrues. Ce futur lanceur doit en effet être capable de concurrencer les lanceurs proposés par l'Américain SpaceX dont le prix de lancement est affiché à ~9 k$.$kg^{-1}$ (moitié moins qu'Ariane 5), d'une part, tout en étant modulable pour s'adapter aux différentes charges à transporter. Ainsi il est prévu plusieurs versions : la version 62 avec 2 propulseurs pour mettre 5 tonnes en orbite GTO et la version 64 avec 4 propulseurs pour mettre plus de 10,5 tonnes en GTO adaptée aux lancements double satellites.

L'objectif de réduction des coûts est de 40 % à 50 % par rapport à Ariane 5, nécessite une refonte complète de l'architecture et des technologies mises en œuvre pour la réalisation du lanceur. La stratégie de développement du lanceur est donc basée sur l'utilisation de technologies de rupture à tous les niveaux : procédé de fabrication par impression 3D, nouvelles techniques de soudure, l'allumage du moteur Vulcain 2.1 par le sol, nouvelles architectures pyrotechniques. Pour citer le site d'Airbus Safran Launcher : « *Avec Ariane 6, Airbus Safran Launchers concentre son pouvoir d'innovation sur les moyens de production : nouvelles usines, recours aux technologies d'impression 3D, traitements de surface par laser ou encore Radio Frequency Identification ; autant d'éléments qui contribuent à créer de véritables ruptures industrielles* ». *« Innover, c'est aussi changer les manières de travailler et inventer les nouveaux modèles économiques de l'industrie spatiale pour partir à la conquête de nouveaux marchés* » [I.13].

C'est donc dans ce contexte de lancement d'une nouvelle génération de lanceur Ariane en rupture technologique avec les prédécesseurs, afin de réduire la masse, les coûts tout en augmentant la flexibilité et la fiabilité de lancement que s'inscrit ma contribution de thèse. Plus précisément c'est l'exploration de nouvelles technologies pour la miniaturisation des systèmes pyrotechniques qui assurent de multiples fonctions dans un lanceur, comme nous allons le détailler au paragraphe suivant, représentent plus de 110 kg sur Ariane 5 et occupe un encombrement important illustré sur la Figure I.4.

I.3. Les systèmes pyrotechniques sur lanceur Ariane 5

Un lanceur comme Ariane 5 est généralement composé en masse de 90 % de carburant, 9 % de structure et de systèmes et seulement 1 % de charge utile. La structure d'Ariane 6 sera similaire à celle d'Ariane 5 présentée sur la Figure I.1.

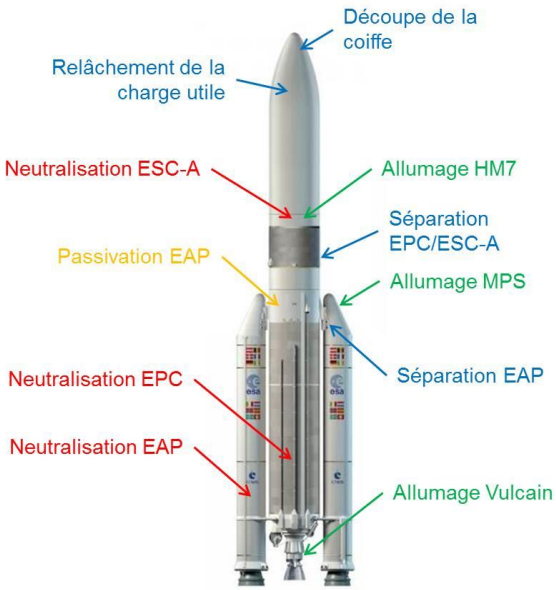


Figure I.1 : Systèmes pyrotechniques sur lanceur Ariane 5.

Les systèmes pyrotechniques interviennent lors de toutes les phases de fonctionnement du lanceur.

Le premier étage est composé de deux « boosters » d'appoints nommés EAP (Etage d'Accélération à Poudre), permettant de réaliser la première phase de vol qui sont initiés par un système pyrotechnique. Les boosters fournissent 90 % de la poussée au décollage jusqu'à la fin de leur service au bout de ~ 130 s, ils sont ensuite séparés du lanceur par un

système pyrotechnique. Le lanceur poursuit son accélération par la poussée du moteur Vulcain de l'Etage Principal Cryotechnique (EPC) qui prend le relais jusqu'à épuisement (~ 560 s) pour laisser place au dernier étage de propulsion, l'Etage Secondaire Cryotechnique (ESC).

Un lanceur intègre aussi des systèmes de pilotage, de contrôle de trajectoire, des capteurs divers (gyromètre, capteur de pression, de température…), un système d'alimentation électrique. Un système de sauvegarde permettant de détruire le lanceur par un système pyrotechnique est également implanté. De nombreuses fonctions, appelées fonctions terminales dans le « jargon » des systèmes de transport spatiaux, sont réalisées à partir de systèmes pyrotechniques : l'allumage des moteurs à propergol solide ou ergol liquide, la séparation d'étages, l'autodestruction. Des systèmes pyrotechniques permettent aussi de découper une structure, sectionner des tiges métalliques, actionner un vérin ou une vanne pyrotechnique.

Le but d'une chaîne pyrotechnique est d'assurer, à partir d'un signal non pyrotechnique mais électrique, l'allumage d'une fonction terminale. Les systèmes pyrotechniques sont définis comme l'assemblage d'une chaine pyrotechnique et d'une fonction terminale. Une chaine pyrotechnique est constituée de composants pyrotechniques divers dont des initiateurs, des détonateurs, des lignes de transmission, des pyrovannes, des cordeaux de découpe, des systèmes de séparation étanches, des allumeurs de moteur. Chaque composant pyrotechnique est constitué de pièces mécaniques avec des substances pyrotechniques comme des explosifs, des compositions retardatrices, des générateurs de gaz, des compositions d'initiation (initiateur ou détonateur).

La Figure I.2 schématise les liens entre ces différents éléments constitutifs d'un système pyrotechnique.

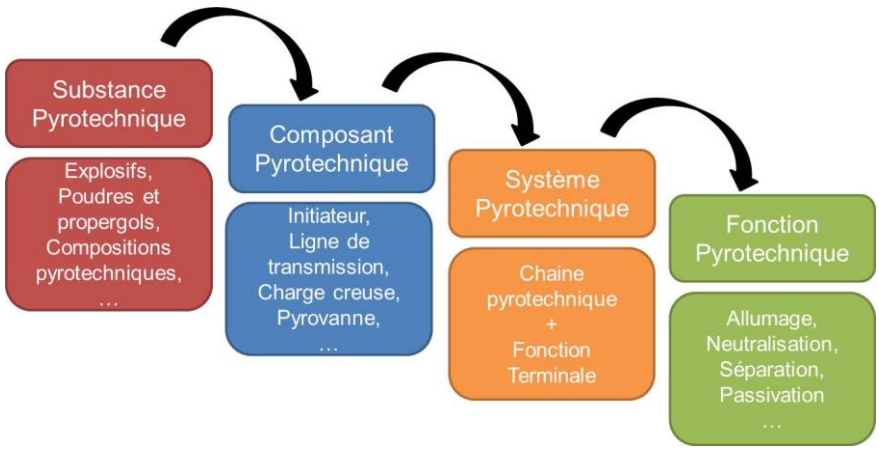


Figure I.2 : Cascade d'intégration des fonctions d'un système pyrotechnique.

Le nombre de composants pyrotechniques sur Ariane 5 est donc très important. Cela représente environ 110 kg, soit 0,2 % de la masse des systèmes et de la structure du lanceur. Aucun ne peut être substitué par un composant électrique, hydraulique en raison de leur très bon rapport énergie / masse. Typiquement, la valeur énergétique de la nitrocellulose est de 4 $MJ.kg^{-1}$ pour un taux d'azote de 13,4 %, celle nitroglycérine 7,3 $MJ.kg^{-1}$ alors qu'un accumulateur au Lithium moderne stocke théoriquement « seulement » 0,9 $MJ.kg^{-1}$.

Le fonctionnement d'un système pyrotechnique doit être extrêmement fiable et sécurisé car il assure des fonctions à risque comme l'allumage des étages à propergol solide, l'autodestruction, et les fonctions de séparations d'étages. En effet, la pyrotechnie étant basée sur la réaction non réversible de matériaux énergétiques, une fonction terminale activée involontairement ne peut être arrêtée et son déclenchement intempestif ferait échouer la mission.

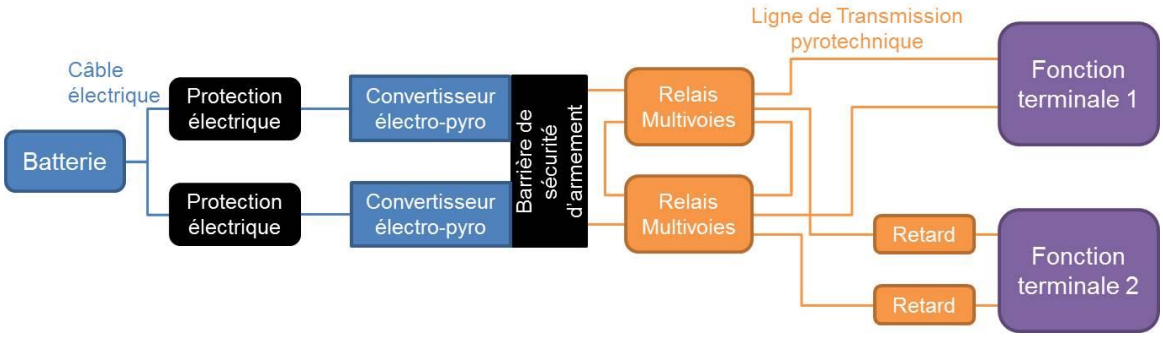


Figure I.3 : Schématisation de l'architecture des systèmes pyrotechniques sur Ariane 5.

L'architecture « type » des systèmes pyrotechniques d'Ariane 5 est représentée sur le schéma de la Figure I.3. Elle comprend : une source d'énergie électrique (batterie par exemple), des composants de conversion de l'énergie électrique en un signal pyrotechnique (initiateur ou détonateur) et des éléments divers assurant la sécurité et la fiabilité du système. Jusqu'à la transformation du signal électrique en signal pyrotechnique, des protections électriques multiples (court-circuits, blindage) assurent la protection des composants de mise à feu contre les agressions électrostatiques et électromagnétiques. Notons aussi que pour assurer la fiabilité de fonctionnement requis, tous les composants et systèmes pyrotechniques sur lanceur sont redondés.

Une caractéristique de l'architecture des systèmes pyrotechniques d'Ariane 5 repose sur la transmission d'ordres par onde de choc : le signal électrique est converti en onde de choc par un initiateur de type détonateur qui est décrit dans la section suivante. L'initiateur transmet une onde de choc à une ligne dite de transmission pyrotechnique (LdT) composée d'explosif dans une gaine en plomb. Des Relais Multivoies (RMV) sont placés sur les LdT

afin de dédoubler les signaux pyrotechniques. Des Retards appelés Relais Retards (RR) peuvent être aussi placés sur les lignes afin d'induire un retard allant de 3 s à 22 s dans la transmission d'ordre. Et enfin le signal arrive sous forme d'onde de choc au niveau de la fonction terminale. Si cette dernière nécessite une inflammation et non une onde de choc, l'onde de choc est convertie en flamme par un Initiateur Fonctionnant par Onde de Choc (IFOC). Pour assurer la sécurité de non fonctionnement intempestif, une barrière de sécurité mécanique est placée entre l'initiateur et la ligne de transmission pyrotechnique afin de bloquer tout départ intempestif de l'initiateur. L'intérêt de cette architecture pyrotechnique est d'éloigner les éléments d'initiations pyrotechniques (initiateur ou détonateur) des fonctions terminales et de positionner des barrières de sécurité pour réduire les risques d'accident et départ intempestif. Notons que les initiateurs sont les éléments les plus sensibles dans un système pyrotechnique à cause des substances sensibles et énergétiques qu'ils contiennent, notamment l'explosif primaire.

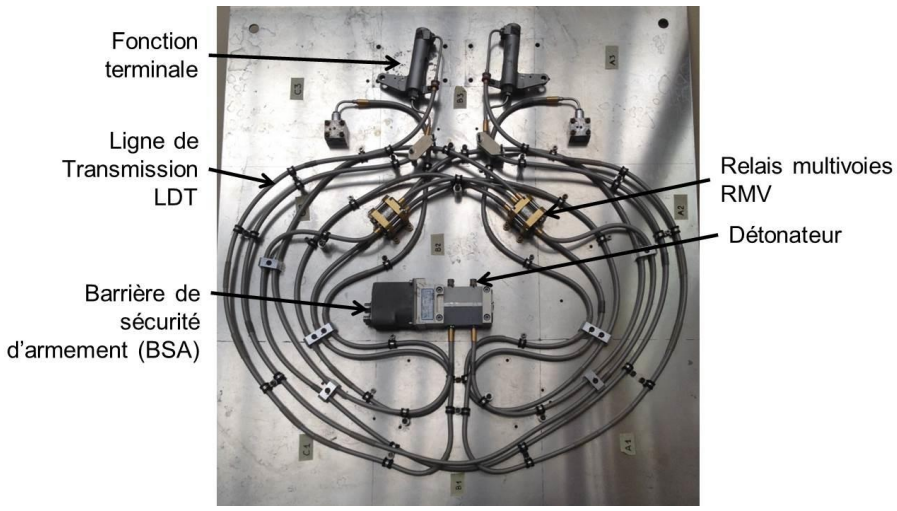


Figure I.4 : Photo d'un système pyrotechnique capable d'actionner des vérins pyrotechniques sur lanceur Ariane 5.

La Figure I.4 est une photo d'un système pyrotechnique utilisé pour actionner un vérin pyrotechnique, une fonction terminale permettant de libérer une charge utile (comme un satellite). On y retrouve les éléments « types » d'une chaîne pyrotechnique, décrits précédemment, l'initiateur, le BSA, les LdT, les RMV. Chacun de ces éléments est détaillé dans les sous-sections suivantes.

I.3.1. L'initiateur

L'ordre d'actionnement d'une fonction terminale est donné par un signal électrique converti en signal pyrotechnique par un initiateur pour générer soit :

- une flamme,
- des gaz pour avoir un effet mécanique grâce à de la pression,
- une onde de choc que l'on détaillera dans la section I.5.

Dans le cas de la génération de flamme, l'initiateur est composé d'un corps en acier avec deux broches électriques isolées électriquement par des perles de verre fondu entre les broches et le corps (cf Figure I.5). L'isolation électrique permet par la même occasion de réaliser une étanchéité aux fortes pressions (jusqu'à 6 000 bar), entre la partie connexion électrique et pyrotechnique. Entre les broches est placé un filament en nichrome (NiCr) de résistance égale à 1,05 Ω. Une composition pyrotechnique d'allumage, de type MIRA (Mélange d'inflammation RApide) ou ZPP (Zirconium Perchlorate de Potassium), est mise en contact avec le filament. La composition pyrotechnique d'allumage est placée dans une jupe antistatique afin de la protéger aussi des décharges électrostatiques. Pour l'initiation, un courant de 4,5 A pendant 15 ms est envoyé dans le filament. Ce dernier chauffe par effet Joule jusqu'à la température d'auto-inflammation de la composition d'allumage.

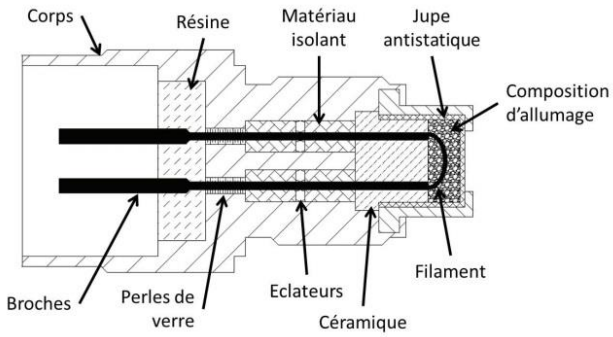


Figure I.5 : Schéma d'un initiateur pyrotechnique sur Ariane 5.

Pour générer une pression, l'initiateur est décliné en étoupille ou inflammateur, basé sur la même architecture que l'initiateur (Figure I.5), mais dopé d'une poudre déflagrante (~ 45 mg) de type double base comme de la GBSE[4], ou avec un explosif secondaire qui réagit dans un régime de déflagration lorsqu'il est initié par la composition d'allumage de

[4] GBSE : Nitroglycérine (G), Nitrocellulose (B) sous forme de sphères écrasées (SE)

l'initiateur. Ces composants sont notamment utilisés dans les vannes pyrotechniques inertes lorsque l'initiateur n'est pas connecté. Il s'agit d'un générateur de gaz permettant de réaliser une poussée mécanique et son schéma est représenté sur la Figure I.6.

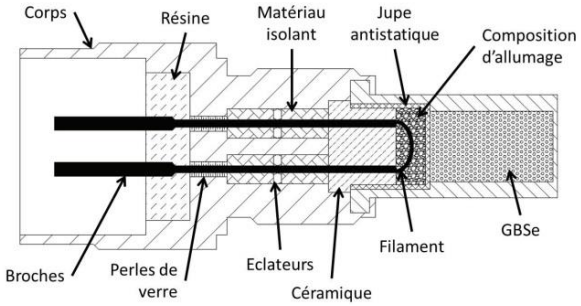


Figure I.6 : Schéma d'un inflammateur ou étoupille sur Ariane 5.

Pour générer une onde de choc, un étage comprenant des explosifs (un primaire et un secondaire) est ajouté à l'initiateur qui devient alors un détonateur. Le détonateur est le type d'initiateur le plus utilisé sur Ariane 5, qui en compte 32 alors qu'il y a moins de 20 initiateurs et une dizaine d'étoupilles. La composition d'allumage de l'initiateur initie 40 mg d'explosif primaire de type azoture de plomb (PbN_6) qui transite très vite en détonation transmettant une onde de choc à 100 mg (plus ou moins 40 mg) servant de charge relais pour transmettre l'onde de choc au système extérieur. Le schéma d'un détonateur utilisé sur Ariane 5 est représenté sur la Figure I.7.

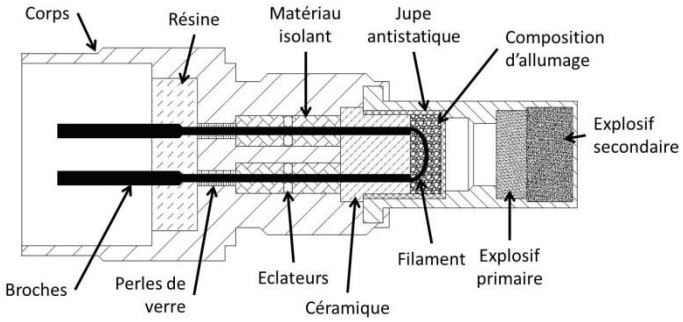


Figure I.7 : Schéma d'un détonateur sur Ariane 5.

Tous les initiateurs ont une interface standardisée de connexion mécanique, c'est-à-dire un pas de vis M10x1 de longueur 10 mm, un standard Européen, faisant d'eux des Initiateurs Standards Européen (ESI pour *European Standard Initiator*) qui ont les mêmes standards que les Initiateurs Standards de la NASA (NSI pour *NASA Standard Initiator*).

I.3.2. La Barrière de Sécurité et d'Armement (BSA)

Les détonateurs contiennent une composition d'allumage et un explosif primaire qui sont les compositions les plus sensibles des chaînes pyrotechniques. Les détonateurs intervenant sur des fonctions sensibles et non réversibles comme l'allumage des moteurs à propergols solide ou la neutralisation du lanceur, sont connectés à des Barrières de sécurité et d'Armement appelées BSA permettant d'arrêter l'onde de choc en cas de départ intempestif malgré les protections électriques en amont de la conversion électro-pyrotechnique. Le schéma de la Figure I.8 illustre un BSA. Il est composé d'un moteur électrique permettant d'armer ou de sécuriser le système par rotation de la barrière mécanique. On appelle barrière mécanique un écran qui s'interpose entre le détonateur et la Ligne de Transmission (LdT). Un indicateur visuel permet de vérifier de l'extérieur la position de la barrière de sécurité. Le passage de la position sécurisée à la position armée est réalisé en 1,8 s ± 0,3 s.

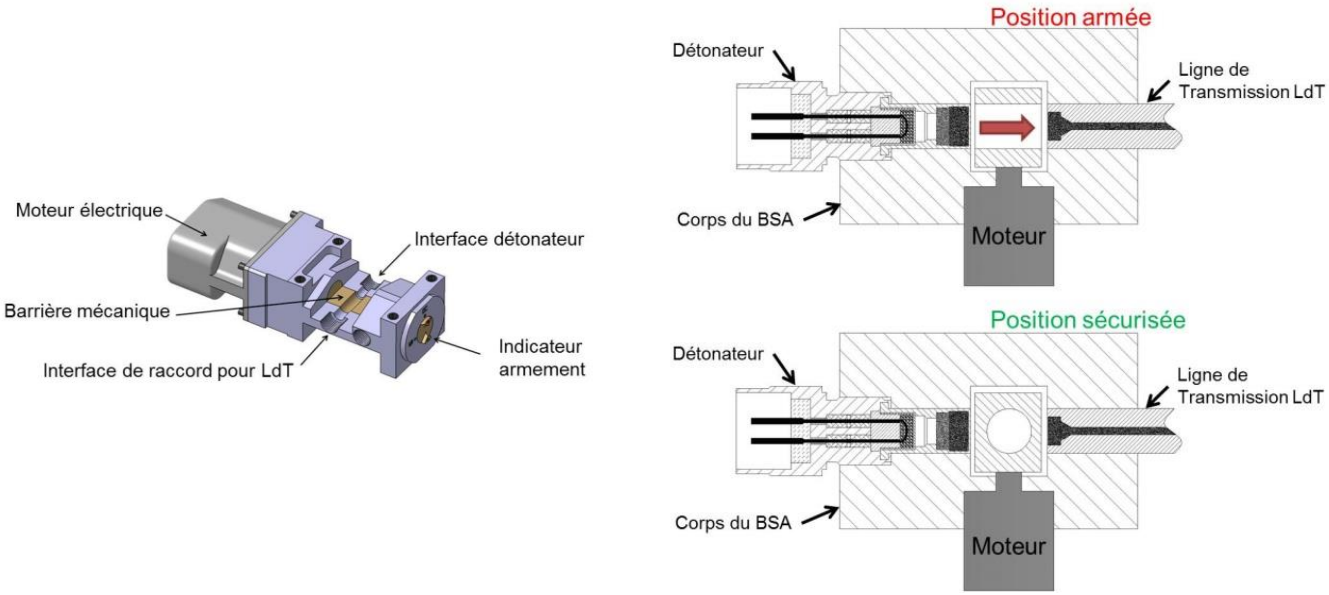


Figure I.8 : (Gauche) Schéma d'une Barrière de Sécurité d'Armement (BSA) ; (Droite) Schématisation de la position armée au-dessus et de la position sécurisée en dessous.

I.3.3. La Ligne de Transmission (LdT)

Les Ligne de Transmission (LdT) permettent de transmettre le signal pyrotechnique sous forme d'onde de choc par la détonation de RDX enveloppé dans une gaine de plomb

de 1,5 mm de diamètre recouverte d'une protection isolante. Le signal transmis par les LdT est binaire, de très forte amplitude (pressions comprises entre 100 et 400 kbar). Donc transite dans les LdT une grande puissance mécanique à une vitesse de l'ordre de 7 $km.s^{-1}$. La LdT est donc dotée de deux interfaces de connexion mécanique identiques et symétriques, il n'y a pas de sens d'utilisation. L'interface de relais en bout de ligne est un étui en ARCAP (ou MONEL) de ~ 0,2 mm d'épaisseur et de ~ 5,4 mm de diamètre avec du RDX graphité (1 % en masse) comprimé à 1,7 $g.cm^{-3}$. Pour des contraintes de fabrication une ligne continue de RDX dans la gaine de plomb ne peut être plus longue que 15 m. Au-delà, des raccords de ligne sont utilisés.

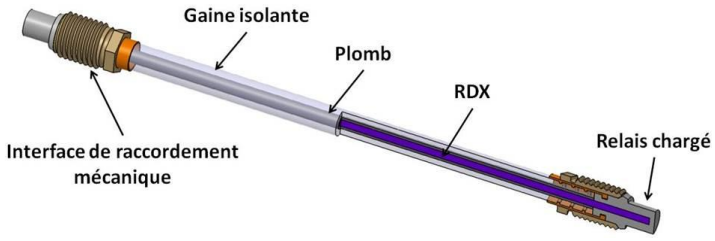


Figure I.9 : Schéma d'une Ligne de Transmission pyrotechnique (LdT) sur Ariane 5.

Ariane 5 dispose d'environ 530 m de ligne de transmission d'une masse linéique de 145 $g.m^{-1}$ soit 76,85 kg. L'encombrement de ces lignes de transmission n'est pas négligeable, surtout lors du montage puisque le rayon de courbure minimum est de 40 mm sous peine d'altérer la transmission de l'ordre.

I.3.4. Le Relais MultiVoies (RMV)

Un Relais MultiVoies (RMV) est un anneau de RDX qui distribue le signal détonant à dix interfaces de LdT comme schématisé sur la Figure I.10. L'activation par l'une des interfaces permet d'amorcer l'anneau central chargé de RDX dans une gaine de plomb de 2,6 mm de diamètre et d'activer les autres interfaces. Les interfaces peuvent servir de sortie, ou d'entrée. Ce dispositif permet d'assurer la distribution de manière synchronisée à toutes les LdT connectées. Ariane 5 dispose de 30 RMV de 370 g chacun.

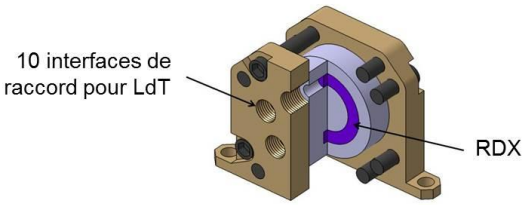


Figure I.10 : Schéma d'un Relais Multivoies (RMV) Ariane 5.

I.3.5. Le Relais Retard (RR)

Un Relais Retard (RR) se place entre deux LdT, et permet d'introduire un retard pyrotechnique de 3 s à 22 s. La LdT propulse un percuteur qui initie la composition retardatrice (souvent à base d'antimoine) par le biais d'une composition inflammable. L'effet retard est introduit par la combustion dans son étui étanche d'une composition appelée boîte de détente, dont la longueur à brûler détermine la durée du retard. En sortie du RR, un embout de détonateur composé d'azoture de plomb et de RDX permet de transformer l'inflammation en onde de choc pour transmettre le signal à une autre LdT.

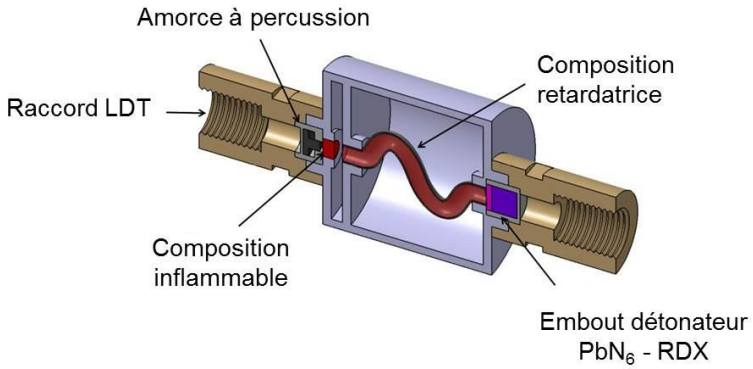


Figure I.11 : Schéma d'un Relais Retard (RR) sur Ariane 5.

I.3.6. Exemples de fonctions terminales

Comme nous l'avons déjà noté, il existe plusieurs fonctions terminales sur un lanceur dont les principales sont :

- allumeurs des moteurs à ergols liquides ou propergols solides,
- sectionneurs (cordeau de découpe, tube expansible) pour séparation d'étages,

- vannes à actionnement pyrotechnique pour vider les réservoirs,
- cisailles pyrotechniques coupe tige pour désolidariser la charge utile,
- vérins pyrotechniques pour éloigner un étage après séparation.

La Figure I.12 illustre deux types de fonctions terminales : une cisaille pyrotechnique que l'on trouve au niveau de la désolidarisation de la charge utile et un vérin pyrotechnique utilisé pour éloigner les étages ou la charge utile. La cisaille permet de couper une tige en acier de quelques millimètres de diamètre à partir d'un initiateur pyrotechnique. La charge génératrice de gaz permettant de cisailler la tige d'acier placée entre un couteau et une enclume, est contenue dans la cisaille.

Le vérin pyrotechnique est activé par une onde de choc qui initie les charges génératrices de gaz comme dans le Relais Retard. Ces charges génèrent une grande quantité de gaz qui pousse le piston jusqu'en butée. La force appliquée par le piston permet alors d'éloigner l'étage qui vient d'être séparé par un tube expansible.

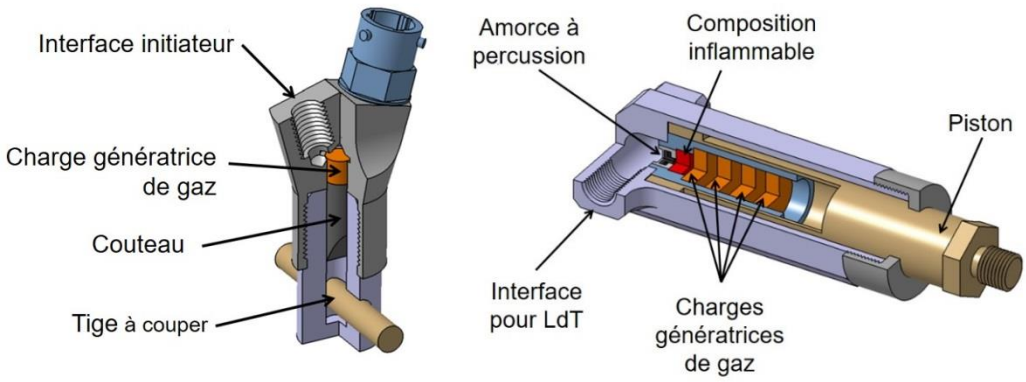


Figure I.12 : (à gauche) Schéma d'une cisaille pyrotechnique ; (à droite) Schéma d'un vérin pyrotechnique.

I.3.7. Résumé

En résumé, les systèmes pyrotechniques présents dans les lanceurs Ariane 5 reposent sur l'utilisation de substances énergétiques divers (explosifs, compositions d'initiation, compositions génératrices de gaz…) qui grâce à leurs propriétés réactives et énergétiques permettent de produire des effets mécaniques et thermiques variés à partir d'une faible énergie électrique d'activation.

Malgré leur fonctionnement mono coup, l'avantage principal de l'architecture des systèmes pyrotechniques actuels est bien sûr leur fiabilité, et c'est pour cela qu'ils sont

utilisés depuis le début des années 1970 avec peu d'évolution. Cependant, aujourd'hui les composants constituants ces systèmes pyrotechniques sont nombreux, souvent encombrants, et lourds car ils s'appuient sur des technologies vieillissantes. L'encombrement des LdT est non négligeable et pénalisant dans la course à la miniaturisation et à l'intégration de fonctions de plus en plus complexes. De plus, les systèmes pyrotechniques actuels contiennent beaucoup de substances pyrotechniques dangereuses et très sensibles puisque les ordres sont basés sur la transmission détonique, ce qui augmente les coûts de fabrication, de stockage, de transport, et d'installation dues aux risques potentiels de ces substances et à la qualification nécessaire du personnel manipulant ces substances dangereuses. Pour réduire les coûts inhérents aux systèmes pyrotechniques, la solution est d'en réduire la quantité et de trouver des matériaux énergétiques aussi réactifs tout en étant plus stables et sécurisés.

Dans une perspective d'évolution des lanceurs et de réduction de la masse, de l'encombrement et des coûts associés à la fabrication, au stockage, à la manipulation et au transport, il est nécessaire de développer une autre architecture qui permet de remplir toutes les fonctions pyrotechniques sur lanceur tout en assurant la même fiabilité avec des coûts associés réduits et une masse plus faible. Pour cela, Dassault Aviation, le CNES et le LAAS ont proposé de développer une architecture pyronumérique remplaçant la transmission d'ordres pyrotechniques par des signaux analogiques et numériques. Le paragraphe suivant est une description de cette architecture très innovante qui a fait l'objet d'une précédente thèse et qui est toujours en développement chez Dassault Aviation.

I.4. L'architecture Pyronumérique proposée par Dassault Aviation

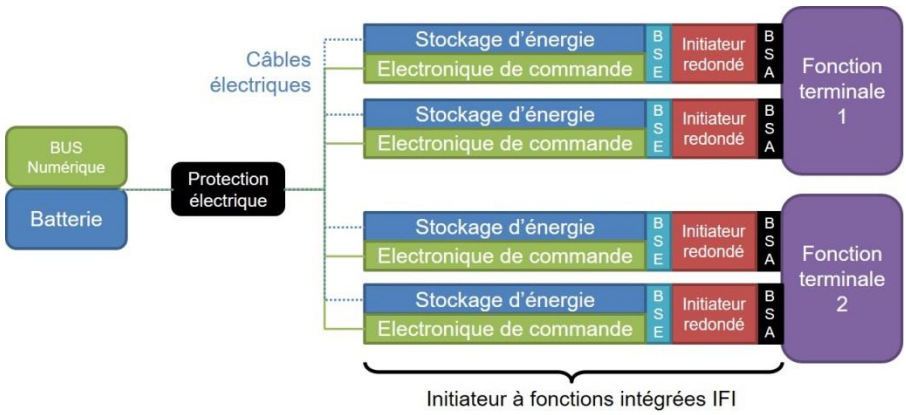


Figure I.13 : Architecture Pyronumérique proposée par Dassault Aviation.

La Figure I.13 représente l'architecture d'un système pyronumérique constituée d'un ordinateur de bord qui distribue des ordres numériques par BUS et non plus par des lignes de transmission pyrotechnique (LdT) comme présenté précédemment. Des batteries en parallèle permettent de distribuer l'énergie électrique à travers des câbles électriques. Des sécurités électriques sont toujours présentes entre les sources d'énergie et les initiateurs qui sont directement connectés aux fonctions terminales et répondent directement aux sollicitations requises par les fonctions terminales. Il n'y a donc plus besoin des LdT, et ainsi l'encombrement, la complexité d'installation et la quantité de substance pyrotechnique sont réduits à l'initiateur et la fonction terminale. La Figure I.14 donne une photo d'une maquette du système final à installer sur le lanceur. En comparaison avec la Figure I.4, cette photo illustre bien l'encombrement réduit apportée par l'architecture pyronumérique. On y voit le contrôleur permettant de distribuer les ordres numériques par BUS numérique, le câble électrique, reliant l'initiateur à une fonction terminale.

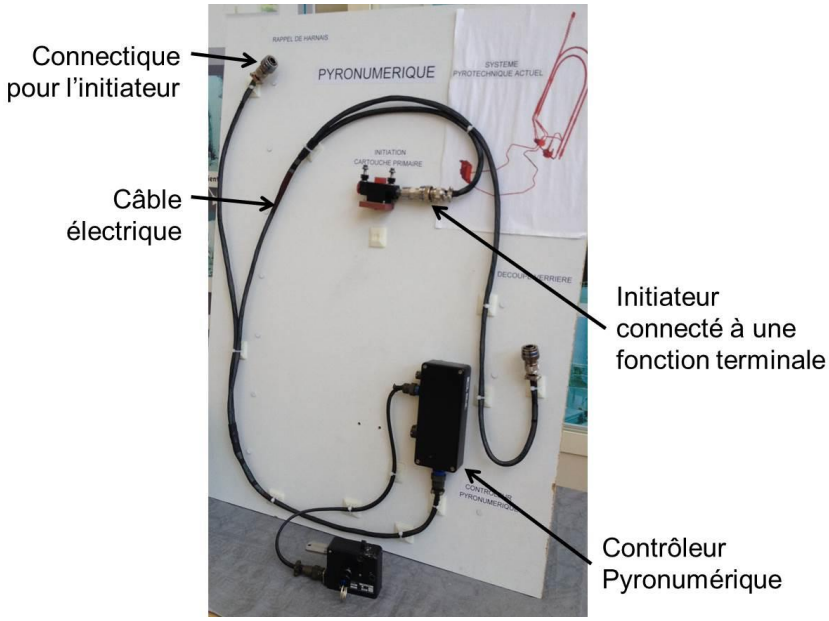


Figure I.14 : Photo de la maquette d'un système pyronumérique.

Dans cette nouvelle architecture, l'initiateur devient l'élément central et se complexifie pour assurer les fonctions de communication et de sécurité. L'initiateur est renommé alors **micro Initiateur à Fonctions Intégrées (*µ*IFI ou IFI)** puisqu'il intègre désormais dans un volume réduit (< 4 cm^3) une interface de connexion avec le BUS numérique (BUS CAN ARINC 825 redondé respectant le standard ECSS-E-ST-50-15C), une électronique de commande, un stockage local et temporaire d'énergie (super capacité électrique), des sécurités électriques et une barrière mécanique. Ce concept IFI a reçu le prix "Astronautique" A3F en 2014. L'intégration de toutes ces fonctions dans un volume inférieur

à 4 cm^3 n'est possible que par l'emploi des microtechnologies pour réaliser les fonctions électroniques, d'initiation pyrotechnique, de sécurité et les faire cohabiter et dialoguer. La première innovation est l'emploi d'un PyroMEMS pour assurer la conversion électro-pyrotechnique.

Le concept de PyroMEMS est né au LAAS CNRS en 1994 avec la thèse de doctorat de Carole Rossi pour des applications d'actionnement localisé. Il consiste en une résistance chauffante sur silicium sur laquelle est déposée une substance pyrotechnique de nature et de masse dépendante des niveaux d'actionnement requis. Il a pris des formes variées et s'est décliné pour différentes applications comme l'injection de médicament (objectif de la thèse de C. Rossi), [I.2], la stabilisation de drones militaires miniatures [I.4], la propulsion de micro/nano satellites [I.7] et les initiateurs sécurisés pour les systèmes d'armements [I.5] [I.6]. Dans le cadre du système pyronumérique, le PyroMEMS est utilisé pour générer une flamme localement pour initier la charge d'allumage. Cette brique technologique a été développée dans le cadre de la thèse de G. Taton au LAAS comme nous allons le présenter dans la section suivante et sera le point de départ de mon travail de thèse.

Outre le PyroMEMS, une autre innovation majeure de l'architecture pyronumérique est la mise en réseau des initiateurs pyrotechniques qui ont des capacités de communication avec un BUS numérique pour recevoir et donner leur état au système global.

I.4.1. Présentation de l'IFI

La Figure I.15 schématise les différents blocs fonctionnels de l'IFI et leurs interconnexions. Trois alimentations électriques (batteries) sont nécessaires afin de séparer les alimentations entre les différents éléments augmentant la fiabilité et la sécurité. Le BUS numérique pour la communication est l'élément de connexion avec l'extérieur. Ensuite, l'électronique de commande est connectée au stockage local d'énergie, à la sécurité électrique et à la barrière de sécurité d'armement. Un stockage local d'énergie permet d'alimenter l'électronique de commande et l'initiateur pendant 30 s après la déconnexion électrique de l'IFI avec l'extérieur. Seul le stockage local d'énergie est relié à la puce de conversion électro-pyrotechnique (détaillé ultérieurement) et uniquement lorsque le système est en position armé. Si le système est en position sécurisé, les puces PyroMEMS sont entièrement déconnectées électriquement de la source d'énergie électrique, évitant ainsi tout risque de fuite de courant parasite qui pourrait initier intempestivement les PyroMEMS. Ce principe est également visible sur la Figure I.17.

La Figure I.16 donne une vue éclatée de l'IFI et des différents éléments qui le constituent : une interface de connexion qui assure le lien de l'IFI avec le lanceur, vient

ensuite le bloc contenant l'électronique de commande et le stockage local d'énergie dans un volume inférieur à 2 cm^3. Vient enfin le système de conversion électro-pyrotechnique tel qu'il a été conçu dans la thèse de G. Taton. On y trouve un écran mécanique, deux PyroMEMS câblés sur un porte-puces en PCB[5], un moteur brushless à courant continu de 2 mm de diamètre permettant de faire pivoter le porte-puces afin de centrer les PyroMEMS face aux deux trous dans l'écran mécanique lors de l'armement du système et de connecter électriquement en face arrière les PyroMEMS. Notons que l'IFI intègre des fonctions très diverses (pyrotechnique, mécanique, électrique…) dans un volume très réduit et donc le choix s'est porté sur l'assemblage de composants et technologies existantes et le développement de composants quand la fonction ne pouvait pas être assurée avec des composants sur étagère. Dans ce qui suit, chacune des fonctions de l'IFI décrites sur la Figure I.15 est détaillée.

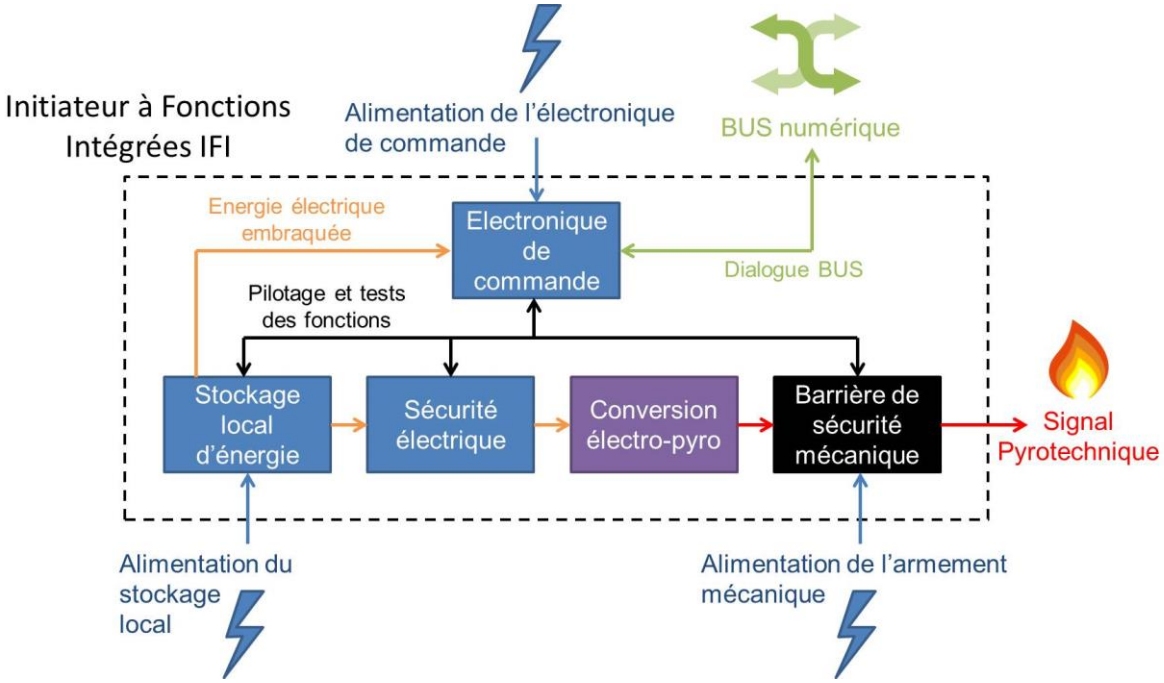


Figure I.15 : Schéma bloc fonctionnels de l'IFI.

[5] Printed Board Circuit

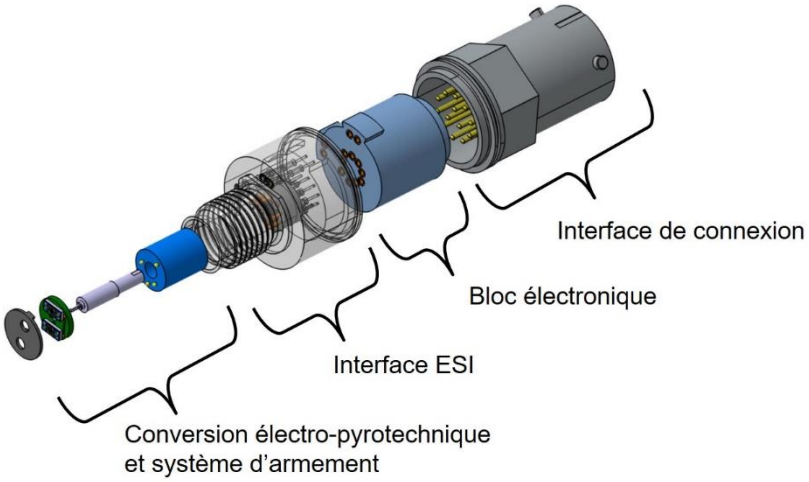


Figure I.16 : Vue éclatée 3D de l'IFI avec ses différentes parties.

I.4.2. L'interface de connexion

La connectique électrique de l'IFI comprend treize broches répondant à la norme MIL-DTL-26482S2 agencés selon la norme MIL-STD-1560 Clocking N. Quatre broches permettent d'alimenter en énergie électrique, de manière indépendante, l'électronique de commande, de charger le stockage local d'énergie, et de piloter le système d'armement mécanique (micromoteur). Neufs broches servent à la communication avec le BUS numérique (CAN ARINC 825) respectant le standard ECSS-E-ST-50-15C qui est bien sûr redondé pour des raisons de fiabilité.

I.4.3. Le bloc électronique

a. L'électronique de commande

L'IFI intègre une électronique de commande capable de communiquer avec le BUS CAN, gérer le temps pour l'introduction de retards numériques en remplacement de Relais Retards, assurer la surveillance du système en tout instant et sur demande du superviseur, gérer l'armement, le désarmement et la mise à feu. Le choix du microcontrôleur s'est porté lors de la thèse de G. Taton sur un 68HC908 de chez Freescale.

Pour répondre au cahier des charges, les composants et technologies choisis répondent aux critères suivants :

- résistance aux ambiances subies par le lanceur (thermique, flux de particules, ions lourds, rayons gamma),
- très faible consommation électrique pour assurer l'autonomie du système pendant 30 s après déconnexion de la source du lanceur,
- une liaison de type CAN intégrée pour communiquer par le BUS

b. Le stockage local d'énergie

En plus du système de contrôle, l'IFI intègre une source d'énergie électrique permettant de mettre à feu les PyroMEMS jusqu'à 30 s après la déconnexion électrique de sa source de courant. Afin de résister aux conditions que subit un lanceur, les dispositifs de stockage électro-chimiques ne peuvent pas satisfaire le cahier des charges. La solution ainsi retenue est le stockage capacitif en technologie 3D silicium disponible chez le fabricant IPDiA. En plus de résister à un environnement sévère, de - 55 °C à + 200 °C avec une capacité stable de +/- 1 %, la technologie de super capacité IPDiA est compatible avec les réglementations REACh et Rohs en vigueur en Europe. La résistance série de ce composant est aussi très faible, et la capacité volumique est important (2 $\mu F.cm^{-3}$) ce qui est intéressant pour l'objectif de miniaturisation.

I.4.4. Le système de conversion électro-pyrotechnique et d'armement

a. Système d'armement mécanique et électrique

L'armement et le désarmement mécanique sont réalisés à partir d'un micromoteur brushless à courant continu du fabricant Faulhaber (Ø 1,9 mm L = 1 cm) monté avec un réducteur planétaire afin de produire un couple d'environ 0,02 mNm nécessaire à la mise en rotation du porte-puces de 75 mg sur lequel sont collés deux PyroMEMS (cf Figure I.18) et vaincre les frottements des contacts à ressort[6]. Comme le montre la Figure I.17, le micromoteur met en rotation le porte-puces en PCB avec les pistes de connexions électriques en face-arrière et les PyroMEMS collés en face-avant de sorte de positionner les

[6] Détaillés en p.35 et Figure I.22

PyroMEMS face aux trous de l'écran (cf Figure I.19) et dans le même temps connecter les pistes électriques qui sont court-circuitées en position sécurisée avec des repères électriques (cf Figure I.20). La rotation pour passer de la position sécurisée à la position armée est de 90 °. L'état des connexions électriques en mode sécurisé est connu par le processeur, de même en position armée, par contre le passage entre les deux états est inconnu.

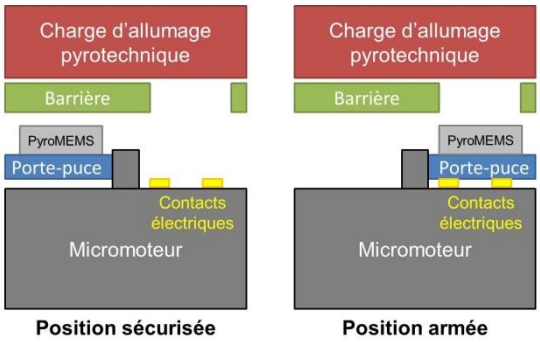


Figure I.17 : Schématisation de l'armement mécanique de l'IFI.

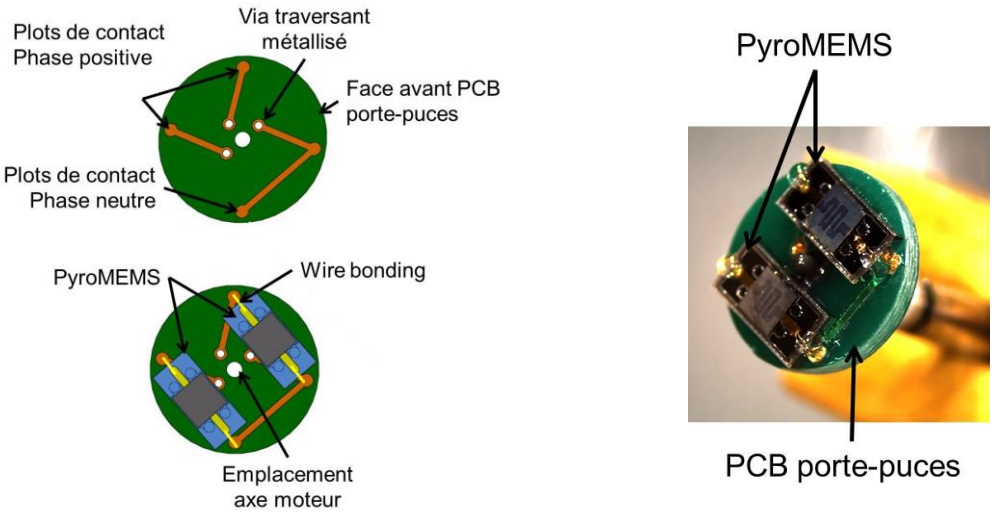


Figure I.18 : Schémas et photo du porte-puces PCB : (en haut, à gauche) vue sans les PyroMEMS montrant les pistes de connexion en Au ; (en bas, à gauche) vue avec les PyroMEMS ; (à droite) photo de l'assemblage avec les PyroMEMS.

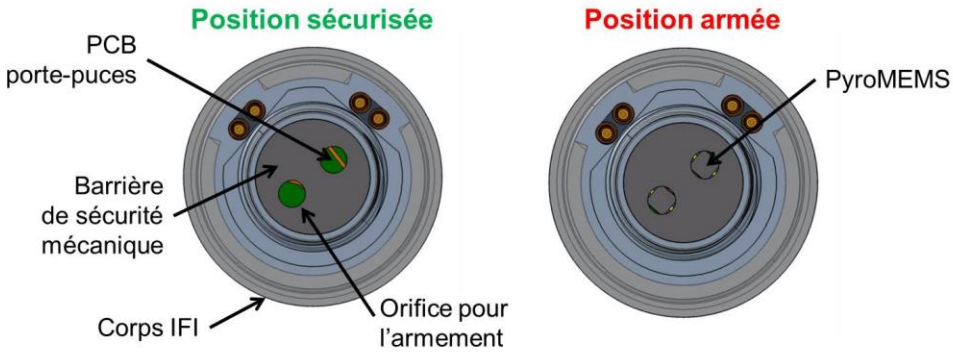


Figure I.19 : Vue schématique à l'arrière de la barrière de sécurité mécanique ; (à gauche) la position sécurisée ; (à droite) la position armée de l'IFI.

La position des contacts à ressort est fixe, le moteur met en rotation le PCB porte-puces. La position initiale est signalée électriquement par deux broches en court-circuit réalisé par une piste repère de position S. Dans la position sécurisée la phase neutre, commune aux deux PyroMEMS, et les deux phases positives d'alimentation des PyroMEMS sont connectées à un système de mesure de la résistance pour déterminer l'état des PyroMEMS, s'ils ont été mis à feu ou non. La valeur de la résistance est de 55 Ω avant mise à feu et infini s'il a été mis à feu.

La position armée ouvre le court-circuit du repère de position S et positionne deux contacts sur la phase neutre et un contact sur chacune des phases positives permettant de mettre à feu le système.

Le passage entre l'état sécurisé et l'état armé positionne les contacts dans des états inconnus, le processeur contrôle l'état des contacts durant la rotation et continue de tourner tant que la position désirée n'est pas obtenue. Le schéma de la Figure I.20 représente la position des contacts à ressort dans le corps IFI et sur la face arrière du porte-puces en position sécurisée et en position armée.

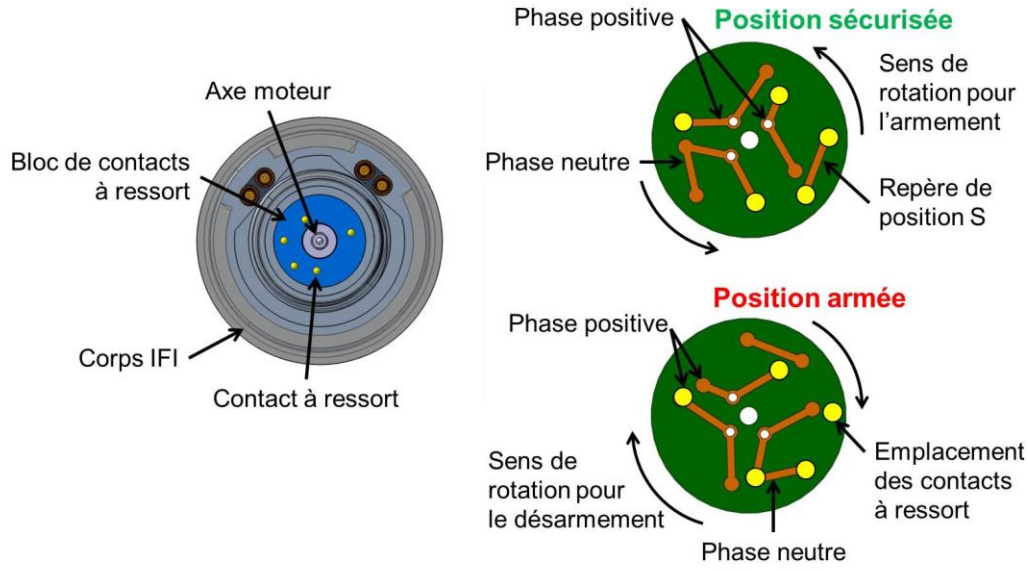


Figure I.20 : (à gauche) Schéma du corps IFI et des placements des connexions électriques dans l'IFI ; (en haut à droite) face arrière du porte-puces PCB avec les points d'emplacements des contacts en jaune en position sécurisée ; (en bas à droite) en position armée.

b. L'écran ou barrière mécanique

La barrière mécanique est un élément mécanique fixe capable de bloquer la transmission de la flamme entre les PyroMEMS et une charge d'allumage de type MIRA (Mélange Inflammable RApide) ou ZPP (Zirconium Perchlorate de Potassium) ou une charge qui génère des gaz comme une simple ou double base (GBSE). Un écran en acier inoxydable de 3 mm d'épaisseur est intégré à cet effet. Il contient deux trous de diamètre 2 mm qui sont alignés aux PyroMEMS lors de l'initiation pour laisser passer la flamme destinée à initier la charge d'allumage pyrotechnique. La position de cet écran entre le PyroMEMS et la charge pyrotechnique en début de ligne permet de sécuriser le dispositif des courants de fuite lorsque le porte-puces est en position sécurisée.

c. La conversion électro-pyrotechnique : les PyroMEMS

La Figure I.18 a montré une photo du porte-puces câblé avec deux PyroMEMS et un schéma du porte-puces avec et sans PyroMEMS. Le porte-puces est un PCB de diamètre 6,4 mm et 8 mm d'épaisseur avec des plots de contact en or. La Figure I.21 donne deux photos du PCB porte-puces face avant et face arrière. Le contact électrique pour alimenter

les PyroMEMS est réalisé par des contacts à ressort assemblés dans un bloc en polymère (cf Figure I.22). La liaison électrique entre la face avant et la face arrière du PCB est faite par des vias métallisés.

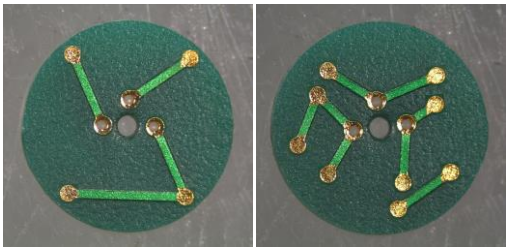
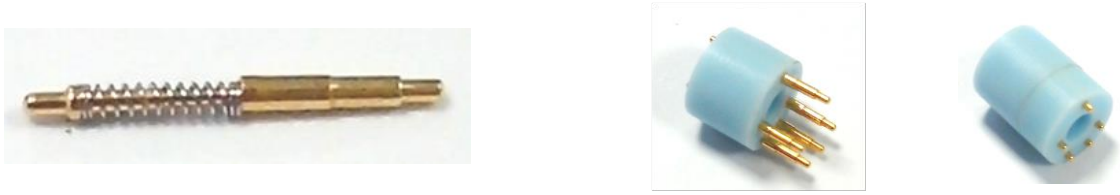


Figure I.21 : Photos du PCB porte-puces : (à gauche) face avant ou côté PyroMEMS ; (à droite) face arrière.



(a) (b) (c)

Figure I.22. (a) Photo d'un contact a ressort (b) Photo de l'assemblage des contacts à ressort dans la première moitié du bloc polymère (c) Photo de l'assemblage collé, seul les extrémités des contacts à ressort sortent.

Les PyroMEMS sont connectés électriquement au PCB par wire bonding d'un fil d'or de 25 µm d'épaisseur soudé par ultrason. La Figure I.23 donne une photo d'un câblage par wire bonding effectué entre le plot en or du PyroMEMS et la piste en or du PCB.

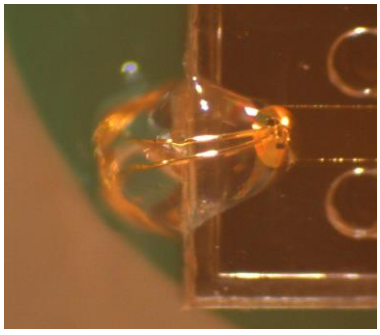


Figure I.23 : Photo d'une connexion par wire bonding entre le PyroMEMS et le PCB.

Le PyroMEMS a été développé durant les travaux de thèse de G. Taton [I.14]. Le procédé de fabrication est entièrement réalisé en salle blanche du LAAS, de manière

collective, par des procédés de micro et nanotechnologies à partir d'un substrat en silicium de 4 pouces (diamètre ~ 10 mm) et 525 µm d'épaisseur. Chaque substrat contient ~ 1 000 PyroMEMS de surface 3,8 × 1,8 mm². La photo de la Figure I.24 montre un wafer à la sortie du procédé de fabrication avant la discrétisation des PyroMEMS par une scie diamantée.

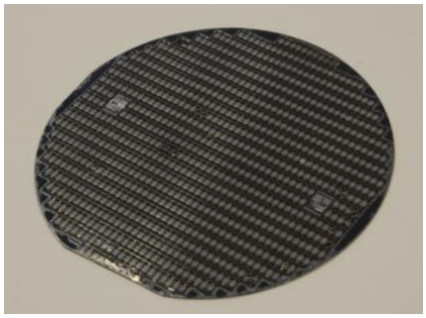


Figure I.24 : Photo d'un wafer de PyroMEMS avant discrétisation.

Le substrat en silicium ne sert que de support mécanique puisqu'une membrane en polymère est laminée sur le silicium afin d'isoler thermiquement le matériau d'initiation. Un filament en titane (vue « par transparence » sur la photo (b) de la Figure I.25) est déposé sur cette membrane, servant à initier par effet Joule une nanothermite Al / CuO, déposé directement sur le filament. Deux plots de contact en or sont déposés aux extrémités du filament pour connecter par wire bonding le PyroMEMS au porte-puces PCB. La nanothermite est déposée sous forme de multicouches, alternant une couche de 200 nm d'oxyde de cuivre (CuO) et une couche de 100 nm d'aluminium (Al). La nanothermite Al / CuO réagit fortement sous l'effet de la chaleur [I.15] [I.16] [I.17], génère une flamme transmise à travers la barrière mécanique. Le procédé de fabrication des PyroMEMS est détaillé dans le chapitre 2 car il a fait l'objet d'une amélioration au cours de mon travail de thèse.

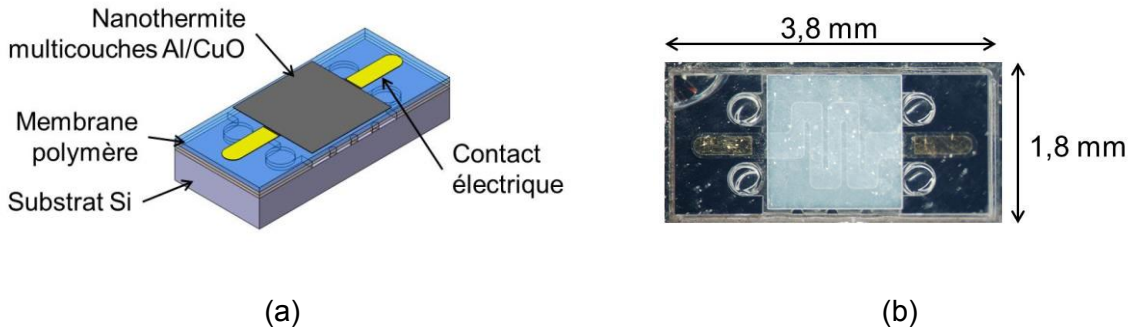


Figure I.25 : (a) Schéma d'un PyroMEMS ; (b) Photo face avant d'un PyroMEMS après découpe.

I.4.5. Résumé et introduction de l'objectif de ma thèse

L'IFI a été conçu et développé pour initier par effet Joule une composition déflagrante d'allumage pyrotechnique MIRA utilisée dans l'inflammateur et une double base GBSE utilisée dans l'étoupille. Il assure donc les fonctions terminales de type cisailles pyrotechniques, allumage des moteurs et vérins d'éloignement.

Cependant l'IFI ne permet pas d'amorcer en détonation un explosif secondaire de type RDX et donc ne permet pas d'assurer les fonctions de séparation d'étage et d'autodestruction. En effet, la thermite déposée sur le PyroMEMS, même structurée à l'échelle nanométrique, a une vitesse de combustion inférieure à 100 $m.s^{-1}$ [I.18] et les 45 µg déposée sur le PyroMEMS représente une chaleur de réaction de 0,2 J en prenant l'enthalpie de réaction théorique de 3.9 $kJ.g^{-1}$ correspondant au Al / CuO. C'est donc bien insuffisant pour amorcer en détonation un explosif secondaire.

L'objectif de ma thèse est donc de combler cette lacune en proposant une évolution de l'IFI tout en gardant son architecture et les fonctions annexes à l'initiation pyrotechnique, afin d'assurer l'amorçage en détonation d'explosifs secondaires, en plus de l'initiation de compositions déflagrantes.

L'enjeu est de taille car la réussite de cet objectif ambitieux conditionne le succès industriel de la technologie pyronumérique. Sans la fonction détonation, la ligne pyronumérique ne peut être utilisée dans les systèmes pyrotechniques de demain. D'autre part, les défis technologiques sont nombreux compte tenu des contraintes imposées par les exigences de miniaturisation de l'IFI (< 4 cm^3) auxquelles s'ajoutent les exigences de sécurité (pas d'explosif primaire), de fiabilité (redondance) et d'avoir un système autonome 30 s après déconnexion de l'alimentation électrique du lanceur, ce qui implique d'embarquer son énergie électrique dans ce petit volume et contraint un choix d'initiation de basse puissance (~ 20 W pendant 0,5 ms) délivrable par un supercondensateur.

C'est sur cette base que s'est construit mon sujet de thèse en 2013 et qui peut se résumer de la façon suivante : « **Concevoir et développer un microdétonateur compatible avec l'IFI capable de mettre en détonation un explosif secondaire à partir de la combustion de nanothermite et sans explosif primaire avec une source électrique stockable dans un supercondensateur intégré dans le détonateur** ».

Avant de faire l'état de l'art des différentes solutions technologiques permettant d'amorcer un explosif secondaire en détonation sur lesquelles nous pourrons nous appuyer, puis de lister les dispositifs disponibles ou en développement, nous proposons de définir le régime de détonation et de décrire les matériaux énergétiques qui peuvent détoner, appelés explosifs.

I.5. La détonation et les explosifs

I.5.1. La détonation

Ce n'est que dans les années 1880 – 1891 que Marcelin Berthelot découvrit la notion de détonation dont la théorie sur le régime de détonation n'est introduite que plus tard (1899 – 1905) par David Chapman et Emile Jouguet. Ici, on ne parlera que des phénomènes de détonation d'explosifs condensés.

La détonation diffère des autres régimes de décomposition (déflagration, combustion) de par son mode de propagation par onde de choc supersonique pouvant atteindre des vitesses de l'ordre de 10 $km.s^{-1}$ avec des niveaux de pression de l'ordre de 100 000 bar. Alors que pour la déflagration, la propagation se fait par convection thermique, un phénomène subsonique dans le matériau (de 100 à 1 000 $m.s^{-1}$) avec des niveaux de pression plus faibles (de 100 à 6 000 bar). Pour la combustion, la propagation se fait par conduction thermique avec des vitesses beaucoup plus lentes, de quelque $mm.s^{-1}$ à 100 $m.s^{-1}$ avec des niveaux de pression encore plus faibles (< 100 bar). Le régime de détonation a un effet de brisance considérablement plus important que les autres régimes de décomposition.

La détonation peut être définie comme un couplage d'un phénomène chimique (réaction irréversible, exoénergétique et auto-entretenue) et d'un phénomène physique traduit par une onde de choc. Le volume des gaz formés étant supérieur au volume initial, il en résulte une expansion rapide ayant pour corollaire un écoulement à travers des ondes de pression dans l'explosif et dans le milieu environnant. Une onde de choc est une variation de pression dynamique et locale corrélée à une variation brutale de la température produisant l'auto-inflammation des particules touchées dégageant l'énergie suffisante à auto-entretenir l'onde de choc. L'énergie thermique progresse plus rapidement que la transformation chimique et la propagation est supersonique.

I.5.2. Les explosifs

Les explosifs sont des substances pyrotechniques dont le mode de décomposition fonctionnel est la détonation. On distingue, quant à la sensibilité deux catégories :

- Les explosifs primaires.
- Les explosifs secondaires.

a. Les explosifs primaires

Substances explosibles caractérisées par une très grande sensibilité à l'initiation sous au moins une des formes suivantes : choc, friction, flamme, étincelle électrique. On distingue les explosifs primaires détonants des explosifs primaires déflagrants [I.19].

Les explosifs primaires détonants sont caractérisés par une Transition Déflagration / Détonation (TDD) extrêmement rapide, même en faible quantité et sans condition de confinement. Ils sont fréquemment utilisés dans les détonateurs. Rentrent dans cette catégorie, l'azoture de plomb ou d'argent, le fulminate de mercure.

Les explosifs primaires déflagrants sont caractérisés par une TDD ne s'opérant que sous certaines conditions de masse, confinement et initiation. Rentrent dans cette catégorie, le styphnate de plomb, le tétrazène.

b. Les explosifs secondaires

Les explosifs secondaires, contrairement aux explosifs primaires, nécessitent une énergie d'activation importante pour détoner, énergie apportée en un temps très court. Cette énergie provoquant la détonation peut être apportée par la détonation d'un explosif primaire ou l'impact violent d'un projectile mécanique. Le régime de détonation n'est donc atteint que sous certaines conditions d'amorçage et de conditionnement. Si les conditions d'amorçage ne sont pas remplies (un projectile trop lent, une onde de choc trop faible) l'explosif se décompose dans un régime de combustion ou de déflagration. La vitesse de détonation d'un explosif secondaire est souvent supérieure à celle d'un explosif primaire (~ 5 $km.s^{-1}$ pour l'azoture de plomb et ~ 8,75 $km.s^{-1}$ pour le RDX) ainsi leur effet brisant est bien plus important que les explosifs primaires.

Les explosifs secondaires couramment utilisés dans le spatial sont l'hexogène (RDX), l'octogène (HMX), la pentrite (PETN) ce dernier est parfois considéré comme explosif primaire. Le TriNitro-Toluène (TNT) est un explosif couramment utilisé dans les applications militaires comme les explosifs à liant plastique PBX (Plastic-Bonded eXplosive) à base de RDX ou de HMX et l'HexaNitroStilbène (HNS) utilisé dans certains détonateurs.

I.5.3. L'amorçage d'explosif secondaire

La détonation dans un explosif secondaire est caractérisée par une onde de choc supersonique se propageant dans le milieu. Amorcer en détonation un explosif secondaire revient donc à créer une onde de choc au sein de l'explosif. Deux mécanismes de création d'une détonation au sein d'un explosif sont à distinguer :

- La Transition Déflagration / Détonation (TDD)
- La Transition Choc / Détonation (TCD)

La TDD démarre par une déflagration, lorsqu'un explosif est initié par effet joule (par une flamme), suivant le conditionnement, des ondes de compressions se créent dans l'explosif avant le passage de la combustion. Si la pressurisation de la déflagration est suffisamment importante pour faire converger les ondes de compression, un front de choc se crée et la transition en détonation s'opère. Ce phénomène de TDD est relativement long, de quelques ms, correspondant à ~ 150 mm pour des compositions à base de RDX ou de HMX. Dans le cadre des explosifs secondaires, ce mécanisme est souvent étudié pour des questions de sécurité, et non pas dans le but d'amorcer un explosif.

La TCD démarre par la création d'un choc dans l'explosif. C'est le mécanisme couramment utilisé dans les détonateurs. Un choc peut être créé par la détonation d'un explosif primaire qui transmet l'onde de choc à l'explosif secondaire, par l'impact d'un projectile mécanique qui crée un choc dans le milieu de l'impact. La sublimation d'un matériau rapide (< 1 µs) d'un matériau par le passage d'un courant très important (> 1 kA) peut également créer un choc. La nature, le conditionnement, la granulométrie, la densité de chargement, le procédé de fabrication de l'explosif va jouer un rôle crucial sur sa sensibilité et sur sa transition en détonation. Le choc transmis à l'explosif est un phénomène de haute intensité, avec des niveaux de pression de l'ordre de 1 GPa à 20 GPa appliquée sur une durée très brève (< 1 µs). Ce phénomène est détaillé dans le Chapitre II.

I.6. Etat de l'art des détonateurs électriques

Un détonateur est un système destiné à amorcer en détonation un explosif secondaire. L'utilisation des détonateurs est très répandue, notamment au sein de l'industrie du bâtiment, des mines et carrières, ou de la sécurité civile (déclenchement d'avalanche). Comme décrit précédemment, le régime de détonation est une réaction extrêmement rapide qui se propage à une vitesse supersonique dans le matériau, et qui n'est obtenue que dans certaines conditions d'amorçage. Les détonateurs électriques apparaissent dès 1875 et leur évolution tend à les rendre de plus en plus sécurisé en évitant les substances les plus sensibles comme les explosifs primaires.

Cette section propose un état de l'art des détonateurs électriques suivant un ordre chronologique d'apparition des technologies. Principalement l'initiation à partir d'un signal électrique sera considérée ici. Les solutions d'amorçage par percussion, par mèche pyrotechnique ou par signal optique (source laser) ne sont pas décrites. Cependant, une dernière section décrira des systèmes mixtes, c'est-à-dire, dont la détonation est induite par la percussion d'un élément mécanique mis en mouvement par combustion d'une composition pyrotechnique induite par un signal électrique.

Plusieurs types de détonateurs sont actuellement présents sur le marché. Après une description des types de fonctionnement et des technologies, nous ferons une analyse de leur potentiel d'intégration dans l'IFI et en considérant aussi bien les contraintes technologiques qu'énergétiques de l'IFI.

I.6.1. Les détonateurs à fil chaud ou « bridge wire »

Les premiers détonateurs sont apparus en 1863, introduit par Alfred Nobel. Ils utilisent une mèche pyrotechnique[7] pour initier un explosif primaire, du fulminate de mercure, permettant d'amorcer en détonation de la nitroglycérine. Ce n'est que 5 ans plus tard que Julius Smith introduisit la première amorce électrique permettant de mettre en détonation un explosif secondaire. En effet, la mèche pyrotechnique du détonateur d'Alfred Nobel est remplacée par un fil chaud permettant un apport local de chaleur intense et initier ainsi le fulminate de mercure. C'est en 1875 qu'est commercialisé le premier détonateur à fil chaud. Ces dispositifs à fil chaud sont très simples : un échauffement local provoque la

[7] Corde ou gaine imbibée de substance pyrotechnique qui brûle plus ou moins rapidement permettant d'initier un système pyrotechnique.

détonation de l'explosif primaire qui provoque à son tour la mise en détonation (par transmission d'onde de choc) à un explosif secondaire plus puissant comme la nitroglycérine. L'initiateur à fil chaud nécessite quelques dizaines de mJ pour initier ~ 40 mg d'explosif primaire. Les temps d'initiation obtenus sont de l'ordre de la milliseconde. Aujourd'hui, le fil chaud est dans la plupart des détonateurs un fil résistif de nichrome ($1{,}08.10^{-6}$ Ω.m pour le nichrome 80 [I.20]) du fait de sa résistivité élevée, de diamètre de l'ordre de 50 µm donnant des résistances comprises entre 1 et 2 Ω. Le fil résistif peut aussi être en alliage argent / platine ou autre alliages résistifs.

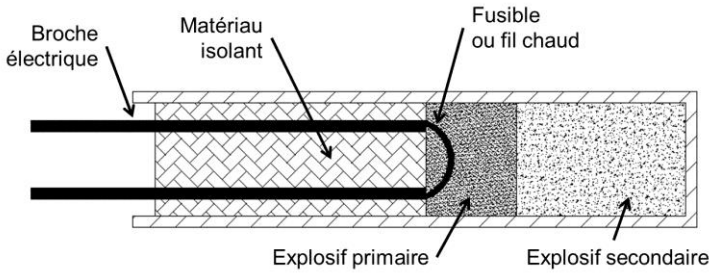


Figure I.26: Schéma d'une amorce détonateur à fil chaud.

Aujourd'hui, le détonateur à fil chaud reste la solution la plus simple à mettre en œuvre pour amorcer un explosif secondaire en détonation. Au fil du temps, les substances primaires utilisées ont évolué vers des matériaux de plus en plus stables et de moins en moins toxiques afin de réduire au maximum les risques d'accidents. Ainsi, le fulminate de mercure initialement utilisé a été remplacé par l'azoture ou le styphnate de plomb ou des dérivés de tétrazène. De même, la nitroglycérine a été remplacée par la pentrite, l'hexogène, l'octogène ou d'autres.

Il existe une forme évoluée de ce type de détonateur. Le fil chaud n'est plus plongé dans l'explosif primaire mais joue le rôle d'électrode comportant une substance pyrotechnique générant un flash d'une intense chaleur permettant d'initier une composition d'allumage intermédiaire située devant l'explosif primaire comme le montre la Figure I.27. Le fusible pyrotechnique est également appelé « allumette électrique » ou « Electric Match ». Il s'agit d'une composition pyrotechnique souvent à base de plomb comme le minium (Pb_3O_4), le thiocyanate de plomb (II) ($Pb(SCN)_2$) ou le nitroresorcinate de plomb enveloppé d'un plastifiant ou d'une laque. Une étude du Laboratoire National de Los Alamos aux USA a montré qu'il est possible d'utiliser des nanothermites Al / MoO_3 et Al / PTFE avec 9 % en masse de nitrocellulose (à 13,5 % d'azote) empaqueté dans une enveloppe de nitrocellulose mélangé à de l'acétate d'éthyle [I.21]. Cette architecture permet de fabriquer d'un côté la partie avec l'explosif primaire et d'un autre coté l'allumette électrique. L'assemblage se fait en phase finale réduisant ainsi les risques d'accident lors de la fabrication. Aujourd'hui, ce

type d'amorce est la plus répandue dans le monde que ce soit pour des applications civiles ou militaires car elle associe sécurité, simplicité, faible coût et efficacité. Il suffit d'une faible source électrique (2 V et 2 A) pour initier un explosif en environ 1 ms.

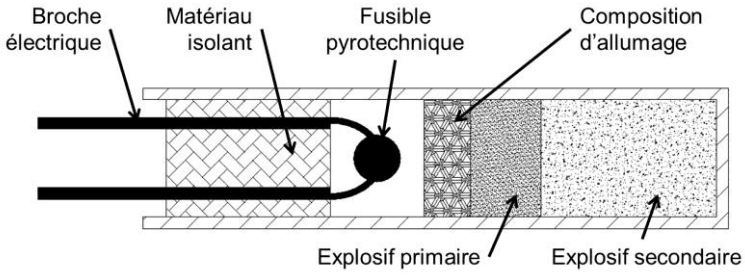


Figure I.27 : Schéma d'un détonateur à fil chaud avec une allumette électrique.

I.6.2. Exploding Bridge Wire Detonator (EBW)

L'EBW est une évolution américaine du détonateur à fil chaud présenté précédemment. Il présente la caractéristique de ne pas contenir d'explosif primaire mais un explosif secondaire type PETN chargé à basse densité (généralement proche de 1 $g.cm^{-3}$, alors que la densité maximale théorique est de 1,77 $g.cm^{-3}$) et une charge d'explosif plus puissant comme le RDX [I.22]. Ces amorces ont été conçues dans les années 1940 avec le développement des armes nucléaires dans le cadre du projet Manathan. Elles ont été utilisées pour le lanceur Titan IV puis largement comme détonateur dans l'industrie militaire américaine avant d'être remplacées dans les années 1970 par des détonateurs plus sécurisés et fiables : les « slapper detonator » ou EFI (Exploding Foil detonator) décrits ci-après.

L'EBW est généralement constitué d'un fil d'or, de cuivre ou d'aluminium d'une épaisseur d'environ 38 µm pour une longueur d'environ 1 mm. Une impulsion de courant très intense (> 1 kA) et très rapide (< 1 µs) sublime et ionise le fil métallique. Ce changement d'état apparaît sous la forme d'un dégagement d'énergie brutal associant une onde de choc permettant d'initier la charge relais, notamment du PETN en régime de détonation. Cependant, si la puissance électrique est insuffisante, le PETN peut être initié en combustion et rendre le détonateur non fonctionnel. Pour assurer la mise en détonation de l'explosif, il faut au minimum une rampe de courant de 100 $A.\mu s^{-1}$ [I.23]. Seule 45 % de l'énergie électrique transmise au pont est utilisée, pour « exploser » le pont ou le fil métallique [I.24]. Le reste est consommé par les transitions de phase du pont ou du fil.

Les temps d'initiation sont de l'ordre de 1 µs avec des énergies consommées généralement de l'ordre de 2 J. Ces dispositifs ont un double avantage : outre les hauts niveaux de courants qui les préservent des déclenchements parasites (électromagnétique, électrostatique), la forte énergie issue de la vaporisation du fil conducteur permet d'initier directement des charges secondaires beaucoup plus stables que les charges primaires, ce qui va aussi dans le sens de la sécurité. Le temps d'initiation est également plus court que celui des détonateurs à fil chaud. Cependant les forts courants et les fortes puissances requises pour l'initiation (plus de 200 A et 3 kV) ne sont pas compatibles avec la miniaturisation et l'intégration. Cela pose des problèmes d'architecture et d'alimentation (en termes de source et de transfert vers l'initiateur) et le besoin de capacités électriques importantes.

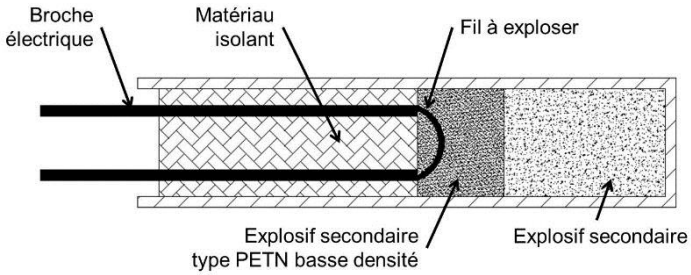


Figure I.28: Schéma d'un détonateur à pont explosé EBW.

Une évolution technologique de l'EBW est le remplacement du fil explosé par un pont en cuivre ou en tungstène d'environ 200 - 400 µm de côté et 4 µm d'épaisseur, fabriqué par les technologies de la microélectronique [I.25].

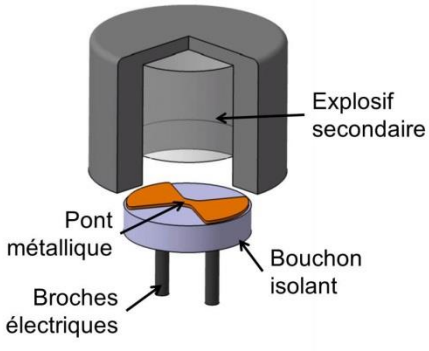


Figure I.29 : Schéma d'un EBW avec un pont métallique.

D'autres dispositifs EBW utilisent des ponts semi-conducteurs, de type poly silicium [I.26] de surface 100 × 380 µm² et d'épaisseur 2 µm. Le montage est le même que sur la Figure I.29. Dans ce cas, l'énergie d'amorçage est réduite à 5 mJ avec une capacité de 0,02 µF à basse inductance chargée à 2 kV permettant de délivrer 1 kA. Les niveaux de puissance mis en jeu restent très conséquents, et demeurent incompatibles avec la miniaturisation d'un système avec une source d'énergie électrique embarquée.

I.6.3. Exploding Foil Initiator (EFI) ou Slapper Detonator

En termes de sécurité et de fiabilité, une évolution majeure a été de séparer le circuit électrique de la substance explosive et de n'utiliser que des substances explosives peu sensibles à haute densité [I.27]. Ces détonateurs sont connus sous les dénominations anglo-saxonnes EFI (Exploding Foil Initiator) ou encore « slapper detonator ». L'EFI est le résultat de recherches initiées en 1976 par le laboratoire National américain Lawrence Livermore [I.28] et tend à s'imposer aujourd'hui dans les équipements militaires. Leur principe est proche de celui des détonateurs amorcés par l'explosion d'un pont métallique. Mais l'onde de choc créée par la vaporisation du pont métallique n'est plus utilisée pour initier directement la charge explosive mais pour projeter un disque diélectrique (PET [I.29], kapton [I.8], céramique [I.30]) jusqu'à 50 µm d'épaisseur à travers un canon faisant office d'emporte-pièce au fond duquel se trouve l'explosif à initier en détonation. C'est donc l'impact de ce disque appelé slapper ou flyer qui fournit l'énergie nécessaire à la Transition Choc / Détonation de l'explosif de type PETN [I.31], BTF (HNB, plus stable thermiquement que le PETN) [I.32] HNS [I.27] (HNS type IV), RDX ou HMX [I.29]. Le schéma de la Figure I.30 représente une vue éclatée de l'EFI.

A la différence de leur prédécesseur, l'EBW, le pont métallique n'est pas en contact avec l'explosif, cela évite toute interaction entre ces deux derniers et donc des phénomènes inattendus comme l'oxydation du pont métallique ou la dégradation de l'explosif. L'avantage de ce type de système est que la surface d'application des points chauds pour l'initiation n'est pas réduite à la surface du pont métallique mais à la surface du flyer et donc du diamètre de l'emporte-pièce, ce qui favorise l'amorçage. Le pont métallique est généralement en cuivre [I.33], en argent [I.32] carré ou rectangle de 100 à 400 µm pour une hauteur ne dépassant pas 6 µm [I.34]. Le diamètre du canon qui fait office d'emporte-pièce pour le flyer est inférieur à 1 mm pour une longueur allant de 0,125 à 0,4 µm.

La puissance d'initiation est relativement élevée (~ 1 MW) ce qui rend ce système insensible aux courants parasites. Cela joue un rôle important en termes de sécurité. Le condensateur électrique est de l'ordre de 0,1 - 0,2 µF chargé à plus de 3 kV pouvant fournir jusqu'à 10 kA [I.33]. La résistance du pont métallique est de l'ordre de 150 mΩ [I.27]. Cette

impulsion est très spécifique et requiert un condensateur disposant d'une très faible impédance inférieur à 50 nH [I.35]. Le flyer est projeté à très haute vitesse (supérieure à 3 $km.s^{-1}$ en 200 ns). Le choc associé est de l'ordre de 15 GPa et permet d'amorcer en détonation du HNS à haute densité (90 % densité maximale théorique) qui présente l'avantage d'être très stable thermiquement.

Ce type de détonateur présente l'avantage d'être très fiable car d'une part lorsqu'un faible courant passe dans le pont métallique, il ne permet pas d'initier en combustion l'explosif comme c'était le cas pour l'EBW grâce au diélectrique. D'autre part, il ne contient que des explosifs secondaires à haute densité, moins sensibles qu'à basse densité. Cependant, tout comme l'EBW, la tension et le courant d'alimentation font que ce type de système n'est pas compatible avec la miniaturisation qui est la contrainte principale de notre système à concevoir.

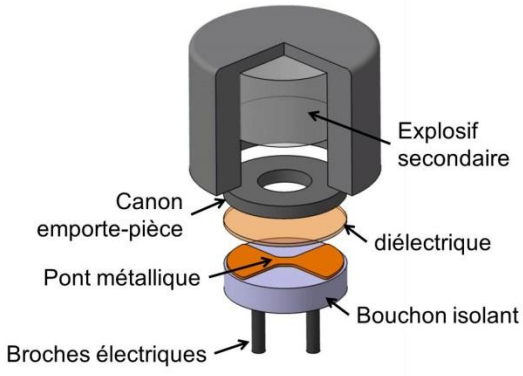


Figure I.30 : Schéma de principe du slapper detonator ou EFI.

I.6.4. Les détonateurs à élément projeté (DEP) par combustion

L'amorçage d'un explosif secondaire par l'impact d'un projectile propulsé par la combustion d'un propergol est également possible. Ces dispositifs sont donc mixtes puisque la détonation est induite par l'impact d'un élément mécanique mis en vitesse par un effet initié par une énergie électrique. On note que l'initiation en déflagration du propergol peut être réalisée par de multiples sources comme l'optique (laser) ou une mèche pyrotechnique. En 1976 un détonateur basé sur la combustion de RDX micrométrique (grains de 100 µm type B classe C MIL-STD-398C) et la propulsion d'une pièce métallique en aluminium 6061 T6 ou 5052 H38, appelé paillet a été breveté par Systems, Science and Software [I.36]. L'épaisseur du paillet est de 1,27 µm pour un diamètre de 2,5 mm. D'abord, une masse de RDX est comprimée dans une chambre de combustion à une densité comprise entre 1,65 et

1,67 g.cm^{-3} sous 860 bar soit 42 daN sur un diamètre de 2,5 mm. Le RDX est initié en déflagration par un fil chaud en platine de faible résistance électrique (entre 0,33 et 0,45 Ω). La pression augmente dans la chambre de combustion jusqu'à atteindre 3 500 bar. Le projectile est coupé à la forme du canon du même diamètre que la chambre puis propulsé par la pression issue de la déflagration. Le projectile atteint une vitesse de ~ 1 km.s^{-1} pour un canon d'une longueur comprise entre 4 mm et 10,8 mm. L'explosif à initier en détonation est de l'octogène (HMX) avec environ 5 % en mase de liant, du polyfluorure de vinylidène et de l'hexafluoropropylène. Ce type de détonateur fonctionnant par fil chaud, a un temps de fonctionnement de 200 - 400 µs pour 10 A, 800 - 900 µs pour 5 A et supérieur à 10 ms pour 1 A.

Un autre détonateur développé en Allemagne en 1996 consiste à propulser un projectile par la pression générée par la déflagration d'un explosif secondaire très comprimé. L'initiation en détonation de l'explosif secondaire est donc réalisée par Transition Choc / Détonation décrit dans le Chapitre II [I.37]. La pression dans la chambre de combustion peut atteindre 3 500 à 4 300 bar. Là encore, la combustion de l'explosif secondaire qui joue le rôle de propergol est initié par effet Joule au travers d'un fil en nickel chrome de 38 à 100 µm de diamètre.

Dassault Aviation a aussi breveté un détonateur fonctionnant sur ce principe. Une composition génératrice de gaz est initiée en combustion par un fil chaud dans un régime de combustion / déflagration. Les produits de réaction sous forme de gaz décroche une pièce métallique appelée paillet et le met en vitesse jusqu'à l'impact sur l'explosif secondaire. Le schéma de la Figure I.31 représente le montage proposé par Dassault-Aviation dans le cadre de ce brevet.

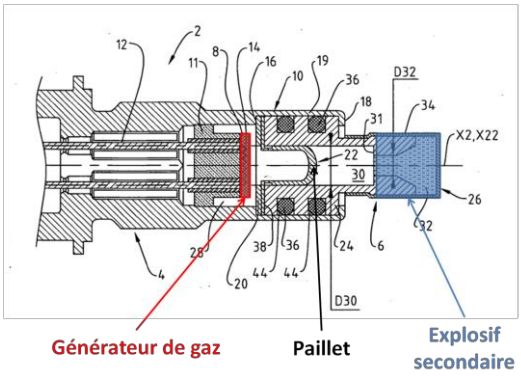


Figure I.31 : Schéma du brevet déposé par Dassault-Aviation sur un détonateur à élément projeté utilisant la combustion d'un propergol pour amorcer un explosif secondaire par impact [I.38].

Ce dernier type de détonateur présente l'avantage de nécessiter une faible puissance d'initiation (< 10 W) puisque l'énergie électrique ne sert qu'à initier un explosif en combustion et non en détonation comme pour l'EFI et l'EBW. Les temps d'initiation sous 1 A est de l'ordre de 10 ms.

I.6.5. Résumé et analyse

Le tableau de la Figure I.32 regroupe les principales caractéristiques de fonctionnement des détonateurs décrits précédemment. Nous retrouvons quatre types de détonateurs électriques caractérisés par des besoins en énergie électrique différentes et des délais d'amorçage variables. Le fil chaud qui convertit l'énergie électrique directement en choc par réaction chimique d'un explosif primaire. L'EBW transforme directement l'énergie électrique en choc. L'EFI utilise le choc créé électriquement pour projeter un film de diélectrique de quelques micromètres d'épaisseur. Le DEP transforme l'énergie électrique en réaction de propulsion chimique qui est transformée en énergie mécanique en accélérant un projectile. Le choc est créé lors de l'impact de ce projectile sur l'explosif secondaire.

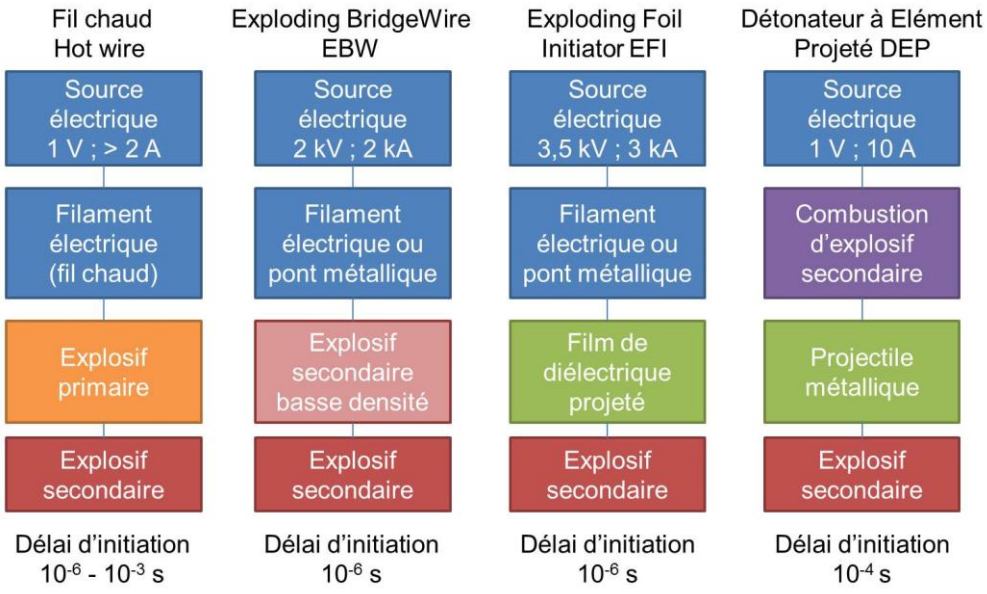


Figure I.32 : Tableau résumant les principales solutions capables de mettre en détonation un explosif secondaire.

Le Tableau I.1 synthétise les énergies d'initiation et les délais d'allumage pour chacun des détonateurs électriques présentés, agrémentés d'une analyse des atouts et des limites considérant des contraintes de miniaturisation, de fiabilité, de compatibilité avec la

structure de l'IFI, de consommation et de sécurité. Nous notons également dans l'analyse les explosifs généralement utilisés dans les solutions.

Après analyse des différentes solutions, et des caractéristiques de chacun, nous voyons que la solution fil chaud avec un explosif primaire respecterait les contraintes énergétiques puisqu'elle requiert une puissance électrique compatible avec un stockage local dans un système embarqué miniaturisé. Cependant l'utilisation d'explosifs primaires est une solution qui n'est pas souhaitée à cause de la sensibilité de ce type de substances et que la plupart d'entre elles sont à base de plomb, et par conséquent interdites par REACh. Les solutions EBW et EFI requièrent de trop fortes puissances électriques d'initiation. La solution du DEP, quoique peu répandue et développée, est une voie intéressante car elle allie les avantages du fil chaud en éliminant l'inconvénient de l'utilisation d'explosif primaire. A ce jour les systèmes disponibles sont peu nombreux et ne permettent pas d'évaluer pleinement cette solution.

Tableau I.1 : Synthèse des caractéristiques des détonateurs existant avec leurs avantages et leurs inconvénients.

Technologie	Energie d'initiation (J)	Délai d'initiation (s)	Avantages	Inconvénients
Fil chaud	10^{-4} – 10^{-1} (1 V ; > 2 A)	10^{-6} - 10^{-3}	Facilité de mise en œuvre. Fiabilité. Faible puissance électrique d'amorçage	Utilisation d'explosif primaire (azoture de plomb, d'argent, de cuivre, styphnate de plomb)
EBW et pont semi-conducteur	10^{-1} (2 kV ; 2 kA)	10^{-6}	Facilité de mise en œuvre. Fiabilité.	Explosif basse densité (PETN, BTF, HNS), puissance d'amorçage élevée, non compatible avec un stockage électrique en supercondensateur embarqué dans un faible volume.
EFI	10^{-1} (3,5 kV ; 3 kA)	10^{-6}	Fiabilité. Pas d'explosif sensible (HNS, RDX, HMX).	Puissance d'amorçage élevée, non compatible avec un stockage électrique en supercondensateur embarqué dans un faible volume.
DEP	10^{-2} (1 V ; 10 A)	10^{-4}	Pas d'explosif sensible (Tétryl, RDX, HMX). Basse puissance électrique d'amorçage.	Difficulté de mise en œuvre.

I.7. Problématique et objectifs de la thèse

Nous avons déjà introduit l'objectif général de ma thèse **qui est de concevoir et développer un micro détonateur compatible avec l'IFI capable de mettre en détonation un explosif secondaire à partir de la combustion de nanothermite et sans explosif primaire avec une source électrique stockable dans un supercondensateur intégré dans le détonateur**.

Depuis deux décennies, des travaux Internationaux ont exploré la miniaturisation d'initiateurs en intégrant des nano matériaux énergétiques [I.39] [I.40] [I.41], et très peu concernent les détonateurs. Aujourd'hui aucun détonateur miniature, autonome et sécurisé n'est commercialement disponible.

La problématique de ma thèse est donc de trouver et démontrer une solution de mise en détonation d'un explosif secondaire avec un signal électrique de faible énergie (15 V, 1 A, 1 ms) et sans explosif primaire.

De l'état de l'art sur les détonateurs, nous voyons les difficultés que posent la miniaturisation et la nécessité d'utiliser des substances pyrotechniques compatibles avec la réglementation Européenne REACh, sans utiliser d'explosif primaire. En effet pour mettre en détonation un explosif secondaire, l'énergie mécanique nécessaire à l'amorçage par **choc est de l'ordre 7,5 J pour du RDX avec un temps d'initiation très court, quelques nanosecondes** ce qui représente **une puissance très grande**. **Or, la puce PyroMEMS actuelle de l'IFI ne peut délivrer qu'au maximum 0,2 J sous forme de chaleur. Nous devrons donc trouver une solution pour amplifier le signal et atteindre les niveaux d'énergie requis pour amorcer un secondaire en détonation tout en partant d'une énergie électrique faible, stockable dans une super capacité.**

L'amorçage d'un explosif secondaire sans l'utilisation d'explosif primaire à partir d'une super capacité ou d'un PyroMEMS n'a jamais été réalisé jusqu'à présent. De plus les exigences de sécurité et de fiabilité des systèmes pyrotechniques restent très élevées et ils sont complexes à mettre en œuvre lorsque les systèmes deviennent très petits.

Pour atteindre cet objectif général et à partir des contraintes de l'IFI et de l'état de l'art précédemment exposé, ma thèse s'attachera à proposer une nouvelle architecture de micro détonateur basée sur le principe de projection d'un paillet et intégrant un PyroMEMS, brique élémentaire de l'IFI. Nous mettrons en œuvre différents matériaux énergétiques (hors explosif primaire) afin d'optimiser l'énergie d'impact. Nous terminerons par l'assemblage d'un micro détonateur fonctionnel représentatif du système IFI final que nous caractériserons dans des conditions réelles chez Dassault Aviation.

Au cours de ce travail, de nombreuses innovations sont attendues et constituent le cœur de mon travail de recherche :

- La mise en forme de nouvelles compositions énergétiques à partir de nanothermites et l'exploitation de leur réaction dans l'objectif d'amorcer en détonation un explosif secondaire par projection d'un paillet, jusqu'ici jamais réalisé.
- La mise en place de moyens expérimentaux pour caractériser les propriétés de combustion des substances pyrotechniques et aussi la mise en vitesse de paillet de taille très réduite.
- L'intégration et l'assemblage du système complet pour aboutir à un démonstrateur robuste et fiable.

I.8. Conclusion

Le contexte de mes travaux de thèse se situe dans le développement d'une nouvelle génération de lanceurs spatiaux Ariane. Après avoir présenté l'épopée des lanceurs en Europe, mentionné leurs évolutions technologiques notamment sur les moteurs, ce chapitre a présenté les nouveaux enjeux pour Ariane 6, bien au-delà des moteurs puisqu'une refonte générale des technologies à tous les niveaux du lanceur est réalisée afin d'atteindre l'objectif de coût, de masse et de fiabilité requis pour maintenir la place de leader dans le monde.

Nous avons ensuite présenté en détail les systèmes pyrotechniques sur Ariane 5, l'évolution vers l'architecture pyronumérique proposée par Dassault Aviation pour Ariane 6 qui apporte une innovation majeure. Cette nouvelle architecture repose sur un microsystème clé, l'initiateur intelligent (IFI) dont certaines parties sont réalisées en microtechnologies pour répondre à un besoin de miniaturisation et d'intégration de fonctions électroniques, mécaniques, pyrotechniques, de communication et de sécurité. Le cœur de l'IFI est la puce de conversion électro-pyrotechnique qui permet de générer une flamme à partir d'une nanothermite, PyroMEMS. A l'issue de la thèse précédente, cette puce a démontré la capacité d'enflammer des substances pyrotechniques d'allumage mais en aucun cas de mettre en détonation un explosif secondaire, alors que c'est une des fonctions les plus répandues dans les systèmes pyrotechniques.

Après avoir défini le régime de détonation et les explosifs, l'état de l'art des détonateurs électriques a été réalisé et a mis en évidence qu'il n'y avait pas de solution directement intégrable dans l'IFI. Il a permis aussi de mettre en évidence qu'un principe de fonctionnement récemment exploré, le détonateur à élément projeté, peut satisfaire les exigences requises pour notre objectif.

A partir de cette analyse, le Chapitre II de ce manuscrit proposera la conception, d'un micro-détonateur, permettant l'amorçage d'explosif secondaire en détonation dans un volume inférieur à 1 cm^3, après avoir présenté et analysé les exigences du cahier des charges.

CHAPITRE II

CONCEPTION DU SYSTEME ET AMELIORATION DU PROCEDE DE FABRICATION DU PYROMEMS

II.1 Introduction

Nous commencerons ce chapitre par la présentation du cahier des charges puis nous présenterons différentes solutions d'intégration. Deux solutions d'intégrations sont possibles, fonctionnant sur le même principe de propulsion d'un paillet, mais avec des stratégies de sécurisation différentes. Le choix se fera donc sur l'évaluation des performances en fonction des dimensions. Après avoir discuté de la charge d'explosif secondaire à amorcer en détonation, la chaîne de propulsion du paillet est détaillée en commençant par le canon, et en poursuivant avec le paillet, la chambre de combustion, la composition pyrotechnique propulsive, pour finir sur le PyroMEMS. Seront alors définis les matériaux et certaines dimensions du système. Les dimensions définitives et la composition pyrotechnique propulsive ne seront validées qu'après avoir réalisé des essais présentés aux Chapitres III et IV.

Le PyroMEMS quoique proposé dans une thèse précédente a fait l'objet d'une grande partie de mes travaux de thèse notamment pour simplifier et fiabiliser son procédé de fabrication. Ce dernier sera industrialisé prochainement, nous avons donc à rendre le procédé de fabrication robuste et utilisant des produits plus pérennes. Ce travail sera résumé dans le dernier paragraphe de ce chapitre.

II.2. Cahier des charges

La conception du micro détonateur est basée sur un cahier des charges précisant un certain nombre d'exigences liées à l'application spatiale :

II.2.1. Exigences fonctionnelles

La première exigence est l'amorçage en détonation d'une masse d'environ 100 mg d'explosif secondaire de type RDX en moins de 4 ms à partir d'un signal électrique de faible ampérage et avec une fiabilité de 99,998 %.

Le détonateur doit être autonome en énergie pour fonctionner de manière fiable et sécurisée **pendant au moins 30 s**, même s'il est coupé de **l'alimentation générale**.

II.2.2. Exigences dimensionnelles

Un certain nombre de contraintes dimensionnelles sont liées aux interfaces existantes des fonctions pyrotechniques terminales présentes dans les lanceurs. Il faut que le micro détonateur s'interface mécaniquement avec les fonctions terminales utilisant l'initiateur standard Européen (ESI) caractérisé par la présence d'un pas de vis M10x1 sur le corps de l'IFI.

Le micro détonateur doit s'intégrer dans un cylindre de diamètre **6.5 mm** et longueur **25 mm** imposé par les interfaces de raccordement des fonctions terminales existantes (cisailles, tubes expansibles, etc…).

II.2.3. Exigences pyrotechniques

Le micro détonateur ne doit pas contenir de substances pyrotechniques qui ne respectent pas la règlementation Européenne REACh. Cette réglementation bannit l'utilisation de matériaux toxiques pour l'environnement comme le plomb ou le mercure, souvent présents dans les explosifs primaires (azoture de plomb, styphnate de plomb, fulminate de mercure). Les explosifs primaires très sensibles et dangereux sont à éviter car ils occasionnent des surcoûts pour gérer les problèmes de sécurité liés à leur manipulation et à leur transport.

II.2.4. Exigences en termes de fiabilité et de robustesse

En position armée, sous ordre électrique, le détonateur doit fonctionner avec une **fiabilité d'au moins 0,99998**. Le différentiel de temps entre la mise à feu électrique et la mise à feu effective de la fonction terminale **doit être inférieur à 4 ms**. Au cours de son fonctionnement, le détonateur doit être étanche à l'air ambiant, et résister mécaniquement à une détonation de 150 mg de RDX ou une **pression de 6 000 bar en statique**.

En position sécurisée, quel que soit l'environnement, le micro détonateur, même s'il s'initie, ne doit pas provoquer la détonation en aval.

II.2.5. Exigences de tenues aux environnements

Le détonateur doit garder ses propriétés fonctionnelles et sa fiabilité de fonctionnement après avoir été stocké dans les conditions de température et d'humidité ci-après détaillées ou après avoir subi des chocs ou vibrations :

- **Température :**
  - Inflammateurs : - 160 °C / + 150 °C
  - Détonateurs et étoupilles : - 100 °C / + 100 °C
- **Humidité** : 240 h à 70 °C et 95 % d'humidité relative
  - **Vide thermique** : 10^{-6} Torr
    48 h à - 160 °C (- 70 °C pour les détonateurs)
    48 h à + 150 °C (100 °C pour les étoupilles)
- **Chocs semi-sinusoïdaux** : 50 g – 6 ms – 3 axes
- **Chocs pyrotechniques** : niveau normalisé Z1
- **Vibrations** : Sinusoïdales / 3 axes – Octaves / min :
  - 5 – 443 Hz 16,5 g crête à crête
  - 43 – 600 Hz 60 g crête
  - 600 – 2000 Hz 30 g crête

  Aléatoires / 3 axes – 2 min / axe :

  - 20 – 50 Hz + 3 dB / oct
  - 50 – 250 Hz 2 g^2 / Hz
  - 250 – 1300 Hz - 6 dB / oct
  - 1300 – 2000 Hz 0,07 g^2 / Hz
- **Bruit acoustique** : durée 2 min

30 – 80 Hz	115 dB	600 – 1250 Hz	150 dB
80 – 150 Hz	118 dB	1250 – 2500 Hz	149 dB
150 – 250 Hz	131 dB	2500 – 5000 Hz	144 dB
250 – 300 Hz	133 dB	5000 – 10000 Hz	137 dB
300 – 600 Hz	146 dB	> 1000 Hz	155 dB

- **Sensibilité aux décharges électrostatiques** : 500 pf / 25 kV
- **Sensibilité aux rayonnements électromagnétiques** :
  - 2 $W.m^{-2}$ de 50 kHz à 50 MHz
  - 100 $W.m^{-2}$ à plus de 50 MHz

II.2.6. Résumé du Cahier des charges

Le Tableau ci-dessous résume les principales exigences qui ont servi directement pour la conception du détonateur.

Tableau II.1 : Synthèse du cahier des charges ayant servi à concevoir le détonateur.

Encombrement	Cylindre de diamètre 6,5 mm et longueur 25 mm
Connexion mécanique	IFI avec PyroMEMS Fonctions terminales
Substance pyrotechnique	Tout sauf explosif primaire et substances impactées par REACh
Temps de fonctionnement	< 4 ms
Etanchéité	≤ 6 000 bar
Contrainte électrique	Initiation à partir d'un courant < 1 A et une tension < 20 V stockable dans une supercapacité en technologie 3D silicium

II.3. Conception du micro détonateur

La première brique du micro détonateur est le PyroMEMS, composant d'allumage aujourd'hui le plus miniature qui permet un rendement électro-pyrotechnique très élevé (x 300). Un courant de 0,35 A pendant 100 µs permet de générer une flamme capable à son tour d'initier une composition pyrotechnique comme la ZPP, une simple ou double base, ou du $BKNO_3$ en moins de 1 ms [II.1]. La conception du micro détonateur revient donc à trouver une solution pour créer une onde de choc à partir de la flamme créée par le PyroMEMS. Une transition flamme / choc peut être obtenue de deux façons :

- par la réaction chimique d'un explosif primaire. Cette solution est rejetée ici puisque le cahier des charges bannit l'utilisation d'explosifs primaires.
- par l'impact d'un projectile mis en vitesse par la combustion d'une substance pyrotechnique génératrice de gaz, et initiable par une flamme. Nous allons explorer cette solution illustrée sur la Figure II.1.

Le PyroMEMS est situé à une extrémité d'une chambre de combustion contenant la substance pyrotechnique. L'autre extrémité est operculée par le projectile appelé aussi paillet. Les gaz produits par la composition pyrotechnique contenue dans la chambre de combustion produisent une impulsion de pression, qui détache le paillet, puis le propulse à travers un canon jusqu'à l'impact sur l'explosif secondaire à initier (cf Figure II.1).

Le principe de fonctionnement du micro-détonateur est identique à un cycle de balistique intérieure qui regroupe les événements qui se situent à l'intérieur du canon d'une arme à feu et qui sera détaillé dans le chapitre III.

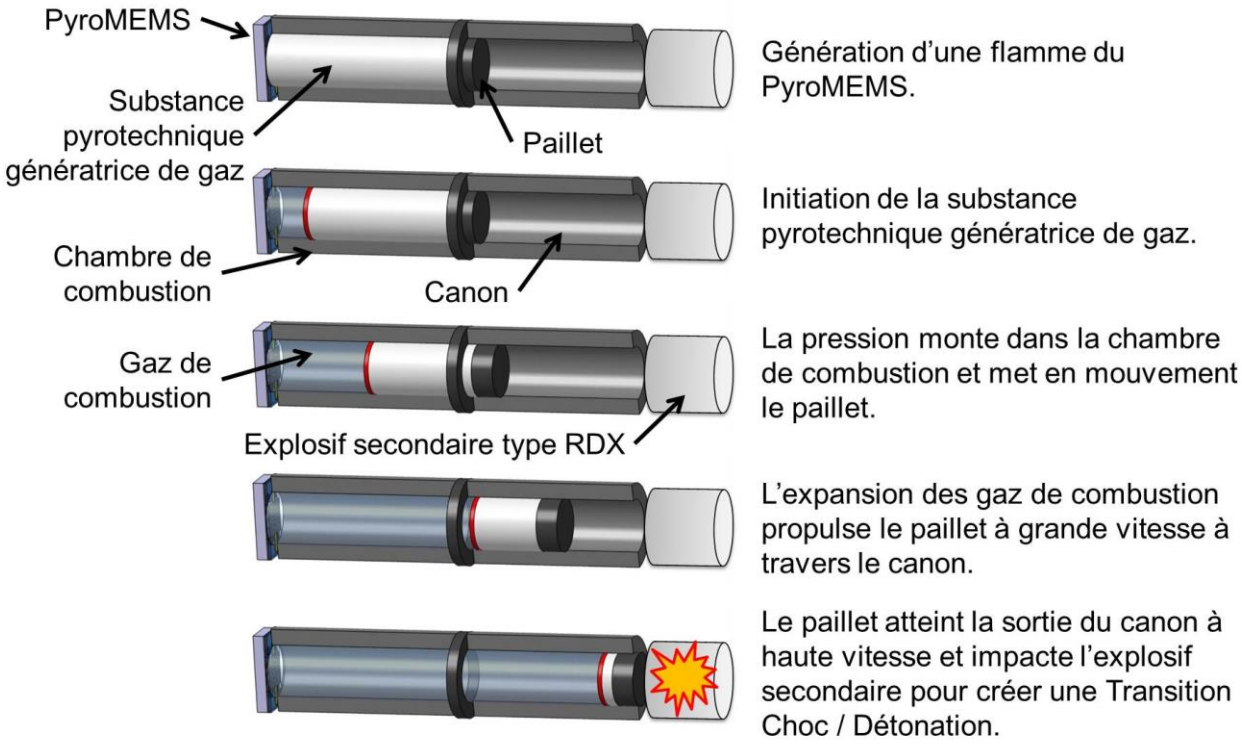


Figure II.1 : Schéma de principe de fonctionnement de la propulsion d'un paillet pour créer une transition choc / détonation sur un explosif secondaire.

Dans ce dispositif, la propulsion du paillet dépend fortement de plusieurs paramètres à concevoir en s'appuyant sur le cahier des charges :

- **La chambre de combustion** : le volume de la chambre de combustion impactera directement la masse de la composition pyrotechnique propulsive embarquée dans le détonateur et donc sa puissance. Son choix devra donc être le meilleur compromis entre la masse de poudre propulsive et l'encombrement.

- **Le type de composition propulsive et sa compaction** : cette dernière doit être « peu sensible » pour des raisons de sécurité, mais initiable avec la flamme du PyroMEMS (0,2 J) et capable de générer une impulsion de pression suffisante pour casser un paillet dont la masse et la section à casser sont à déterminer. Le choix de la composition est particulièrement déterminant pour le bon fonctionnement du détonateur.

- **Le paillet** : c'est la pièce maîtresse du système qui transmet l'énergie à l'explosif à amorcer par impact. Son choix et dimensionnement doit prendre en compte quelques règles essentielles connues pour assurer la Transition Choc / Détonation (TCD) que nous expliquerons dans la section II.5.

- **Le canon** : il sera ajusté pour atteindre les vitesses requises à la mise en détonation de RDX.

- **L'assemblage assurant l'étanchéité** : dans ce type de système, il y a des pertes à plusieurs niveaux : les principales pertes sont calorifiques. Pour une arme, généralement les pertes de chaleur se situent entre la paroi du canon et avec le projectile (~ 20 %), et d'autres pertes de chaleur au niveau des gaz représentent environ 40 % de l'énergie fournie par la combustion. Les pertes par frottement sont relativement faibles (~ 2 %) car la poussée fournie par la combustion est très importante. D'autres pertes sont aussi dues aux mouvements des gaz et mouvements parasites du projectile. **Seul un tiers (33 %) de l'énergie fournie par la combustion est utilisée pour propulser le projectile**, à condition d'avoir une bonne étanchéité entre le projectile et le canon durant la propulsion. La définition de tous ces paramètres est complexe car ils sont interdépendants. Ils seront discutés et explicités dans les sections qui suivent.

II.4. Solutions d'intégration

A partir des contraintes d'intégration dans le corps IFI (cf Figure II.2) plusieurs possibilités d'intégration s'offrent à nous : une solution **bi-canons** permettant la redondance de la chaîne d'amorçage conformément aux pratiques spatiales pour assurer les exigences de fiabilité. Pour assurer les exigences de sécurité, une barrière de sécurité est aussi préconisée entre les éléments sensibles d'initiation et la chaîne pyrotechnique que nous allons discuter.

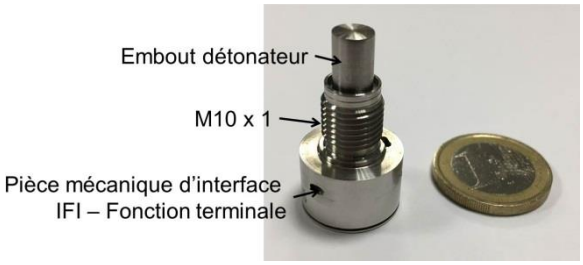


Figure II.2 : Photo de la pièce d'interface de l'IFI avec la fonction terminale montée avec un embout détonateur imposant la contrainte dimensionnelle.

II.4.1. La solution bi-canons

La solution bi-canons est constituée d'un porte-puces avec deux PyroMEMS, de deux chambres de combustion, deux paillets et deux canons. La barrière de sécurité est fixe comme pour les fonctions initiateur et étoupille de l'IFI. Elle est située, dans cette configuration, entre les canons et l'explosif secondaire comme le montre la Figure II.3.

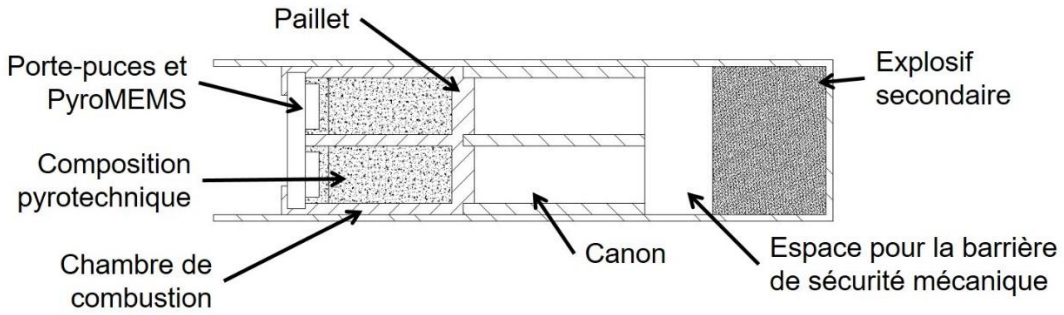


Figure II.3 : Schéma illustrant la solution bi-canons.

Cette solution doit intégrer deux chaînes de propulsion dans un diamètre maximum de 6,5 mm, ce qui fixe un **diamètre maximum de 2,5 mm** pour chacune des chaînes comme le montre la Figure II.4. Le diamètre de 2,5 mm peut devenir un caractère critique tant pour la réalisation que pour la tenue en pression du détonateur. Mais à ce stade, nous n'avons pas de données suffisantes pour rejeter la solution.

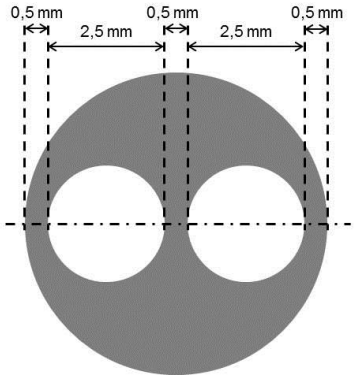


Figure II.4 : Schéma montrant la disposition des chambres de combustion de 2,5 mm de diamètre pour la solution bi-canons dans un diamètre de 6,5 mm.

Le porte-puces est solidaire du reste de l'assemblage, c'est-à-dire des chambres de combustion, des paillets et des canons. L'armement mécanique, c'est-à-dire l'alignement des chaînes pyrotechniques avec la charge à amorcer est réalisé par rotation du porte-puces et entraine donc toute la chaîne de propulsion (chambre de combustion, paillet, canon). En effet, deux orifices de la taille du paillet sont usinés dans l'écran mécanique pour laisser passer le paillet lorsque la chaîne pyrotechnique est en position armée.

Notons que la solution bi-canons permet de sécuriser au mieux le dispositif, donc une grande partie de mes travaux de thèse sera menée avec un diamètre de 2,5 mm correspondant au diamètre le plus critique d'intégration.

Dans le cas où les dimensions de la solution bi-canons seraient trop critiques pour la tenue mécanique du système ou la fiabilité d'amorçage de l'explosif, Dassault Aviation et le CNES autorisent une autre solution **mono-canon** non redondée. Dans ce cas, la barrière de sécurité mécanique peut se trouver entre les PyroMEMS et la chambre de combustion, et non plus entre le canon et l'explosif secondaire. Cette configuration laisse une plus grande marge dimensionnelle que la solution bi-canons.

II.4.2. La solution de secours mono canon

Le système est composé du porte-puces avec deux PyroMEMS, une composition pyrotechnique confinée dans une chambre de combustion, un paillet, un canon et la charge à amorcer en détonation comme le montre la Figure II.6.

Etant donné que dans cette configuration il n'y a qu'une seule chaîne de propulsion à intégrer, le diamètre de la chambre de combustion peut être de 4 mm et la paroi de la chambre de 1,25 mm comme l'illustre la Figure II.5. La paroi plus épaisse assure une

chambre de combustion plus robuste que la solution bi-canons. Le paillet et le canon peuvent être d'un diamètre légèrement inférieur à la chambre de combustion, de 3,5 mm afin de relaxer la contrainte d'alignement et d'assemblage de la chaîne de propulsion. Ainsi le jeu d'assemblage est de 0,25 mm.

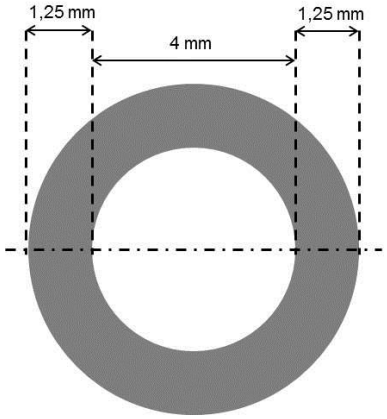


Figure II.5 : Schéma montrant la disposition d'une chambre de combustion de 4 mm de diamètre pour la solution mono-canon dans un diamètre de 6,5 mm.

Dans cette configuration, la barrière de sécurité peut être placée en amont, c'est-à-dire entre le PyroMEMS et la composition pyrotechnique propulsive comme le montre la Figure II.6. Ou bien, la barrière de sécurité peut être placée en aval, entre le canon et la charge d'explosif secondaire à amorcer comme la solution bi-canons (cf. Figure II.7).

a. La barrière de sécurité en amont

La configuration avec la barrière de sécurité en amont présente l'avantage de respecter l'architecture des versions initiateur et étoupille de l'IFI dans le sens où la barrière de sécurité est située juste après le PyroMEMS. La barrière de sécurité est un écran métallique avec deux orifices du même diamètre que la surface de la nanothermite déposée sur le PyroMEMS. L'armement mécanique est réalisé par rotation du porte-puces pour aligner les deux PyroMEMS aux orifices permettant à la flamme d'initier la composition en aval. En position sécurisée, l'écran métallique empêche le transfert de la flamme seulement. Ainsi l'épaisseur de l'écran peut être faible (< 1 mm) ce qui avantage la masse et la longueur du système. Dans cette version, il n'y a pas de barrière bloquant la course du projectile dans le cas d'une initiation intempestive de la composition pyrotechnique propulsive, ce qui limite le choix de la composition pyrotechnique propulsive à des compositions peu sensibles initiables par une faible source d'énergie.

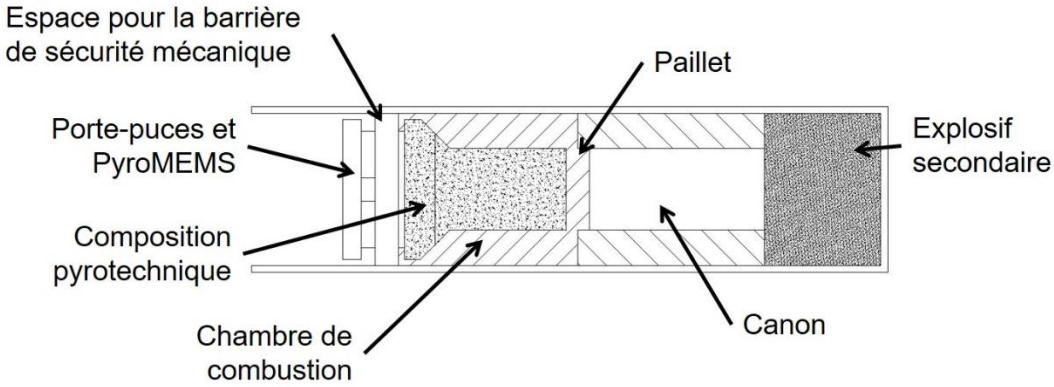


Figure II.6 : Schéma de la solution mono-canon avec la barrière de sécurité an amont, entre le PyroMEMS et la chambre de combustion.

b. La barrière de sécurité en aval

Afin d'ouvrir le choix d'une composition pyrotechnique propulsive à des compositions sensibles initiables par une faible source d'énergie, une barrière mécanique entre le canon et la charge à amorcer en détonation est obligatoire. Dans ce cas la barrière mécanique doit être un écran d'épaisseur suffisante pour arrêter le paillet dans sa course à la sortie du canon et ainsi empêcher l'amorçage de l'explosif en cas d'initiation intempestive. Cette solution de barrière après le paillet est plus lourde et complexe que la solution précédente. Le passage en position armée s'effectuerait par rotation de toute la chaîne de propulsion (chambre de combustion, paillet, canon) comme pour la solution bi-canons. L'assemblage mécanique demanderait une grande précision et l'usinage de très petites pièces mécaniques ce qui augmenterait le coût de production. Donc cette solution sera évitée autant que possible, en privilégiant le choix d'une composition pyrotechnique propulsive peu sensible.

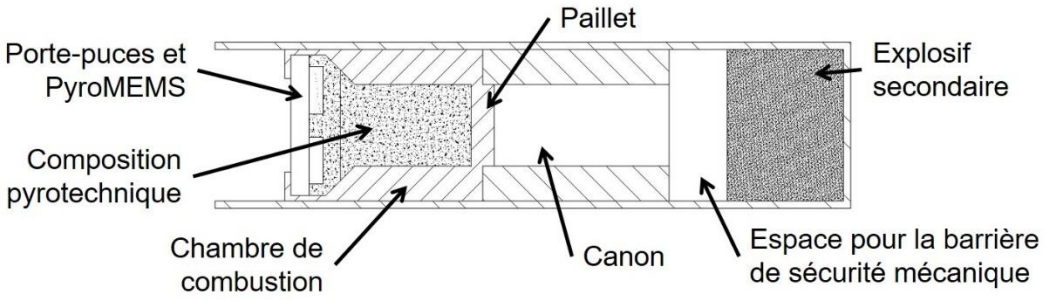


Figure II.7 : Schéma de la solution mono-canon avec la barrière de sécurité an aval, entre le canon et l'explosif secondaire.

Nous retiendrons donc de cette analyse le choix d'une architecture de détonateur constituée d'un porte-puces avec deux PyroMEMS montés sur un micromoteur pour l'armement mécanique (alignement de la chaîne pyrotechnique), d'un écran de sécurité mécanique fixe, d'une chambre de combustion, d'un paillet encastré découpable par les gaz issus de la combustion d'une charge pyrotechnique propulsive, d'un canon et d'une charge d'explosif à amorcer.

La définition finale ne peut être déterminée que par une étude complète des performances de la chaîne de propulsion qui est fonction du choix de la chambre de combustion, de la charge pyrotechnique propulsive, du paillet, du canon et également de la charge d'explosif à amorcer que nous allons présenter dans ce qui suit. Avant, la section 5, présente les notions importantes de la TCD qui est le mécanisme d'amorçage de notre dispositif.

II.5. L'amorçage d'explosif par Transition Choc / Détonation (TCD)

La charge d'explosif à amorcer est un explosif secondaire de type RDX ou HMX car ils sont stables et couramment utilisés dans la spatial. La nature de cet explosif, sa granulométrie et son conditionnement conditionnent les choix du paillet et de son dispositif de propulsion (chambre de combustion, charge propulsive et canon). Dans cette section nous proposons d'expliciter les mécanismes d'amorçage d'explosifs secondaires par Transition Choc / Détonation par l'impact d'un projectile, et déterminer quel conditionnement adopter pour la réalisation du détonateur.

La TCD se distingue de la Transition Déflagration / Détonation (TDD) de par ses étapes de transition. La TDD commence par un front de combustion, pour ensuite former un front de choc et transiter en détonation. Cet événement peut durer plusieurs millisecondes. La TCD débute par un front de choc mécanique dont la pression est de l'ordre du GPa et transite en régime de détonation en l'espace de quelques microsecondes.

La transition choc détonation est le mode d'amorçage commun à tous les explosifs. Il concerne aussi bien la transmission par une onde de choc, que le choc induit par l'impact d'un projectile. C'est le mécanisme utilisé dans les détonateurs présentés dans le Chapitre I. Il est fondé sur la génération d'un choc bref (< 100 ns) et de forte amplitude, de l'ordre du GPa. Ce n'est que dans les années 1950 que les seuils d'amorçage par choc sont mis en évidence avec des essais d'impact poussés par le développement de la pyrotechnie pour les applications nucléaires. L'étude expérimentale et la modélisation à des fins prédictives sont

indispensables pour la conception de systèmes d'amorçage d'une chaîne pyrotechnique. Tant pour la sécurité, la sureté de fonctionnement que pour l'optimisation des performances du système d'amorçage.

Pour concevoir un système d'amorçage, il est important de choisir un explosif et caractériser l'énergie de TCD, c'est-à-dire, l'énergie du choc pour laquelle la TCD a lieu. Pour ce faire, quatre paramètres sont importants : la pression du choc et sa durée [II.1].

La première approche pour déterminer ces paramètres est macroscopique. Des essais de TCD sont réalisés avec des pressions d'impact connues afin de déterminer empiriquement la pression critique d'amorçage [II.1]. La durée d'application de la pression est fixée expérimentalement par la plus petite dimension du projectile (son diamètre ou son épaisseur) car c'est ce paramètre qui conditionne l'arrivée de détente annihilatrice du choc. Des courbes de pression critique appelées courbes seuil de Transition Choc / Détonation sont réalisées sous forme d'abaque à partir d'essais expérimentaux puis une loi empirique qui lie les points expérimentaux est déterminée par interpolation. Cette dernière est généralement décrite sous la forme :

$$P^n.t = k \qquad \text{Equation II.1}$$

Avec : $n \sim 2$

P : la pression d'impact du paillet sur l'explosif en supposant l'impact plan,

t : la durée de choc directement liée à l'épaisseur du projectile,

k : une constante qui dépend de l'explosif, de sa granulométrie, de sa porosité et de son conditionnement.

Pour chaque explosif et chaque configuration, des essais sont donc indispensables pour déterminer la courbe-seuil (cf Figure II.8).

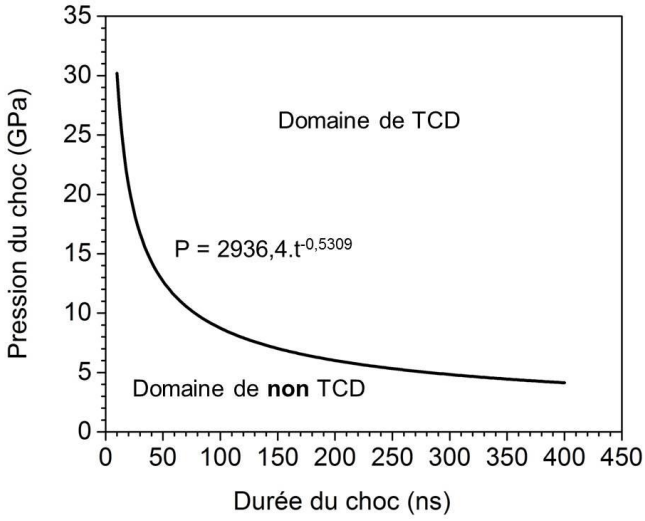


Figure II.8 : Courbe seuil d'amorçage en détonation avec une loi empirique P = f(t) liant la pression du choc P en fonction de la durée du choc t réglée par l'épaisseur du projectile pour de l'octogène (HMX) en composition X1 [II.2].

Les conditions de TCD de l'hexogène (RDX) comprimé à 1,6 g.cm^{-3} recouvert de 1 mm de cuivre est de 2,8 GPa pendant 100 ns lorsqu'il est impacté par un paillet en cuivre de diamètre 20 mm et d'épaisseur 200 µm (0,56 g). Lorsque l'épaisseur du paillet diminue, la durée de choc permettant de transiter en détonation est aussi réduite [II.3].

Les mécanismes d'amorçage d'un explosif secondaire sont complexes et souvent déterminés empiriquement en fonction des explosifs. Une étude théorique simple ne permet donc pas de prédire précisément le seuil d'amorçage pour une multitude de paillet. Etant donné que le choc induit par l'impact d'un paillet est plus long qu'une onde de choc générée par la détonation d'un autre explosif, on privilégiera une forte granulométrie (> 10 µm) plutôt qu'une fine poudre car la littérature suggère qu'une forte granulométrie est plus sensible aux chocs longs et moins intenses [II.4] [II.5].

Dernier point concernant la TCD, cet événement n'est pas instantané et requiert une certaine longueur pour établir le régime de détonation. Une longueur minimale de la charge à amorcer est donc à déterminer en fonction des performances de l'étage de propulsion du paillet.

Comme mentionné en début de section, les explosifs choisis sont le RDX et le HMX car ils sont couramment utilisés en France, notamment dans les applications spatiales. Dassault Aviation dispose de RDX CH0-100 utilisé dans les lignes de transmission pyrotechnique, de forte granulométrie de 0 à 100 µm avec un maximum de la population

(30 %) à 40 µm. Nous utiliserons celui-ci pour nos essais finaux. **Il sera compacté pour obtenir une densité supérieure à 1,5 g.cm^{-3} sur une longueur de 6 mm**.

Malheureusement, nous ne disposons pas de données précises sur le seuil d'amorçage de ce RDX compacté avec différentes densités pour des paillets cylindriques de surface plane de différents diamètres et épaisseur. Nous ne connaissons donc pas la vitesse critique à laquelle on doit propulser le paillet pour assurer l'amorçage en détonation. Nous validerons donc le fonctionnement de notre système en expérimentant l'impact sur le RDX CH0-100 directement et notant s'il y a transition en détonation ou non.

II.6. Le système de propulsion de paillet

II.6.1. Le canon

Le canon est un tube dans lequel le paillet subit sa phase d'accélération. Le canon joue donc un double rôle dans ce système : le rôle d'emporte-pièce d'une part car le paillet est encastré au début du canon et sa zone de rupture correspond au diamètre du canon, et celui de guide durant la phase de propulsion. La pression et la température issues de la combustion de la composition propulsive contenue dans la chambre de combustion s'appliquent sur le paillet puis sur la paroi du canon pendant sa course avant l'impact sur l'explosif. Ainsi le choix du matériau et le dimensionnement de l'épaisseur de la paroi sont importants car le canon doit être capable d'emmagasiner une pression de 6 000 bar et des températures de plus de 3 000 °C. Après inventaire des différents matériaux, nous avons choisi un **acier inoxydable type Z8 CND 17-04 avec un traitement thermique à 1 150 °C** dont la résistance à la rupture R_m est de 900 MPa, avec une résistance élastique, R_e, de 500 MPa. Le diamètre du canon dépend de la configuration : bi-canons ou mono-canon.

Dans le cas de **la solution bi-canon, le diamètre** maximum du canon est de **2,5 mm** et l'épaisseur minimale de la paroi du canon est de 0,5 mm afin que le système rentre dans le volume du cylindre de 6,5 mm (cf Figure II.4). Dans le cas d'un tube dont la paroi est d'épaisseur constante, l'épaisseur limite e_l de la paroi en fonction du diamètre intérieur du tube D et la résistance mécanique R_m est donnée par l'équation :

$$e_l = \frac{P.D}{2.R_m} \qquad \text{Equation II.2}$$

Pour un diamètre de 2,5 mm et une épaisseur de 0,5 mm, la pression limite est de 3 600 bar ce qui est bien inférieur à 6 000 bar. Notre interrogation sur la tenue mécanique des parois est donc bien justifiée.

Dans le cas **de la solution mono-canon le diamètre est de 3,5 mm**, et la paroi est d'épaisseur constante de 1,25 mm. En prenant l'Equation II.2, on estime que la pression maximale admissible est de 6 400 bar, ce qui permet d'être assuré d'un bon maintien mécanique lors du fonctionnement du détonateur.

L'usinage du canon est critique : il doit être régulièrement cylindrique pour ne pas perturber la trajectoire du paillet durant sa course et le diamètre intérieur du canon doit être ajusté très précisément à la taille du paillet afin de limiter au maximum les fuites de gaz issus de la combustion durant la propulsion (cf. Figure II.9). Afin d'assurer la précision de l'usinage nécessaire à l'étanchéité et obtenir un tube « parfaitement » cylindrique nous réaliserons un alésage. La tolérance souhaitée pour l'usinage du canon de diamètre 2,5 mm est + 0,01 mm et pour le diamètre 3,5 mm de + 0,012 mm.

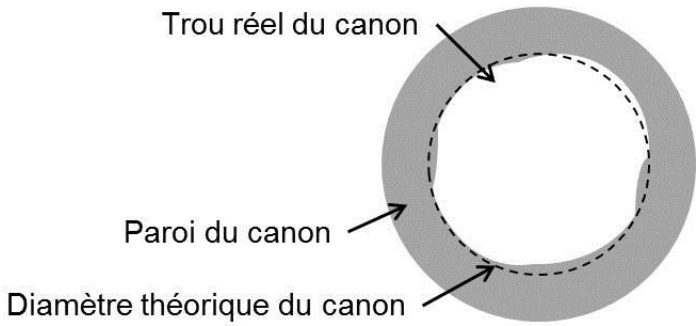


Figure II.9 : Illustration des défauts d'usinage du canon.

La longueur du canon qui détermine la distance d'accélération du paillet, et donc sa vitesse à la sortie, sera ajustée ultérieurement par calcul et expérimentalement. Nous commencerons l'étude avec **un canon de longueur 8 mm** car intégrable dans le système final.

II.6.2. Le paillet

Le paillet est propulsé par la composition pyrotechnique propulsive et impacte l'explosif secondaire pour l'amorcer en détonation. Comme nous l'avons explicité dans la section II.5 de ce chapitre, considérant un petit projectile, la vitesse de ce dernier doit être la plus élevée possible pour garantir le succès de la TCD. Nous avons vu aussi que la surface

d'impact doit être plane et la plus grande possible pour être au-dessus de la vitesse critique d'amorçage. De plus, rappelons que l'épaisseur du projectile a une double influence :

1. au niveau de la durée du choc lors de l'impact,
2. au niveau du guidage lors de la phase de propulsion et donc de la tenue aux fuites de gaz comme le décrit la Figure II.10.

Le paillet est encastré entre le canon et la chambre de combustion, il a le même diamètre que le canon et il sera réalisé en **acier inoxydable Z2 CN 18-10**.

Ainsi, dans la configuration **bi-canons**, le diamètre maximum du paillet sera de **2,5 mm**. Dans le cas de la configuration **mono canon**, le diamètre du paillet sera de **3,5 mm**.

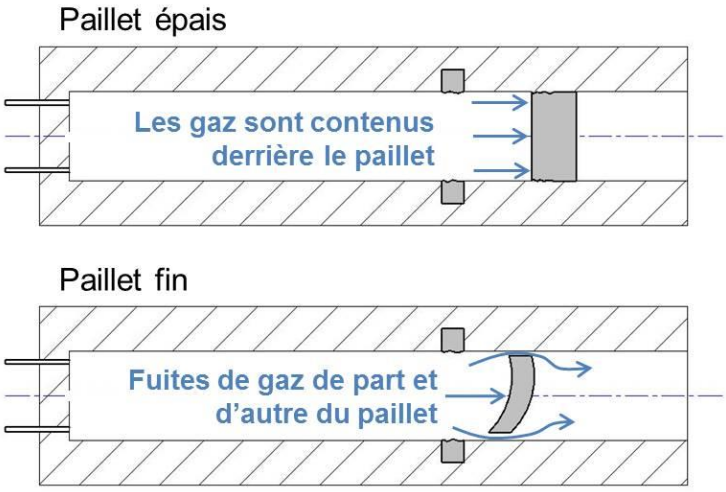


Figure II.10 : Schématisation de la différence entre un paillet épais et un paillet fin lors de la phase de propulsion.

La rupture du paillet est réalisée par cisaillement lors de la montée en pression dans la chambre de combustion. Ainsi, le canon fait office d'emporte-pièce en plus de jouer le rôle de guide. Nous avons décidé de concevoir un paillet comme schématisé sur la Figure II.11 avec une zone de faible épaisseur pour la rupture et une zone, au centre, plus épaisse qui sera propulsée et impactera l'explosif. Cette solution, de dissocier la zone de rupture de celle d'impact permet d'optimiser les deux sections de façon indépendante l'une de l'autre.

La section à rompre sera réglée en fonction de la pression de rupture choisie alors que la section à propulser sera suffisante pour assurer une bonne tenue mécanique pendant sa course dans le canon. Encore une fois, la tolérance mécanique d'usinage entre le canon et le paillet devra être ajustée très précisément pour minimiser les fuites de gaz.

L'épaisseur maximale du paillet est fixée par le diamètre en prenant comme base que le ratio entre l'épaisseur et le diamètre soit inférieur à 0,5 afin de rester dans la théorie d'amorçage par une plaque mince et non par un projectile cylindrique qui demanderait une plus grande vitesse de projectile. **Dans la configuration bi-canons l'épaisseur du paillet sera de 1 mm et de 1,5 mm dans la configuration mono-canon.**

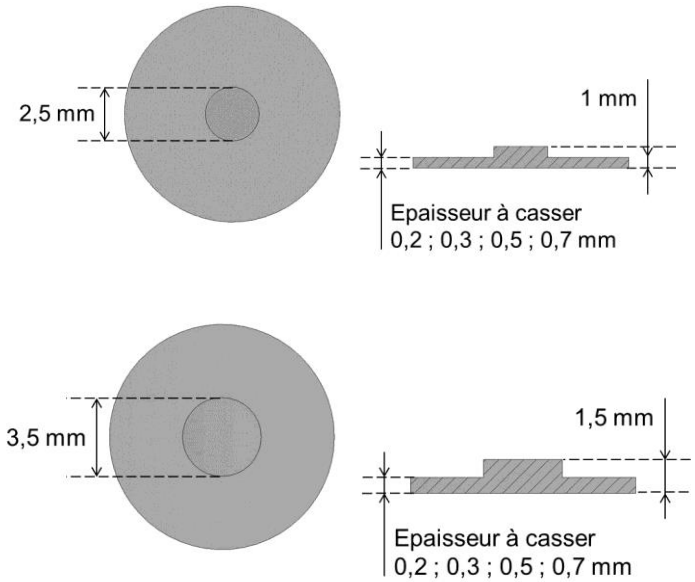


Figure II.11 : (en haut) Schéma et dimensions du paillet pour la solution bi-canons ; (en bas) Schéma et dimensions du paillet pour la solution mono-canon.

L'objectif est de rompre le paillet par cisaillement de manière circulaire en suivant le contour du canon. La pression de rupture circulaire (P_{rupt}) en cisaillement en fonction de la limite de rupture du matériau (R_m) et de ses dimensions et donnée par la relation par l'Equation II.3. Il s'agit d'une équation adapté à une rupture en statique bien qu'il s'agisse en réalité d'une rupture dynamique. Une équation zéro-dimensionnelle est donc utilisée permettant d'obtenir un ordre de grandeur de la pression de rupture à défaut de pouvoir mener pendant ces travaux de thèse une simulation numérique en dynamique rapide modélisant la rupture du paillet.

$$P_{rupt} = \frac{R_m}{2.S}.\pi.d.e \qquad \text{Equation II.3}$$

Avec d, e, R_m et S, le diamètre, l'épaisseur, la limite de rupture du paillet et la surface d'application de la pression, respectivement. Nous avons choisi quatre épaisseurs

de section à casser : 0,2 mm, 0,3 mm, 0,5 mm et 0,7 mm. Pour chacune de ces épaisseurs, les pressions de rupture sont calculées pour les configurations bi-canons et mono-canon et reportées dans le Tableau II.2.

Tableau II.2 : Pressions de rupture du paillet en fonction de l'épaisseur de la section à casser.

Epaisseur à casser e (mm)	P_{rupt} (bar) Inox Z2CN 18-10 R_m = 550 MPa d = 2,5 mm	P_{rupt} (bar) Inox Z2CN 18-10 R_m = 550 MPa d = 3,5 mm
0,2	714	629
0,3	1 320	943
0,5	2 200	1 571
0,7	3 080	2 200

La pression de rupture est un paramètre important car il détermine la pression à partir de laquelle le projectile est mis en mouvement dans le canon. En considérant que la pression dans la chambre augmente linéairement après détachement du paillet et durant sa course dans le canon, cela revient à supposer que les gaz issus de la combustion compensent le volume induit par le déplacement du paillet. La pression dans la chambre de combustion s'écrit alors :

$$P(t) = \alpha.t + P_{rupt} \qquad \text{Equation II.4}$$

En prenant α = 5 000 MPa.ms^{-1} (issue de la combustion de RDX comme nous le verrons dans le chapitre IV), et en prenant les valeurs des pressions de rupture données dans le Tableau II.2, la vitesse du paillet au bout de 8 mm de course dans le canon varient entre 609 m.s^{-1} et 868 m.s^{-1} pour un diamètre de 2,5 mm et entre 512 m.s^{-1} et 631 m.s^{-1} pour un diamètre de 3,5 mm (cf Tableau II.3). On note que l'énergie cinétique est notée entre parenthèse dans le Tableau II.3 est en moyenne 1,85 fois plus importante dans la configuration mono-canon que bi-canons.

Tableau II.3 : Vitesses à la sortie d'un canon de 8 mm pour une pression augmentant linéairement à 5 000 MPa.ms^{-1} et pour différentes caractéristiques du paillet.

Epaisseur à casser e (mm)	Vitesse (m.s^{-1}) d = 2,5 mm (Energie cinétique)	Vitesse (m.s^{-1}) d = 3,5 mm (Energie cinétique)
0,2	609 (7,2 J)	519 (15,4 J)
0,3	672 (8,8 J)	541 (16,7 J)
0,5	772 (11,6 J)	592 (20,1 J)
0,7	868 (14,7 J)	647 (24,0 J)

II.6.3. La chambre de combustion

La chambre de combustion située entre le PyroMEMS et le paillet, contient la substance pyrotechnique propulsive. Les dimensions de la chambre de combustion seront fonction du type de solution bi-canons ou mono-canon, mais aussi du type de substance pyrotechnique propulsive choisi, puisque le volume de la chambre de combustion fixe le volume de cette dernière. Dans la configuration finale, le paillet sera solidaire de la chambre de combustion afin de limiter le nombre de pièces et les risques de fuite entre la chambre et le paillet. Le matériau de la chambre sera donc un **acier inoxydable Z2 CN 18-10.**

Dans le cas de **la solution bi-canon**, le diamètre de la chambre de combustion est restreint à **un diamètre de 2,5 mm** pour être aligné au canon et au paillet. Cela implique que lors de l'assemblage, il faudra parfaitement aligner les trois pièces. La longueur maximale disponible pour la chambre de combustion est de 9 mm, mais il est préférable de minimiser la longueur de la chambre de combustion afin de réduire la quantité de substance pyrotechnique contenue dans le système et limiter aussi l'encombrement du détonateur. Trois différentes longueurs de chambre seront étudiées dans ces travaux de thèse, afin d'analyser l'influence de la masse de substance pyrotechnique sur les performances du système de propulsion : 4 mm, 6,5 mm et 9 mm. Les volumes des chambres ainsi proposées

sont : **19,6 mm^3, 32 mm^3 et 44 mm^3**. Dans la même démarche que pour le calcul de la pression maximale admissible dans le canon (Equation II.2), la pression dans la chambre du système bi-canons est de 2 200 bar. Cette pression est sous-estimée car il s'agit de la pression de rupture d'un cylindre dont l'épaisseur est constante avec l'épaisseur la plus fine de la chambre (0,5 mm).

Dans le cas de **la solution mono-canon, le diamètre de la chambre de combustion est de 4 mm.** Ce diamètre est légèrement plus grand que celui du paillet et du canon afin de faciliter l'assemblage en donnant un peu de marge. La **longueur est fixée à 5 mm** ce qui représente un volume de **63 mm^3**. La pression maximale admissible dans cette chambre est calculée à ~ 4 000 bar.

II.6.4. La composition pyrotechnique propulsive

Le choix de la substance pyrotechnique propulsive est un paramètre clé des performances du détonateur. Comme nous l'avons vu, elle doit être initiable en combustion par la flamme du PyroMEMS, et sa combustion doit générer une pression suffisante sur le paillet pour le rompre et l'accélérer à travers le canon. Nous avons opté pour explorer deux types de matériaux avec deux stratégies différentes.

La première option est l'exploration de mélange de type nanothermite : cette stratégie est la plus exploratoire et risquée puisque aucun travail équivalent n'a été proposé dans la littérature. Cette option a été motivée par le fait que certaines compositions génèrent des gaz (cf Tableau II.4) à haute température même si leur caractéristique principale n'est pas la génération de gaz mais de chaleur puisque la température de réaction adiabatique peut atteindre 3 200 °C. De plus, l'option d'un dispositif tout nanothermite (PyroMEMS et charge propulsive) est séduisante et innovante car les nanothermites sont des compositions non classées pyrotechniques aujourd'hui. Donc à partir des différents couples caractérisés et reportés dans le tableau de Fisher [II.6], quatre d'entre eux seront explorés en tant que générateurs de gaz : Al / CuO, Al / MoO_3, Al / Bi_2O_3 et Al / PTFE. Les résultats de cette étude sont détaillés dans le Chapitre III.

Tableau II.4 : Tableau de Fischer et Grubelich des énergies théoriques de réaction de différents couples de thermites, avec la température de réaction adiabatique et la proportion théorique de gaz [II.6].

Couple Réducteur / Oxydant	Rapport stœchiométrique massique (Al / Oxydant)	Température adiabatique (K)	Enthalpie de réaction massique ($kJ.g^{-1}$)	Proportion de gaz ($kg(gaz).kg^{-1}$)
Al / MnO_2	1 / 2,147	2 918	4,85	0,4470
Al / CuO	1 / 4,422	2 843	4,08	0,3431
Al / Fe_2O_3	1 / 2,959	3 135	3,96	0,0784
Al / NiO	1 / 4,454	3 187	3,44	0,0063
Al / TiO_2	1 / 2,221	1 752	1,53	0,0000
Al / WO_3	1 / 4,296	3 253	2,92	0,1463
Al / Bi_2O_3	1 / 8,630	3 253	2,12	0,8941
Al / MoO_3	1 / 8,000	3 253	4,71	0,2473

La seconde option, moins risquée est l'utilisation d'un explosif secondaire tel que le RDX. En effet le RDX, s'il est initié par une flamme se décompose dans un régime de déflagration. L'ordre de grandeur de Transition Déflagration / Détonation est de 100 mm dans un espace confiné initié par une combustion, ce qui est supérieur à la longueur totale du dispositif. Le RDX est connu pour générer une grande quantité de gaz lors de sa décomposition, 900 $L.kg^{-1}$, ce qui en fait une option idéale pour propulser le paillet. Cependant un travail de caractérisation et d'adaptation sera nécessaire pour que la charge de RDX soit initiée très rapidement par la flamme du PyroMEMS. Nous proposons de concevoir une composition relai intermédiaire à base de nanothermite, que l'on nommera charge d'allumage, pour interfacer le RDX avec le PyroMEMS afin que le RDX se décompose dans un régime de déflagration très rapidement permettant de générer une impulsion de pression très rapide. En effet, la rampe de pression (α de l'Equation II.4) est très important pour la mise en vitesse du paillet. A titre illustratif, pour un paillet en inox de section à casser 0,5 mm et un diamètre de 2,5 mm, la vitesse du paillet au bout de 8 mm de canon est donnée dans le Tableau II.5, pour différentes rampes de pression α : 500 $MPa.ms^{-1}$, 5 000 $MPa.ms^{-1}$ et 50 000 $MPa.ms^{-1}$.

Tableau II.5 : Estimation de la vitesse de propulsion d'un paillet en inox à la sortie du canon de 8 mm de long et pour différentes rampes de pression.

Rampe de pression dans la chambre de combustion (α) ($MPa.ms^{-1}$)	500	5 000	50 000
Vitesse du paillet ($m.s^{-1}$)	679	772	1 266

Nous voyons facilement par ce calcul rapide et simplifié que la capacité de la composition pyrotechnique à générer une impulsion de pression forte et rapide est très importante pour notre application. Pour maximiser la vitesse du paillet, il faut donc une vitesse de combustion importante de la composition pyrotechnique propulsive et une pression maximale élevée.

Dans l'optique de réaliser le détonateur, il faut donc que la nanothermite ou le RDX soit capable de générer une pression de plusieurs milliers de bar (> 5 000 bar) en moins de 100 µs, pour atteindre des rampes de montée en pression d'au moins 5 000 $MPa.ms^{-1}$.

II.7. Le PyroMEMS

En début de thèse, j'ai hérité d'un initiateur PyroMEMS (Version initiale V1), dont la conception avait été proposée et le procédé de fabrication développé par G. Taton [II.7]. Cependant des défaillances ont été observées lors des tests des puces PyroMEMS ainsi fabriquées. Dans l'objectif de disposer d'un dispositif robuste, fiable et plus facilement industriable, nous avons modifié certains éléments de conception et nous avons amélioré le procédé de fabrication en le simplifiant notamment.

Cette section retrace ce travail. D'abord nous présentons rapidement les éléments clés du PyroMEMS V1 et les choix de conception initiaux ainsi que les étapes de fabrication.

Sur cette base, nous détaillerons les éléments du PyroMEMS source de défaillance qui ont fait l'objet d'une modification ou amélioration pour aboutir au PyroMEMS V2 qui est aujourd'hui utilisé par Dassault Aviation.

Le PyroMEMS tel que conçu en 2013 (Figure II.12) comprend quatre éléments clés :

- un dépôt de nanothermite Al / CuO qui produit la flamme,
- une membrane polymère, support isolant thermique,
- un filament en titane et deux contacts en or, constituant le filament d'initiation,
- un substrat en silicium

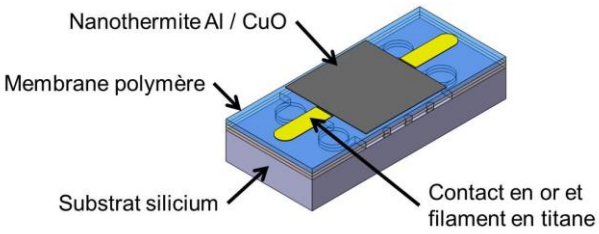


Figure II.12 : Schéma d'un PyroMEMS.

Outre le laminage de la membrane polymère, le procédé de fabrication est exclusivement réalisé à partir d'étapes issues des technologies de microélectronique (dépôt en phase vapeur, gravure chimique et recuits) dont l'étape centrale est la photolithographie.

II.7.1. Eléments de conception du PyroMEMS V1

La conception du PyroMEMS a été guidée par les contraintes de l'IFI, notamment son encombrement, sa capacité à initier une charge pyrotechnique à travers une barrière de sécurité et sa ressource limitée en énergie électrique. Cela a permis de dimensionner les principaux éléments constituants : la nanothermite, le filament et la membrane polymère. Le substrat silicium n'est qu'un support mécanique.

a. La nanothermite

La couche énergétique est un élément clé car elle doit s'initier et produire une flamme avec 99,998 % de réussite et assurer un temps de fonctionnement de l'IFI inférieur à 4 ms. En couche mince, seules les technologies de dépôt par pulvérisation cathodique de Al / CuO disponibles au LAAS peuvent répondre au besoin car c'est un couple très énergétique cf Tableau II.4) dont la réactivité est réglable en ajustant les épaisseurs des couches [II.8].

Le choix s'est donc tourné vers un dépôt de Al / CuO en couches minces d'épaisseur totale 4,5 µm imposé par la limite de notre équipement et du procédé de dépôt par

pulvérisation cathodique. L'épaisseur de chacune des couches a été optimisée au cours de ces travaux de thèse.

b. Le filament

Le filament a pour rôle d'initier la réaction de la nanothermite par effet Joule sous l'effet du passage d'un courant électrique. La source de courant est une super capacité n'autorisant qu'une faible quantité d'énergie et de puissance, le filament a donc été dimensionné pour avoir une résistance électrique de 70 Ω, afin de pouvoir initier la nanothermite en moins de 1 ms avec un courant de 350 mA.

Le titane a été choisi lors de la précédente thèse car il est apparu être le meilleur compromis entre contrainte mécanique, résistivité et coût. En effet le Tableau II.6 donne ces trois caractéristiques pour trois différents matériaux résistifs disponibles au LAAS en couche mince. Notons pour l'analyse du tableau, qu'une contrainte supérieure à 200 MPa est jugée trop élevée pour que le dépôt adhère correctement et ainsi assurer une tenue mécanique du composant suffisante pour l'intégration.

Tableau II.6 : Analyse des matériaux disponibles au LAAS pour réaliser le filament.

Matériau	Titane Ti	Nichrome Ni / Cr	Platine Pt
Résistivité électrique (Ω.m)	$3{,}8.10^{-7}$	$1{,}08.10^{-6}$	$1{,}11.10^{-7}$
Epaisseur testée (nm)	370	100	160
Contrainte mécanique (MPa)	163	877	955
Coût pour 100 nm hors amortissement machine en Juillet 2016	1,25	1,12	95,57
Analyse	Peu coûteux Peu contraint	Trop résistif Trop contraint	Trop contraint Trop coûteux

Le titane présente de bonnes performances mécaniques (faible contrainte interne, bonne adhérence sur les substrats même en polymère, résistance mécanique importante), une température de fusion élevée et un faible coût.

Sur le PyroMEMS, le titane couvre une surface de 1 mm^2 avec une forme de serpentin comme le montre la Figure II.13. La résistance théorique du filament est de 70 Ω mais la **valeur mesurée sur le PyroMEMS est de 55 Ω** pour une **épaisseur de 300 nm**. Cette différence s'explique par la résistivité du titane déposé en couche mince qui diffère par rapport à la valeur théorique d'un matériau solide, dit « bulk ».

Figure II.13 : (à gauche) Schéma du filament et des contacts en or déposés sur une membrane polymère avant le dépôt de nanothermite ; (à droite) Photo du filament en titane réalisé selon le procédé développé dans la thèse de G. Taton.

c. La membrane polymère

La nanothermite et le filament sont déposés sur un support. Afin d'optimiser les performances énergétiques de la nanothermite et éviter des pertes thermiques lors de la transformation du courant électrique en effet Joule dans le filament, le support doit être isolant thermiquement. Deux options ont été explorées lors de la thèse précédente : un support en verre (λ = 1,2 $W.m^{-1}.K^{-1}$) et un support en polymère (λ < 0,4 $W.m^{-1}.K^{-1}$) séparé par un lame d'air du substrat silicium. A faible courant d'initiation (0,5 A), le temps d'initiation sur verre est de 66 ms contre 0.07 ms sur la membrane polymère. C'est donc la solution en membrane polymère qui a été retenue sans évaluer les problèmes technologiques ou d'intégrations possibles.

Ainsi une structure suspendue en résine époxy SU8 avec un film polymère autocollant a été mise au point tirant profit des technologies utilisées en microfluidique développées au sein de notre équipe de recherche [II.9]. Une lame d'air isolante est ainsi créée entre le filament et le substrat en silicium.

Le film polymère autocollant est un élément critique dans le procédé de fabrication qui impose des contraintes strictes. Il doit tenir à des températures supérieures à 120 °C, résister aux solvants organiques de type acétone (au moins 1 h) et aux bases comme la solution commerciale « MF CD 26 » utilisée dans le procédé de fabrication du PyroMEMS. Il

ne doit pas dégazer lors de sa mise sous vide pour le dépôt du filament, des contacts et de la nanothermite. Il ne doit pas générer d'espèces polluantes comme des hydrocarbures, de l'oxyde de carbone, de l'ammoniac, du toluène. Enfin, son état de surface doit être très plan avec une rugosité inférieure à 1 µm et une composition chimique de surface compatible avec des dépôts de métaux comme le titane et l'oxyde de cuivre avec lesquels il sera en contact. Une non compatibilité peut induire une modification de la nature du Ti ou du CuO, ou une non adhérence de ceux-ci.

Dans la thèse précédente, un film PET ARClear a été choisi respectant parfaitement ce cahier des charges mais son utilisation s'est avérée non compatible avec une industrialisation car sa fabrication s'est arrêtée en 2014. C'est donc un élément de la puce que j'ai retravaillé pour trouver et mettre en place un matériau polymère isolant thermique répondant aux contraintes ci-dessus rappelées et dont la production est assurée sur le long voire très long terme.

II.7.2. Résumé du procédé de fabrication du PyroMEMS V1

a. Fabrication de la membrane polymère

La fabrication du PyroMEMS est réalisée en salle blanche à partir d'un substrat silicium SiP 4 pouces de 525 µm d'épaisseur. Ce substrat est nettoyé par un plasma O_2 sous 800 W durant 5 min. Le plasma O_2 prépare la surface du silicium en créant des liaisons O-H ce qui permet une meilleure adhérence de la résine époxy qui servira à créer les piliers de la membrane.

Ensuite, 100 µm de résine épaisse époxy photosensible type SU8 3050 MicroChem est déposé sur ce substrat préparé par « spin-coating », c'est-à-dire une enduction par force centrifuge à la tournette. La mise en forme des piliers et de la membrane se fait par double insolation aux UV (365 nm puis 320 nm de longueur d'onde). Comme le montre la Figure II.14, la première insolation met en forme la résine SU8 au travers d'un premier masque définissant les piliers. La seconde insolation met en forme les 25 µm supérieurs de la résine grâce à l'utilisation d'une longueur d'onde spécifique de 320 nm au travers d'un deuxième masque définissant la membrane. Ce procédé de double insolation développé au LAAS pour structurer des résines sur plusieurs niveaux [II.9] [II.10], joue sur les longueurs d'onde des UV pour pénétrer plus ou moins dans la résine. La transmission de la lumière de la résine est faible à 320 nm et ne pénètre qu'à une profondeur de 25 µm.

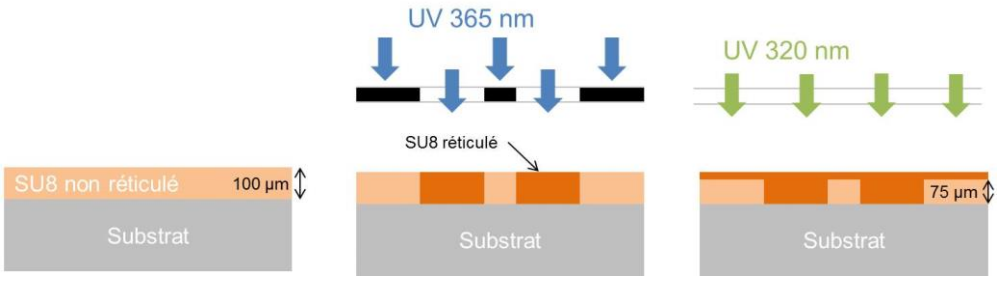


Figure II.14 : Schématisation du procédé de double insolation de la résine photosensible SU8 pour la formation des membranes SU8 sur piliers.

Après la double insolation consécutive ; les parties non insolées aux UV ne réticulent pas et les parties insolées réticulent. Cette étape est réalisée par un recuit à 95 °C sous des conditions optimisées dans un précédent travail schématisées sur la Figure II.15. La dernière étape est la dissolution de la SU8 non réticulée dans un bain de solution commerciale appelée « SU8 Developer » durant 10 h.

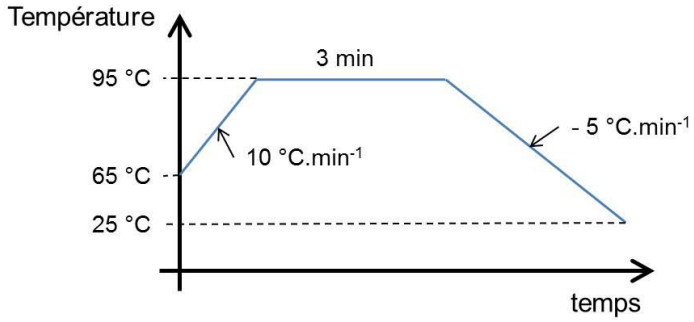


Figure II.15 : Profil de température pour l'étape de recuit de la résine époxy SU8 de 100 µm d'épaisseur après insolation aux UV.

Les membranes ainsi obtenues en résine époxy sont des motifs rectangulaires de 4 mm × 2 mm et 100 µm d'épaisseur séparés par les lignes de découpe de 400 µm de large. Ainsi, la planéité du substrat n'est plus respectée pour poursuivre les étapes de fabrication qui consiste en des étapes de photolithographie et des dépôts de films minces.

Alors le film PET autocollant (ARClear DEV 8796) est laminé sur les membranes SU8, rendant la surface plane. Ce dernier est composé d'une surface autocollante de 25 µm d'épaisseur en adhésif acrylique et d'une couche de 75 µm de polyéthylène téréphtalate (PET). L'état de surface de ce film PET analysé par le CNES de Toulouse est donné sur la Figure II.17. La rugosité est inférieure à 22 nm mais des pics de ~ 350 nm sont présents aléatoirement sur la surface. L'étape de laminage qui permet de coller par le passage entre

deux rouleaux sous 3 bar le film PET sur la membrane SU8 est schématisée sur la Figure II.16.

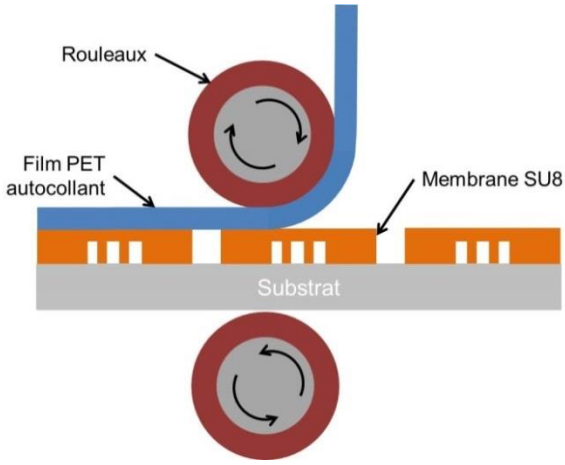


Figure II.16 : Schéma de principe du laminage du film PET autocollant.

Après cette étape, la mesure au profilomètre mécanique (KLA Tencor P16+) de la variation de la hauteur sur la surface est inférieure à 1 µm sur trois PyroMEMS. La surface est suffisamment plane pour poursuivre les autres étapes de photolithographie.

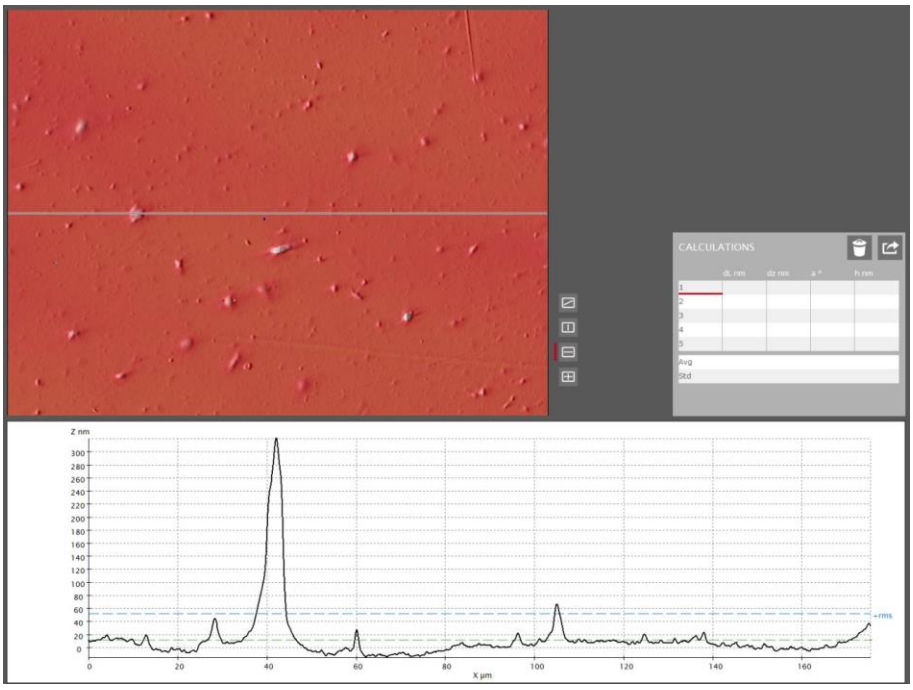


Figure II.17 : Image de la surface du film PET et le profil de sa surface au niveau du trait sur l'image (réalisé au CNES Toulouse).

L'étape suivante est le dépôt et la structuration du filament résistif en Ti par « Lift-Off ».

b. Dépôt et mise en forme du filament et de ses contacts

Le procédé « Lift off », décrit sur la Figure II.18 consiste en une enduction avec une résine AZ NLOF 2035 suivi d'un recuit à 110 °C pendant 90 s destiné à évaporer le solvant de la résine. La résine est ensuite insolée aux UV (365 nm) au travers du masque définissant le filament. Un deuxième recuit à 110 °C pendant 90 s permet de réticuler les zones insolées avant de dissoudre les zones non insolées de la résine (révélation).

Une caractéristique du procédé « Lift-Off » est l'obtention de flans trapézoïdaux sur les motifs de résine permettant alors à l'acétone de décoller le restant de résine après dépôt de 300 nm de titane par évaporation.

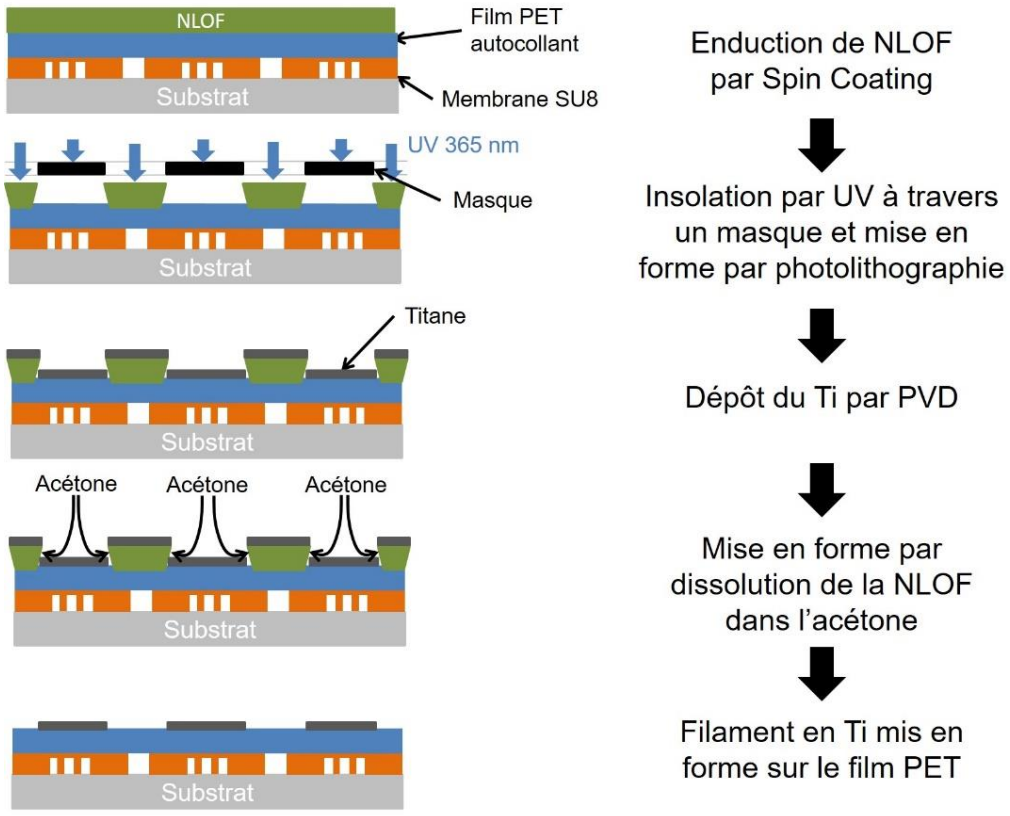


Figure II.18 : Schéma de principe du procédé de mise en forme par Lift-off du filament en titane.

L'étape qui suit la réalisation du filament en Ti est le dépôt d'or pour réaliser les contacts électriques. L'or est le matériau choisi pour réaliser les plots de contacts électriques sur le PyroMEMS pour les raisons suivantes : son coût élevé n'est pas pénalisant ici car la

surface des contacts est très petite (0,29 mm²) et l'épaisseur déposée est ~ 300 nm permettant le câblage par wire bonding. Le dépôt d'or est mis en forme par Litf-off comme pour le Ti.

Une couche d'accroche de 20 nm en Ti est cependant déposée juste avant l'évaporation des 300 nm d'or (dans la même chambre de dépôt) car ce dernier n'adhère pas sur les surfaces oxydées ce qui est le cas du Ti du filament qui a vu l'air ambiant. Notons que classiquement un recuit à 300 °C pendant 30 min est réalisé en microélectronique pour assurer un contact ohmique entre l'or et les matériaux inférieurs. Ici, compte tenu de la présence de la membrane, ce recuit sera réduit à 150 °C et 40 min.

Cette étape présente une faiblesse pour l'industrialisation qui est l'oxydation non maîtrisée de la surface de Ti à l'air ambiant.

c. Dépôt et mise en forme de la nanothermite multicouches

La LAAS a mis au point un procédé de dépôt de multicouches Al / CuO de différentes épaisseurs par pulvérisation cathodique continue [II.11] [II.8] [II.12]. Le procédé consiste en deux étapes consécutives séparées par un temps de repos de 30 min :

1. le dépôt de CuO est réalisé sous plasma Ar avec 20 % d'O_2 à partir d'une cible de cuivre pur à 99,999 %.
2. le dépôt d'Al est réalisé sous plasma Ar à partir d'une cible d'aluminium pur à 99,999 %.

Le détail du procédé de dépôt de CuO et d'Al par pulvérisation cathodique est donné en annexe (cf ANNEXE 1). L'aluminium et l'oxyde de cuivre sont déposés sous vide dans la même chambre de dépôt comme le montre la Figure II.20. Classiquement l'épaisseur du bi-couches (Al + CuO) est stable entre 150 nm et 1 µm avec une précision de ± 5 nm. Pour être dans les conditions stœchiométriques[1], l'épaisseur de CuO est le double de celle d'Al. Ce procédé est maitrisé et la réactivité du matériau est réglée en fonction de l'épaisseur du bi-couches Al / CuO. En effet, comme le montre la Figure II.19, la vitesse de combustion varie entre 1,2 $m.s^{-1}$ et 90 $m.s^{-1}$ en réglant l'épaisseur du bi-couches entre 2 µm et 30 nm. Pour l'initiateur, le meilleur compromis entre réactivité, sensibilité et stabilité de la nanothermite a été fixé par G. Taton à 300 nm : 100 nm d'Al et 200 nm de CuO. Ainsi sur le PyroMEMS 15 bi-couches Al / CuO sont déposées par pulvérisation cathodique et structurées par Lift-off pour définir un carré de 1,6 mm de côté.

[1] Voir le Chapitre III pour les détails

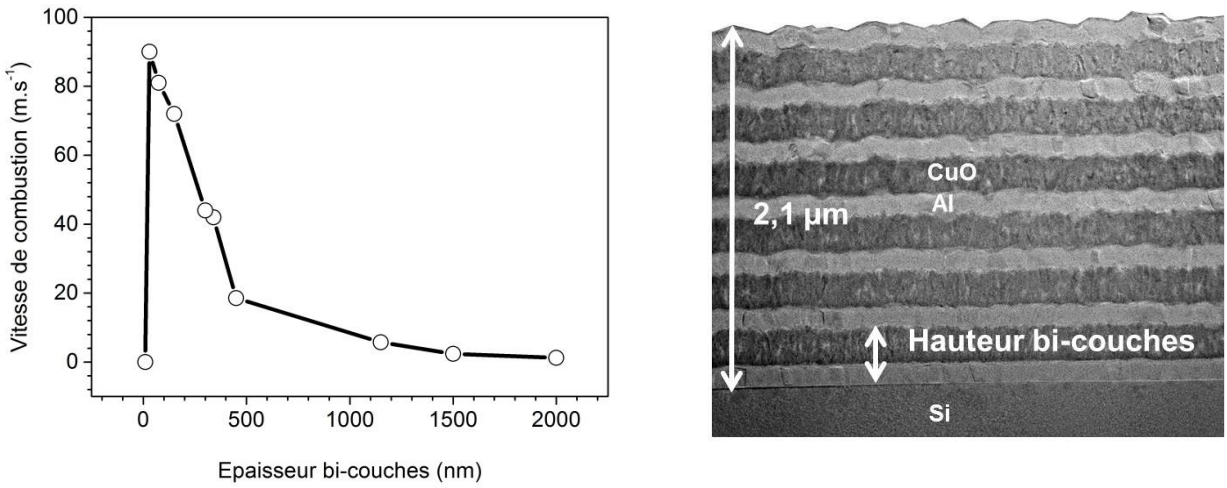


Figure II.19 : (à gauche) Courbe de la vitesse de combustion en fonction de l'épaisseur d'un bi-couches pour une hauteur de nanothermite de 2,1 µm constante ; (à droite) illustration d'un bi-couches sur un dépôt de 2,1 µm.

Cependant la puissance optimale de la nanothermite (en termes de chaleur et de vitesse de combustion) est obtenue dans les conditions 200 nm CuO et 200 nm Al qui sera donc une des évolutions du PyroMEMS au cours de mon travail.

Notons que la première couche déposée est du CuO car il est isolant et donc permet d'éviter l'ajout d'une couche mince d'oxyde de silicium ou de nitrure de silicium pour isoler électriquement le filament de la nanothermite.

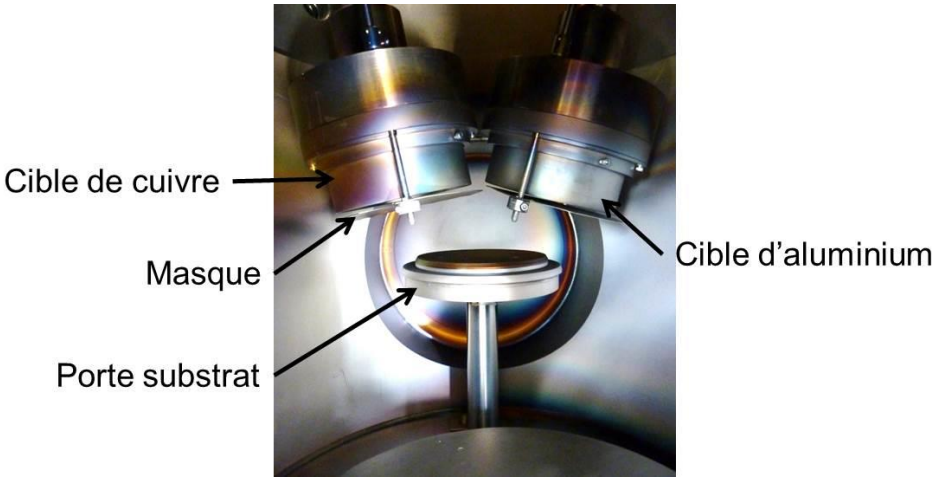


Figure II.20 : Photo de l'intérieur du bâti de dépôt par pulvérisation cathodique montrant les cibles de cuivre, d'aluminium et le porte substrat.

Après le dépôt et la mise en forme de la nanothermite, le substrat contenant les 1 000 PyroMEMS est découpé à l'aide d'une scie diamanté (DAD 321) pour obtenir des puces individuelles. Le substrat est placé sur un film autocollant pour assurer le maintien pendant la découpe. La scie de 250 µm d'épaisseur tourne à 3 000 $tr.min^{-1}$ et se déplace à 1 $mm.s^{-1}$ lors de la découpe qui se fait sous arrosage d'eau dé-ionisée. Les PyroMEMS sont prêts à l'emploi dès que la découpe est terminée.

d. Résumé des étapes de fabrication des PyroMEMS V1

Le procédé du PyroMEMS tel que je l'ai hérité en début de thèse comprend 7 étapes. Après chaque étape, une vérification des paramètres est réalisée : épaisseur et caractéristiques physiques ou électriques des couches déposées (Tableau II.7).

En combinant de façon optimale les étapes de fabrication dans le temps, il faut 6 jours pour réaliser 1000 PyroMEMS par substrat. Le rendement de fabrication, c'est-à-dire le nombre de puces fonctionnelles sur le nombre de puces totales, est de 99 %. Une photo de deux PyroMEMS ainsi fabriqués est donnée sur la Figure II.21.

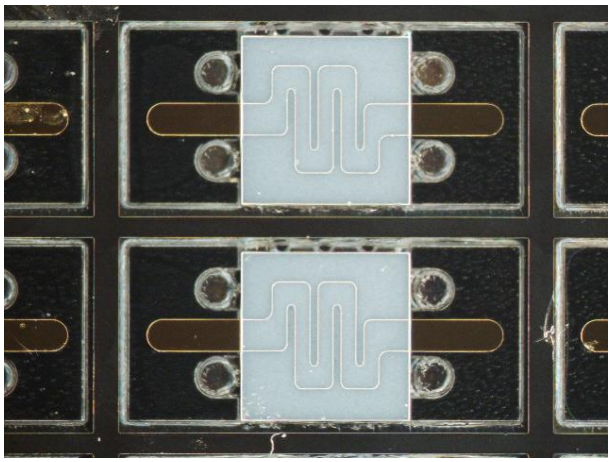
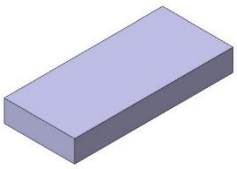
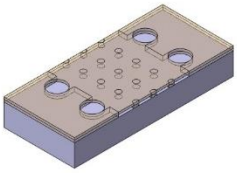
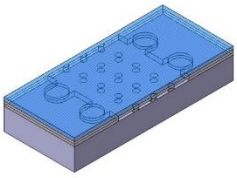
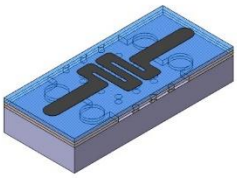
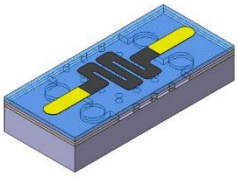
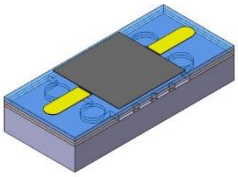


Figure II.21 : Photos de PyroMEMS V1 réalisés avec le procédé de fabrication initial.

Tableau II.7 : Synthèse des principales étapes de fabrication des PyroMEMS V1 et des paramètres vérifiés à chaque étape.

Schéma illustrant l'état d'un pyroMEMS après réalisation de l'étape	Action principale réalisée durant l'étape	Paramètres vérifiés
	Nettoyage du substrat Silicium 4 pouces de 525 µm d'épaisseur **1 étape : 0,25 h**	Aucun
	Structuration d'une membrane en résine époxy SU8 pour réaliser la lame d'air isolante thermiquement afin d'optimiser la réaction de la puce d'initiation **2 étapes : 24 h (2 jours)**	Mesure de l'épaisseur au profilomètre mécanique : **100 μm ± 10 μm** Vérification de la dissolution de la résine non réticulée au microscope
	Laminage d'un film PET autocollant ARClear DEV 8796 **1 étape : 0,25 h**	Vérification visuelle Mesure de la planéité au profilomètre mécanique : **< 1 μm**
	Dépôt de Ti 300 nm par évaporation, et structuration **1 étape : 6 h**	Mesure de l'épaisseur au profilomètre mécanique du Ti : **300 nm ± 5 nm**
	Dépôt de Ti 20 nm + Au 300 nm par évaporation, et structuration **1 étape : 6 h**	Mesure de l'épaisseur au profilomètre mécanique du Ti + Au : **620 nm ± 15 nm** Mesure de la résistance du filament : **60 Ω ± 8 Ω**
	Dépôt de la nanothermite Al / CuO (15 bi-couches de 100 nm / 200 nm) par pulvérisation cathodique et structuration. **1 étape : 24 h (1 jours)**	Mesure de l'épaisseur au profilomètre mécanique de la nanothermite : **4 200 nm ± 100 nm** Mesure de l'intensité lumineuse de la flamme lors de la réaction (cf section II.7.4)

II.7.3. Fiabilisation du procédé de fabrication

Malgré ces bons résultats, comme mentionné au cours de la description du procédé, nous avons identifié des éléments de faiblesse pour chacun des éléments clé du PyroMEMS qui peuvent amener des fragilités en cours de fonctionnement, de stockage de la puce ou engendrer des problèmes de fabrication, notamment lors du transfert industriel. Durant les premiers mois de ma thèse, un travail de simplification, de fiabilisation, de réduction des coûts et facilitation d'industrialisation du PyroMEMS a donc été proposé et développé. Chacune des parties clés du composant (la membrane, le filament et la nanothermite), a été revue et améliorée.

a. Analyse et amélioration de la membrane

La commercialisation du film PET autocollant ARClear DEV8796 pour des applications de protection d'écrans tactiles s'est arrêtée en 2014. Le fabriquant n'avait pas ce produit en stock et une relance de fabrication était inenvisageable car les quantités requises sont non compatibles avec les faibles quantités nécessaires pour couvrir notre application. Le remplacement de ce produit par un produit plus pérenne a donc été étudié. Deux solutions sont envisagées :

1. Trouver un autre fabriquant de film PET équivalent.
2. Trouver un autre film polymère répondant aux contraintes exposées par le processus présenté dans la section II.7.1.c.

Rappellons ici les principales propriétés du PET ARClear DEV 8796 :

- conductivité thermique comprise entre 0,15 $W.m^{-1}.K^{-1}$ et 0,4 $W.m^{-1}.K^{-1}$
- Rugosité en surface : 22 nm (< 1 µm)
- Tenue au solvant : 1 h dans l'acétone
- Tenue aux températures : > 120 °C

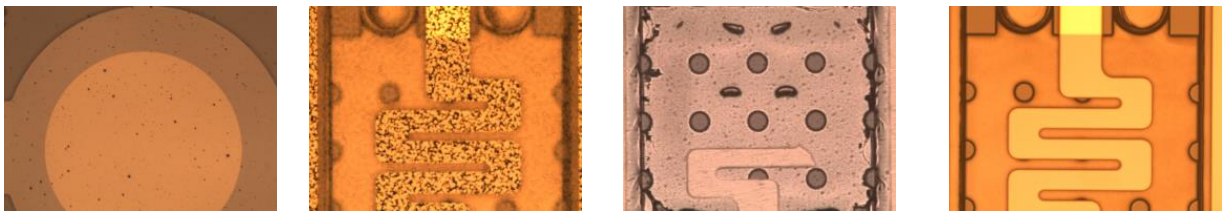
α. Films PET autocollant

Plusieurs films PET ont été analysés ; certains ne disposaient pas de face autocollante et dans ce cas un film adhésif double face (ARCLAD) a été utilisé. Ci-après sont listées les différentes solutions explorées pour remplacer le PET ARClear DEV 8796 :

- HIFI Industrial Film PMX727 50 µm + ARCLAD Double face
- 3M Optically Clear Adhesive (OCA) 8211 25,4 µm sur le PET Liner 50,8 µm
- SigmaGraph Shield AG² 130 µm auto-adhésif
- LINTEC A116-75K2P 75 µm HC + OCA 25 µm

Les films PET testés n'ont pas été convaincants comme le montre les photos de chaque réalisation après dépôt de titane et de l'or sur la Figure II.22. Le film HIFI Industrial Film PMX727 50 µm possède une mauvaise tenue à l'acétone et se déforme en surface après le bain du « Lift-Off ». La surface du film SigmaGraph Shield AG² est trop rugueuse pour notre application comme en témoigne l'image (b) de la Figure II.22. Le titane et l'or n'ont pas adhéré sur le film 3M OCA 8211 et l'adhésif ne résiste pas très bien à l'acétone car il se dissout et par conséquent perd l'adhérence. Le seul film PET ayant donné les mêmes résultats que le PET ARClear est le LINTEC provenant du Japon et malheureusement non compatible avec les applications spatiales Européennes. Il présente aussi l'inconvénient d'un minimum de commande de 3 000 m² pour une somme de 90 k€ minimum, ce qui n'est pas compatible avec la production de ~ 10 substrats 4 pouces par an soit 79 cm² par substrat soit moins de 0,08 m².

En résumé, aucun film PET testé ne satisfait notre besoin et notre cahier des charges.



(a) (b) (c) (d)

Figure II.22 : Photos des surfaces du dépôt de Ti et d'Au sur le film (a) HIFI Industrial Film PMX727 ; (b) SigmaGraph Shield AG² ; (c) 3M OCA 8211 ; (d) LINTEC A116-75K2P.

β. Film Kapton et adhésif double face

Une alternative au film PET est le Kapton Dupont qui a l'avantage d'être utilisé en tant que substrat souple pour les circuits électroniques et dans diverses applications spatiales pour sa tenue aux températures élevées (jusqu'à 400 °C), son isolation électrique (résistivité 10^{12} Ω.cm^{-1}) et thermique (λ = 0,12 W.m^{-1}.K^{-1}). Ce produit est communément utilisé et la fabrication ne risque donc pas d'être arrêtée. Après prospection de plusieurs Kapton, nous avons choisi le film Kapton 500HN d'épaisseur 127 µm. Ce film Kapton ne possède pas de face autocollante donc deux films adhésifs double face ont été testés pour le laminage : l'ARCLAD et le 3M F-9460PC.

Le procédé de laminage avec cette solution est légèrement modifié. Il consiste désormais en deux étapes : d'abord le laminage du film PET autocollant par le laminage du film adhésif double face suivi du laminage du film Kapton.

La caractérisation de la surface du film Kapton Dupont 500HN a été réalisée au CNES de Toulouse par K. Kiryukhina. Elle présente une rugosité de 55 nm avec certaines protubérances aléatoires allant jusqu'à 850 nm comme le montre l'image de la Figure II.23. C'est non négligeable : les protubérances sont 2,5 fois plus importantes en taille que celles notées sur le PET ARClear, et plus de 55 fois plus que le silicium poli qui a une rugosité inférieure à 1 nm mais cela est acceptable pour notre cahier des charges requiert une rugosité < 1 µm. Nous avons aussi vérifié que le titane évaporé adhère correctement sur la surface après un traitement préliminaire par plasma O_2 de 2 min à 200 W. **Ainsi l'option du Kapton fut retenue pour le remplacement du PET ARClear DEV 8796**. Un nouveau procédé a donc été développé et une caractérisation comparative avec le procédé initial avec le PET ARClear DEV 8796 a été réalisée et est donnée dans la section II.7.4.

L'adhésif acrylique 3M F-9460PC de 50 µm d'épaisseur respecte le cahier des charges avec une bonne tenue au solvant dont l'acétone, une tenue en température jusqu'à 150 °C et il ne dégaze pas sous vide.

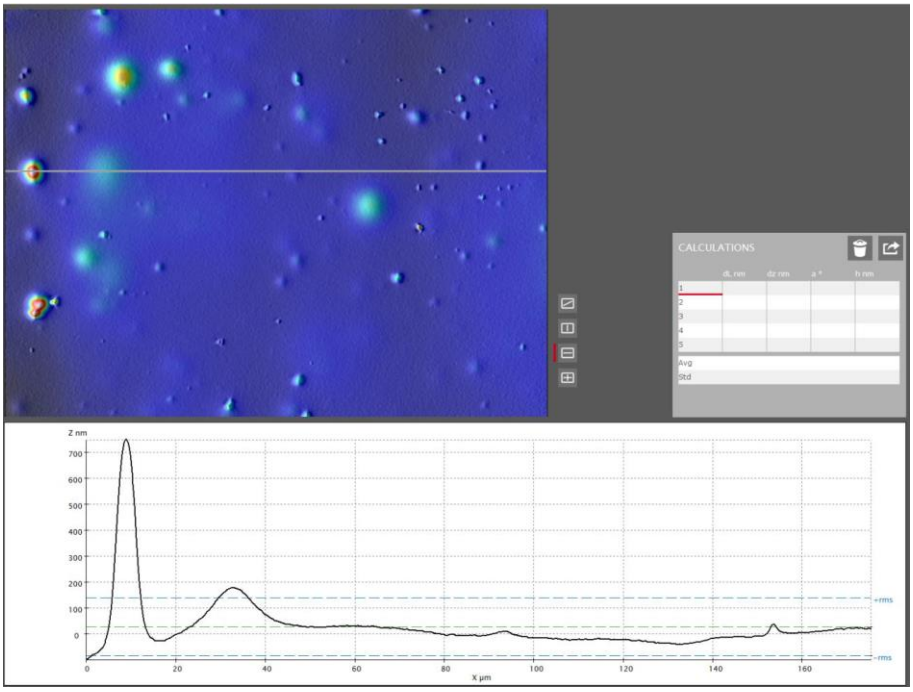


Figure II.23 : Image de la surface du film Kapton et le profil de sa surface au niveau du trait sur l'image (réalisé par le CNES de Toulouse).

Une autre évolution pour simplifier le procédé de fabrication est l'élimination de la couche d'air sous le Kapton. En effet, le calcul du temps d'équilibre thermique par l'Equation II.5, en considérant une couche de Kapton d'épaisseur e = 127 µm ayant les caractéristiques suivante : conductivité thermique (λ) : 0,12 $W.m^{-1}.K^{-1}$, chaleur massique

(C_p) : 1,09 J.g^{-1}.K^{-1} et densité (ρ) : 1,42 g.cm^{-3} donne 208 ms. Le temps d'initiation étant bien inférieure à 1 ms, nous supposons que l'isolation thermique du Kapton est suffisante et la lame d'air inutile car à l'initiation, la température de la face inférieure du Kapton n'aura que très peu chauffée.

$$\tau = \frac{\rho.C_p.e^2}{\lambda} \qquad \text{Equation II.5}$$

L'étape de dépôt de la membrane SU8 est donc supprimée, cela réduit le nombre d'étapes de fabrication à quatre : laminage de l'adhésif et du Kapton directement sur un substrat en verre (Pyrex) (**0,5 h**), dépôt de Ti, dépôt de Ti / Au et dépôt de nanothermite. Le temps du procédé à ce stade est estimé à 2,5 jours.

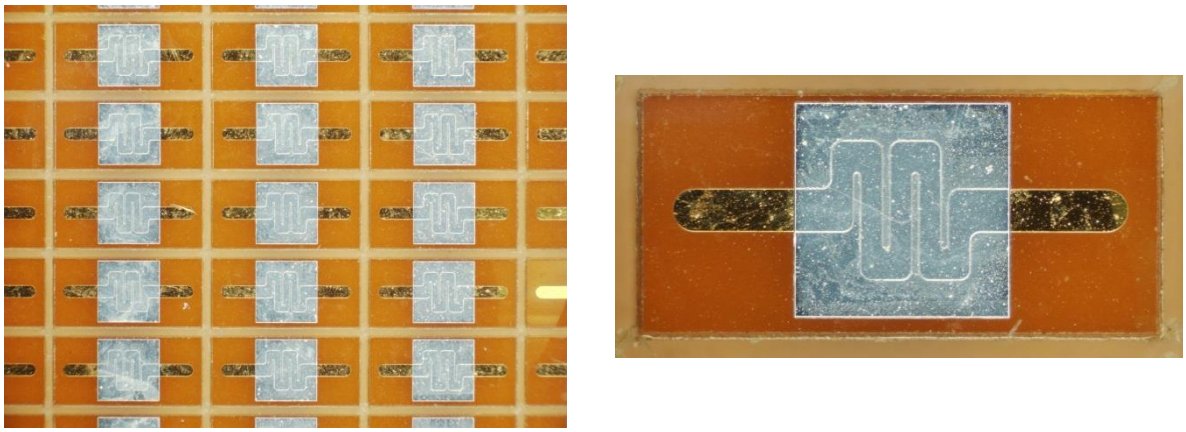


Figure II.24 : (à gauche) Photo de plusieurs PyroMEMS sur Pyrex Kapton ; (à droite) Zoom sur un PyroMEMS où on voit les aspérités du Kapton.

b. Analyse et amélioration du filament et des plots de contact

Les dépôts du filament et des plots de contact sont réalisés en deux étapes distinctes et mis en forme en deux Lift-off. Entre les deux dépôts, la plaquette est mise à la pression atmosphérique plusieurs heures (entre 5 h et quelques jours). Cette mise à l'air a pour effet d'oxyder le Ti de manière non maîtrisée et cela peut occasionner une variabilité de la qualité du contact Ti / (Ti / Au) réalisé ensuite. Le procédé de réalisation du filament et de ses contacts a donc été modifié : 300 nm de Ti et 300 nm d'Au sont consécutivement déposés lors de la même étape et dans le même bâti sous vide. Puis l'or est gravé chimiquement avec un bain de Ki+I_2 pendant 2 min sur le serpentin pour ne garder que les contacts en or.

Pour cela une étape de photolithographie est réalisée avec de la résine positive ECI 3012 de 1,1 µm d'épaisseur pour protéger l'or sur les contacts sans changer de masque par rapport au masque de mise en forme des contacts par Lift-off.

c. Analyse et amélioration de la nanothermite

L'analyse précise des multicouches a montré que l'aluminium s'oxyde entre les deux couches sur une épaisseur de quelques nanomètres visible au Microscope Electronique à Transmission (MET) comme le montre la Figure II.25. Ceci est principalement dû au plasma O_2 qui est réalisé juste avant le dépôt de CuO à partir de la cible de Cu.

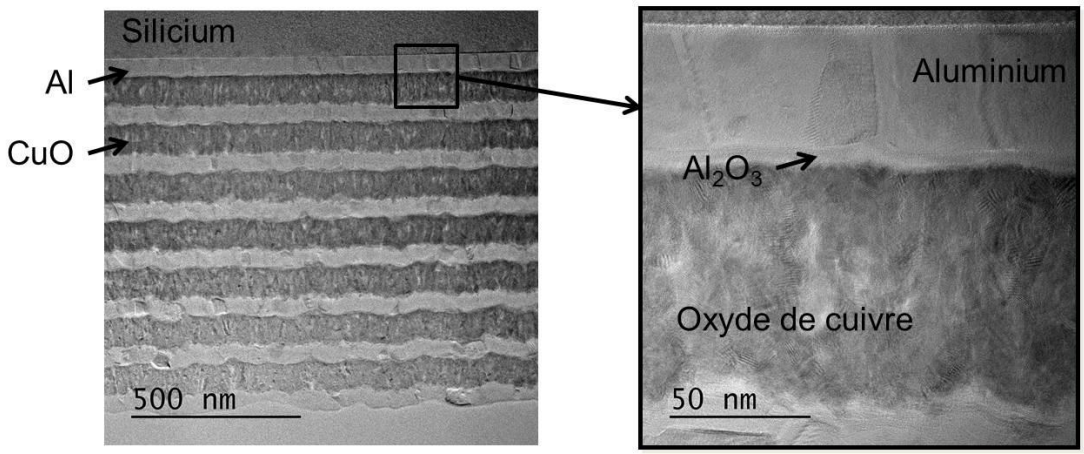


Figure II.25 : (à gauche) Image MET d'un dépôt de 15 couches Al (50 nm) / CuO (100 nm) déposées sur un substrat en silicium ; (à droite) Zoom sur une couche d'Al et de CuO montrant la couche d'oxyde entre l'aluminium et le CuO.

L'aluminium oxydé entre les couches ne participe plus à la réaction de la nanothermite. La stœchiométrie du mélange n'est donc pas réellement respectée et la nanothermite est appauvrie en aluminium. Des mesures de vitesse de combustion réalisées suivant la méthode décrite dans le Chapitre III ont mis en évidence que réaliser des couches d'aluminium plus épaisses, de la même épaisseur que l'oxyde de cuivre, permet d'augmenter l'énergie libérée (cf Figure II.26). L'analyse thermique donnant la courbe de la Figure II.26 est réalisé, par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC : Differential Scanning Calorimetry). Le flux thermique est divisé par la masse de l'échantillon permettant de comparer les deux échantillons. L'enthalpie de réaction est calculée en intégrant la courbe obtenue dans la gamme de température considérée. Elle est de 900 $J.g^{-1}$ pour Al 100 nm / CuO 200 nm (100 / 200) et 1 533 $J.g^{-1}$ pour Al 200 nm / CuO 200 nm (200 / 200). En doublant l'épaisseur de l'aluminium on augmente par un facteur 1,7 l'enthalpie de réaction mesurée par DSC. De plus, des résultats récents menés en collaboration avec une

doctorante de mon équipe de recherche, A. Nicollet, montrent que l'intensité de la flamme est supérieure avec des couches en 200 / 200 par rapport aux 100 / 200. **Le dépôt de nanothermite de 15 bi-couches 100 / 200 sera alors remplacé par 15 bi-couches de CuO 200 nm / Al 200 nm**. Ce changement ne sera malheureusement pas mis en œuvre pour la caractérisation du nouveau PyroMEMS décrit dans ces travaux de thèse mais fera l'objet d'une caractérisation future.

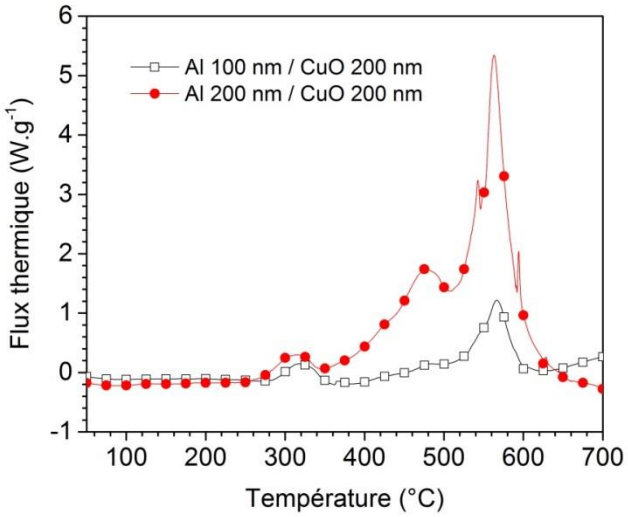


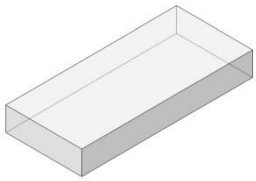
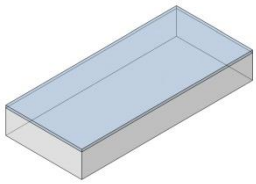
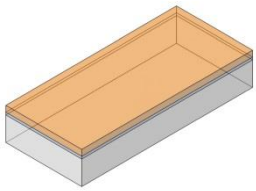
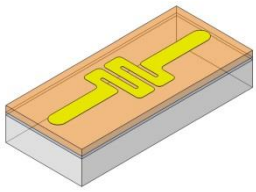
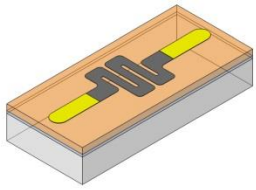
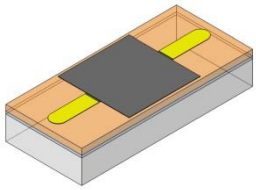
Figure II.26 : Courbes d'analyse thermique DSC pour des nanothermites Al / CuO en multicouches pour les épaisseurs 100 nm Al / 200 nm CuO et 200 nm Al / 200 nm CuO.

D'autres voies, comme l'ajout d'une couche de ~ 5 nm de cuivre déposée entre les interfaces d'Al et de CuO permet aussi d'empêcher l'oxydation de l'aluminium et d'augmenter la vitesse de combustion d'un facteur 1,6 [II.13]. Ces dépôts ont été réalisés avec 7 bi-couches plus une couche d'aluminium, 15 bi-couches n'ont jamais été déposées dans ces conditions, une étude de la stabilité du procédé pour déposer 15 bi-couches doit être menée avant d'intégrer cette configuration sur le PyroMEMS.

d. Synthèse du procédé

Le procédé de fabrication des PyroMEMS V2 résumé dans le Tableau II.8 comporte 6 étapes plus simples à réaliser et réalisables en 2 jours seulement soit un gain de 4 jours par rapport au procédé initial.

Tableau II.8 : Synthèse des principales étapes de fabrication des PyroMEMS V2 et des paramètres vérifiés à chaque étape.

Schéma illustrant l'état d'un pyroMEMS après réalisation de l'étape	Action principale réalisée durant l'étape	Paramètres vérifiés
	Nettoyage du substrat en verre (Pyrex) 4 pouces de 500 µm d'épaisseur. **1 étape : 0,25 h**	Aucun
	Laminage du film adhésif double face 3M F-9460PC pour laminer le film en Kapton. **1 étape : 0,25 h**	Aucun
	Laminage d'un film Kapton 500HN de 127 µm pour aplanir la surface du wafer et continuer le procédé de fabrication. **1 étape : 0,25 h**	Vérification visuelle Mesure de la planéité au profilomètre mécanqiue : **< 1 μm**
	Dépôt de Titane 300 nm / Or 300 nm par évaporation et structuration. **1 étape : 6 h**	Mesure de l'épaisseur au profilomètre mécanique du Ti + Au : **620 nm ± 15 nm**
	Gravure chimique (par $KI+I_2$) de l'or sous la thermite pour la réalisation des plots de contacts électriques. **1 étape : 1,5 h**	Mesure de l'épaisseur au profilomètre mécanique du Ti : **300 nm ± 5 nm** Mesure de la résistance du filament : **60 Ω ± 8 Ω**
	Dépôt du multicouches (30 au total) de la nanothermite Al / CuO en 100 nm / 200 nm respectivement par pulvérisation cathodique et mise en forme par lift off. **1 étape : 24 h (1 jour)**	Mesure de l'épaisseur au profilomètre mécanique de la nanothermite : **4 200 nm ± 100 nm** Mesure de l'intensité lumineuse de la flamme lors de la réaction (cf section II.7.4.)

Le nombre de masques utilisés en photolithographie est réduit de 5 à 3 puisque la membrane en résine époxy SU8 a été supprimée du procédé. Ce nouveau procédé est plus facilement industrialisable car il est moins complexe que le précédent et son temps de réalisation est plus court, de ce fait, il est aussi moins coûteux bien que le coût n'ait pas été déterminé précisément.

Une caractérisation fonctionnelle comparative du flash lumineux de la réaction est réalisée pour valider les performances de ce nouveau PyroMEMS.

II.7.4. Validation des performances du PyroMEMS V2

a. Description des essais d'initiation

Les essais d'initiation des PyroMEMS consistent à faire passer un courant calibré dans le filament afin d'initier la nanothermite et de capter la lumière émise par la combustion. Cela permet d'obtenir une image des performances du PyroMEMS comme le temps d'initiation en fonction du courant imposé, l'intensité de la flamme et la durée de la combustion. L'expérimentation est réalisée sur une station sous pointes, à l'air ambiant, elle est composée d'une photodiode Vishay BPV10 (380 nm – 1 100 nm) placée à 4 cm du PyroMEMS, d'un générateur de courant Keithley 2430 piloté par ordinateur (Figure II.27). Les signaux électriques captés par un oscilloscope sont la tension et le courant d'initiation du PyroMEMS et la tension aux bornes de la résistance de 1 kΩ (cf Figure II.27), image du courant passant par la photodiode calculé par la loi d'Ohm (U = R.I).

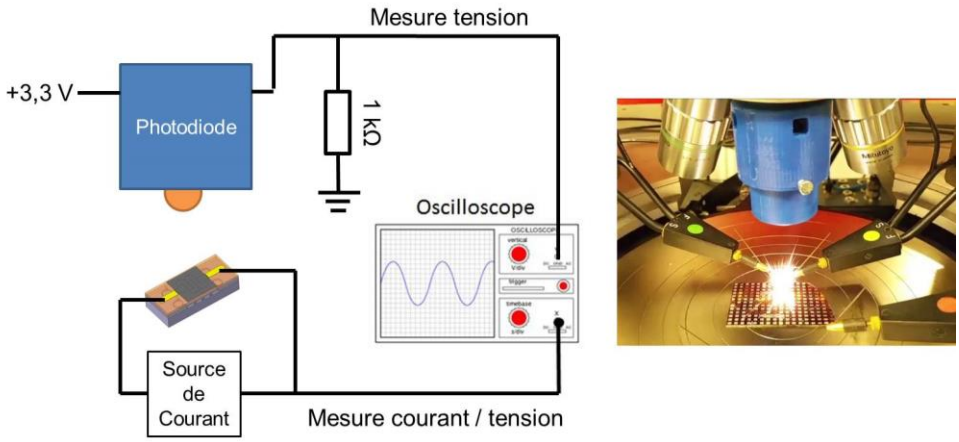


Figure II.27 : Schéma et photo du montage de mesure du flash lumineux issu de la réaction de la nanothermite.

Une série d'initiation consistant à imposer un créneau de courant allant de 0 à 1 A avec un pas de 0,1 A pendant 10 s est réalisée afin de déterminer le courant de non feu, puis le temps d'initiation. Les courbes de la Figure II.28 montrent les signaux typiques mesurés pour un créneau de 0,6 A imposé pendant 10 s (courant d'initiation, et courant passant dans la photodiode lors de l'initiation). On constate que le générateur de courant ne permet pas de générer un créneau de courant dans l'échelle de temps observé, il s'agit plutôt d'une augmentation du courant atteignant une valeur maximale supérieure à la consigne (ici 0,68 A), donc pour pouvoir comparer les mesures, il faut nécessairement utiliser la même source de courant.

Le temps d'initiation est pris entre les deux points montrés sur la Figure II.28, le premier correspond à un sursaut de courant observé sur toutes les mesures de courant d'initiation, le second point est pris lorsque le courant atteint sa valeur maximale et le signal de la photodiode commence à augmenter.

Une image de l'énergie issue de la combustion de la nanothermite est l'aire sous la courbe du signal de la photodiode obtenue par l'intégration du signal. On regarde également la valeur maximale du signal et sa durée.

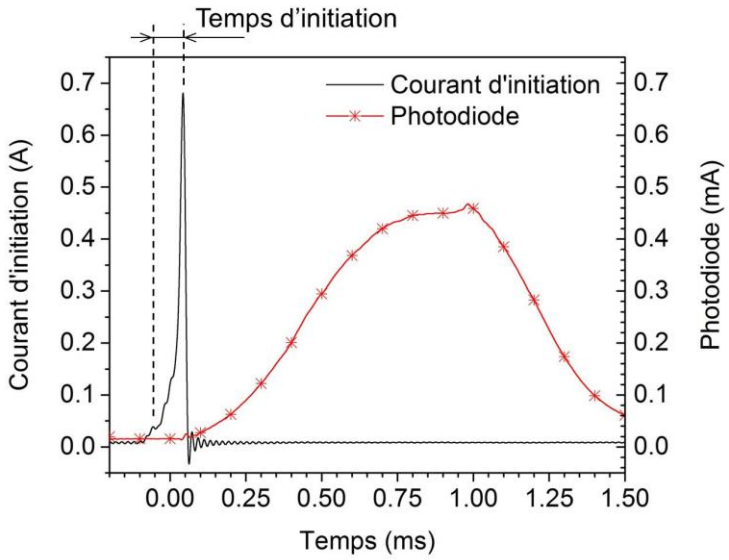


Figure II.28 : Signal du courant d'initiation montrant le temps d'initiation et du courant passant dans la photodiode.

b. Résultats

La totalité des puces testées ont fonctionné pour un courant > 0,12 A. La Figure II.29 montre le temps d'initiation du PyroMEMS V2, donc sur Kapton avec une nanothermite en 15

bi-couches de Al – 100 nm / CuO – 200 nm. Le temps d'initiation baisse rapidement avec l'augmentation du courant électrique, la condition de non feu (seuil de non initiation) est de 0,1 A. Le temps d'initiation varie de 1,8 s à 59 µs entre 0,12 A et 1 A. Notons qu'après une très forte décroissance entre 0,12 A et 0,5 A, le temps d'initiation est stable et proche de 69 µs ± 12 µs.

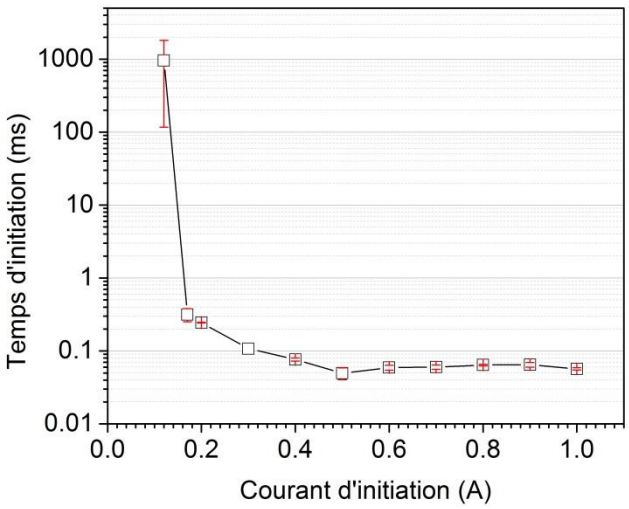


Figure II.29 : Courbe de caractérisation du temps de l'initiation du PyroMEMS (échelle logarithmique) en fonction du courant d'initiation.

L'intensité et la durée de la flamme générée par le PyroMEMS sont ensuite caractérisées par la photodiode et analysées. La Figure II.30 donne les courbes de courant de la photodiode pour un PyroMEMS V1 et V2 alimentée sous 1 A. Sur cette exemple, la durée totale de la flamme est de ~ 1,6 ms. Le signal lumineux démarre à ~ 60 µs après l'envoie du courant. Le signal lumineux sur la solution en Kapton ne forme qu'un seul pic avec un maximum à 0,65 ms suggérant une combustion homogène. Pour le PyroMEMS V1, il y a deux pics mineurs précédant un pic majeur qui atteint son maximum à 1,05 ms. L'aire sous les courbes du courant de la photodiode est de $5{,}515.10^{-4}$ mA.s pour le PyroMEMS V1 (PET) et de $5{,}505.10^{-4}$ mA.s pour le PyroMEMS V2 (Kapton). La différence étant très faible (10^{-6} mA.s), on considère donc que la flamme générée par le PyroMEMS V2 est équivalente en énergie à l'ancienne génération.

La solution PyroMEMS V2 a les performances requises pour l'application et a permis une nette amélioration du procédé.

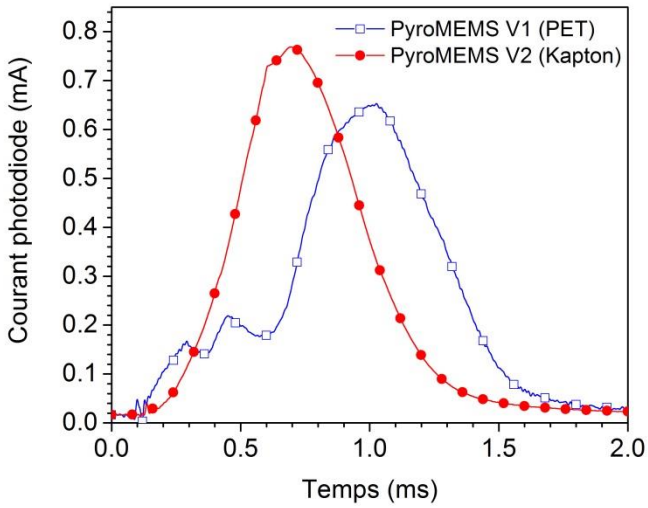


Figure II.30 : Exemple de courbes du courant passant dans la photodiode après émission de la flamme par les PyroMEMS V1 et V2.

II.8. Conclusion

Dans ce deuxième chapitre, nous avons déroulé un cahier des charges regroupant les exigences pour guider la réalisation de la fonction détonation. Ce cahier des charges a permis de retenir une solution technologique basée sur la propulsion d'un paillet par la combustion / déflagration d'une substance pyrotechnique propulsive afin d'amorcer l'explosif secondaire par impact.

Nous explorerons deux solutions d'intégrations : une solution bi-canons, la plus miniature, redondée et dont la fiabilité doit être démontrée dans le reste de ces travaux de thèse ; et une solution de « secours » mono-canon qui n'assure pas la redondance mais permet de limiter les risques d'échec de la mise en détonation.

Cette méthode d'initiation a motivé une revue du phénomène de la transition choc détonation (TCD) permettant de guider le choix de l'explosif et de son conditionnement qui est du RDX à forte granulométrie (0 - 100 µm) et compacté à forte densité de chargement (> 1,5 $g.cm^{-3}$).

Ensuite chacun des éléments constitutifs du détonateur a été conçu et leurs dimensions préfixées. Elles seront affinées après des tests préliminaires. Le choix de la composition pyrotechnique propulsive s'est porté sur deux solutions : des nanothermites et

du RDX. Là encore la solution utilisant le RDX comme charge propulsive constitue une solution moins risquée, permettant d'assurer une solution fonctionnelle en fin de thèse, alors que la solution intégrant des nanothermites est plus exploratoire. Les tests expérimentaux permettront de finaliser le choix de la configuration la plus adaptée et de dimensionner la chambre de combustion la plus petite pour assurer la détonation.

Enfin, nous avons vu en détail la brique initiale qui est le PyroMEMS, et nous avons présenté son procédé de fabrication fiabilisé par rapport au procédé initial.

Le chapitre suivant portera sur l'étude des nanothermites et explorera expérimentalement et par modélisation l'option détonateur tout nanothermite.

CHAPITRE III

ETUDE DU DISPOSITIF TOUT NANOTHERMITE

III.1. Introduction

Dans ce troisième chapitre, nous décrivons l'étude sur les nanothermites fabriquées par mélange de poudres pour évaluer leur potentiel propulsif pour mettre en vitesse le paillet. Après avoir décrit ce qu'est une nanothermite et choisi quatre couples mêlant des nanopoudres d'aluminium et un oxydant (Al / CuO, Al / Bi_2O_3, Al / MoO_3 et Al / PTFE), nous présentons les caractérisations de leurs performances énergétiques par analyse thermique, mesure de vitesse de flamme ainsi que les pressions générées lors de la réaction.

Le couple Al / Bi_2O_3 s'étant révélé le plus réactif et capable de générer la plus importante pression, un modèle basé sur le déroulement d'un cycle de balistique intérieure a été développé permettant de valider la propulsion d'un paillet de différentes sections à partir de la combustion de nanothermites Al / Bi_2O_3 plus ou moins dopées avec du PTFE pour adapter le volume de gaz. Les prédictions de cette étude théorique ont été validées par quelques expériences et ont surtout abouti à la conclusion que les nanothermites génèrent trop peu de gaz pour propulser le paillet avec des vitesses suffisantes pour envisager un détonateur fonctionnel.

III.2. Les nanothermites

III.2.1. Généralités

Une thermite est le couplage inorganique d'un agent réducteur métallique (Al, Mg, Ti…) et d'un agent oxydant ayant une base métallique (Fe_2O_3, CuO, MoO_3, Bi_2O_3…), non métallique, halogène ou métalloïde (C_2F_4, I_2O_5, Sb_2O_3…). La réaction est une oxydo-réduction exothermique. C'est le chimiste Allemand Hans Goldschmidt qui introduit le terme thermite en 1908 [III.1]. Parmi les très nombreux travaux, le réducteur principalement utilisé est l'aluminium car son oxydation est la plus exothermique parmi les éléments réducteur avec une énergie d'oxydation massique de 31,1 $kJ.g^{-1}$ d'Al. La réaction d'oxydo-réduction s'opérant entre l'aluminium et l'agent oxydant s'écrit alors :

$$\frac{2}{3}y.Al + M_xO_y \rightarrow \frac{y}{3}.Al_2O_3 + x.M \quad + \Delta H \qquad \text{Equation III.1}$$

Cette réaction fortement exothermique produit une quantité de chaleur importante appelée enthalpie de réaction ou chaleur de réaction notée ΔH. La réaction thermite est caractérisée par une température très élevée pouvant atteindre 3 600 °C dans les conditions adiabatiques et pour un mélange dans les proportions stœchiométriques (cf Tableau II.4).

Les principaux couples étudiés dans la littérature sont : Al / Fe_2O_3 [III.2] [III.3] [III.4] [III.5], Al / MoO_3 [III.6] [III.7] [III.8], Al / CuO [III.9] [III.10], Al / Bi_2O_3 [III.11] [III.12], Al / I_2O_5 [III.13] [III.14].

III.2.2. Notion de stœchiométrie

La proportion entre l'Al et l'oxydant du mélange influe sur les performances de la nanothermite, et théoriquement l'optimum des performances de la réaction se trouve lorsque l'Al et l'oxydant se trouvent en proportion stœchiométrique, c'est-à-dire que le mélange contient la quantité d'oxygène nécessaire à l'oxydation totale de l'aluminium. A partir de l'équation d'oxydoréduction (Equation III.1), le coefficient Δ_{ST} de proportion massique stœchiométrique entre l'aluminium pur et l'oxydant est calculé par la relation suivante :

$$\Delta_{ST} = \frac{M_{Oxydant}}{\frac{2}{3}.y.M_{Al}} \qquad \text{Equation III.2}$$

Avec $M_{Oxydant}$ la masse molaire de l'oxydant, M_{Al} la masse molaire de l'aluminium et y le nombre d'atomes d'oxygène dans la molécule de l'oxydant. La masse d'oxydant ($m_{Oxydant}$) est calculée par rapport à la masse d'aluminium (m_{Al}) par la relation suivante :

$$m_{Oxydant} = \Delta_{ST}.m_{Al} \qquad \text{Equation III.3}$$

Dans ces conditions stœchiométriques, le mélange contient la quantité nécessaire d'oxygène pour oxyder la totalité de l'aluminium.

III.2.3. L'apport du nanométrique

Les thermites réalisées par le mélange de poudres de tailles micrométriques ont une cinétique de réaction relativement lente (quelques $mm.s^{-1}$), limitant leurs applications à des opérations de soudure ou de destruction lors d'opérations militaires afin de faire fondre des systèmes (comme le viseur Norden qui était un secret de fabrication à protéger [III.15]) grâce à la quantité de chaleur dégagée et les températures atteintes dépassant les 3 000 K [III.16].

Depuis deux décennies, l'arrivée des nanopoudres a permis de réduire la distance entre l'oxydant et le réducteur, et d'augmenter les surfaces spécifiques ($S_{spécifique}$, Equation III.4 pour des particules sphériques) puisque ces dernières sont inversement proportionnelles au diamètre moyen des particules (D_{moyen}) pour un même matériau de densité ρ.

$$S_{spécifique} = \frac{6}{D_{moyen} \cdot \rho}$$ Equation III.4

Ainsi pour des particules d'aluminium, ayant une masse volumique de 2,7 g.cm^{-3}, la surface spécifique est de 27,8 m^2.g^{-1} pour des particules de 80 nm de diamètre et 27,8.10^3 m^2.g^{-1} pour des particules de 80 µm. En divisant par 1 000 la taille des particules, on augmente par 1 000 la surface spécifique. Pour une même masse de thermite, les nanoparticules auront une plus grande surface d'échange par rapport aux particules micrométriques comme le montre la Figure III.1.

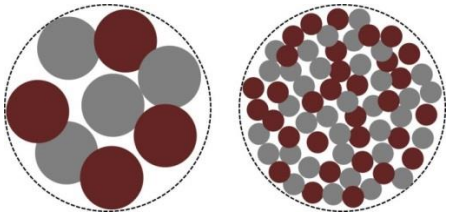


Figure III.1 : Schéma démonstratif de la différence entre un mélange de particules micrométriques (à gauche) et nanométriques (à droite).

Outre le mélange de nanopoudres, les nanothermites peuvent prendre la forme de nanotubes [III.17], nanofils [III.10] [III.18], ou de multicouches [III.19] [III.20] [III.21] dont le LAAS possède la technologie.

Le PyroMEMS utilisé dans l'IFI intègre une nanothermite Al / CuO constituée de multicouches déposées par pulvérisation cathodique comme décrit dans le Chapitre II. Ce procédé disponible seulement au LAAS en Europe nous permet de produire des flocons de nanothermites de différentes épaisseurs de bi-couches (cf Figure III.2). Pour ce faire, le dépôt Al / CuO est réalisé sur un substrat en silicium préalablement recouvert de résine. Après dépôt du multicouches, la résine est dissoute à l'acétone et les feuillets appelés flocons sont récupérés pour analyse ou intégration.

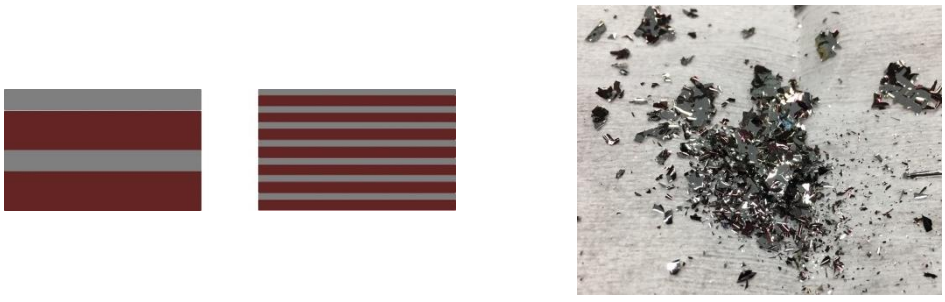


Figure III.2 : Schéma démonstratif de la différence entre des couches micrométriques (à gauche) et nanométriques (au centre) ; (à droite) Photo de flocons Al / CuO.

De nombreux travaux ont montré que la diminution de la taille des poudres d'Al et de l'oxydant a engendré une augmentation des performances énergétiques notamment la cinétique de réaction gouvernée par la diffusion des espèces oxydantes et réductrices dans le mélange, ouvrant de nouvelles perspectives applicatives à cette catégorie de matériaux appelés **nanothermites**.

Outre le dépôt par pulvérisation cathodique pour réaliser des multicouches Al / CuO, nous élaborons nos thermites à partir de nanopoudres car cela nous permet de réaliser un grand nombre de compositions différentes mais comparables en utilisant le même procédé.

a. Effet sur la vitesse de flamme

En 1995, les travaux d'Aumann *et al* [III.22] du laboratoire Los Alamos montrent expérimentalement l'augmentation d'un facteur 1 000 de la vitesse de flamme d'un mélange de poudre nanométrique d'Al et de MoO_3 en comparaison avec des poudres micrométriques. Ces résultats ont été confirmés par d'autres équipes de recherche, comme l'équipe de M. Pantoya [III.23] au Texas qui a montré qu'à faible densité de chargement (0,5 $g.cm^{-3}$), la vitesse de flamme du mélange de particules nanométriques d'Al / MoO_3 est de ~ 600 $m.s^{-1}$ alors que pour des particules micrométriques la vitesse est inférieure à 0,8 $m.s^{-1}$. Cela ne s'applique pas qu'au couple Al / MoO_3 : le constat est généralisé à d'autres oxydants comme le CuO [III.24] [III.25]. Diminuer la taille des particules permet donc d'augmenter la réactivité du mélange.

b. Effet sur l'initiation

L'initiation des nanothermites peut être réalisée par de multiples phénomènes et techniques comme l'apport de chaleur (effet Joule, radiation, laser, ou réaction chimique), un apport d'énergie mécanique (choc, impact, friction) ou une décharge électrostatique.

Dans le cas de l'apport de chaleur et des décharges électrostatiques, les nanothermites présentent une plus grande sensibilité que les thermites micrométriques. Egan *et al* de l'Université du Maryland [III.26] ont montré que la température d'initiation d'une nanothermite Al / CuO sous forme de multicouches est de 1 250 K pour deux bi-couches de 900 nm et de 670 K pour six bi-couches de 300 nm. Notre équipe de recherche au LAAS a également menée une étude (en cours de publication) sur le temps d'initiation d'un PyroMEMS en fonction de l'épaisseur des bi-couches, le résultat est que pour une épaisseur constante de nanothermite (4,5 µm), le bi-couches le plus fin (150 nm) s'initie en moins de temps (182 µs) que les bi-couches plus épais (de 600 nm en 972 µs).

Concernant la sensibilité aux décharges électrostatique, une étude menée par Kuo *et al* [III.27] montre que le couple Al / Bi_2O_3 est plus sensible aux décharges électrostatiques lorsque la taille des particules est réduite. Pour des particules de Bi_2O_3 de 40 nm combiné à

des nanoparticules d'Al de 80 nm, l'énergie d'initiation est de 0,075 µJ, alors que pour des particules de Bi_2O_3 de 2,4 µm avec les mêmes particules d'Al, l'énergie d'initiation est de 2 µJ. On retrouve la même tendance dans une étude de Weir *et al* [III.28] pour le couple Al / MoO_3 : pour des particules de MoO_3 de 44 nm, lorsque l'Al est de 50 nm, l'énergie d'initiation est de ~ 0,2 mJ alors qu'avec des particules d'Al de 20 µm la composition ne s'initie pas sous 10 kV et 100 mJ.

Pour l'initiation par impact, la tendance est inversée, les particules micrométriques semblent plus sensibles que les nanothermites. C'est ce qu'une étude de Thadhani *et al* [III.3] montre pour des particules d'Al / Fe_2O_3 mixées dans l'hexane dans les proportions stœchiométriques comprimés à 70 % TMD. Les microparticules réagissent sous une pression de choc de 4,13 GPa, alors que les nanoparticules réagissent à 5,02 GPa.

III.2.4. Prise en compte de la couche d'alumine

Un certain nombre de facteurs limitent le rendement de réaction comme la stœchiométrie du mélange, la distance entre l'aluminium et l'oxydant, les pertes dues aux échanges thermiques avec l'environnement et notamment l'épaisseur de la couche d'alumine sur l'aluminium qui fait barrière entre les particules qui devient non négligeable à l'échelle nanométrique (cf Figure III.3).

Les particules d'aluminium utilisées dans les nanothermites ont un diamètre inférieur à 100 nm, l'épaisseur de la couche d'oxyde est comprise entre 2 nm et 4 nm, cela représente au moins 12 % (pour 2 nm d'alumine sur des particules de 100 nm) de la masse des particules d'aluminium et cela peut atteindre 50 % pour des particules de 40 nm avec une couche de 4 nm d'alumine. Ainsi l'étude de la réaction d'une thermite requiert de connaître les conditions stœchiométriques du mélange ainsi que la proportion d'Al / Al_2O_3 dans les particules utilisées.

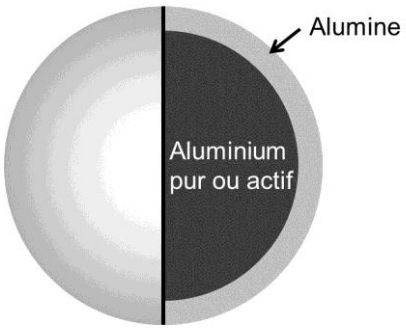


Figure III.3 : Schéma d'une nanoparticule d'aluminium.

Sur les photos prises au Microscope à Transmission Electronique (MET) présentées sur la Figure III.4, nous voyons que la nanoparticule d'Al est recouverte d'une couche d'alumine souvent amorphe. Cette couche se forme spontanément pendant le procédé de

fabrication des nanoparticules et permet de stabiliser les poudres. Elle peut s'épaissir au cours du temps, pendant le stockage.

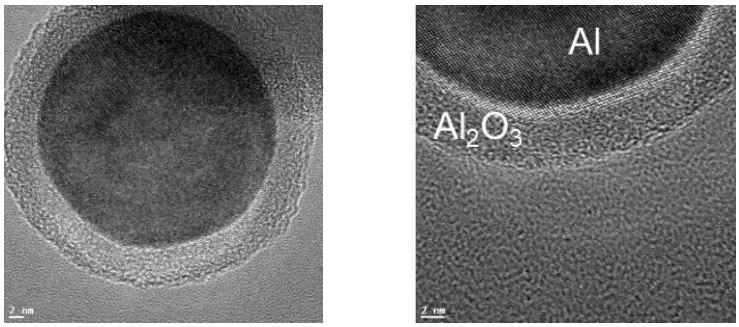


Figure III.4 : Images de Microscopie à Transmission Electronique d'une nanoparticule d'aluminium montrant le cœur d'aluminium avec 3 – 4 nm d'alumine.

III.3. Préparation des nanothermites en poudre

Dans ce qui suit, nous présentons la caractérisation des nanopoudres avant le mélange et le protocole de mixage des nanoparticules.

III.3.1. Les nanoparticules d'aluminium : l'agent réducteur

Les nanoparticules sphériques d'aluminium de 40 nm à 150 nm avec une moyenne de 80 nm de diamètre proviennent de Novacentrix. La première étape consiste à caractériser l'épaisseur de la couche d'alumine pour connaître le pourcentage massique d'Al pur contenu dans la poudre.

Deux méthodes expérimentales sont utilisées pour caractériser l'épaisseur de la couche d'alumine. Soit l'observation MET et la mesure sur l'image. Soit l'analyse thermogravimétrique qui, à partir de la variation de masse liée à l'oxydation du cœur d'Al pur, permet de calculer le pourcentage d'Al actif dans les nanoparticules. C'est cette seconde méthode, moins lourde en termes d'équipement que nous avons utilisée pour caractériser nos nanopoudres d'Al stockées à l'air ambiant depuis 2012.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est réalisée sous air de 30 à 1 000 °C avec une rampe de 10 °C.min^{-1}, puis un palier de 30 min à 1 000 °C pour s'assurer que toute la masse de nanoparticules d'Al (~ 5 mg) soit bien oxydée. L'appareil utilisé est un Mettler-Toledo. La Figure III.5 donne la courbe de prise de masse des particules liée à 'oxydation de l'Al pur en fonction du temps et de la température. La pureté de l'aluminium φ est définie par l'Equation III.5, dépendant de la masse d'aluminium m_{Al} contenue dans la masse de poudre initiale $m_{Poudre\ Al\ /\ Al_2O_3}$.

$$\varphi = \frac{m_{Al}}{m_{Al} + m_{Al_2O_3}} = \frac{m_{Al}}{m_{Poudre\ Al\ /\ Al_2O_3}} \qquad \text{Equation III.5}$$

La masse d'aluminium m_{Al} est calculée à partir de la variation de masse mesurée par ATG avec l'Equation III.6 déterminée à partir de l'équation de réaction de l'aluminium avec l'oxygène.

$$m_{Al} = \frac{2.M_{Al}}{3.M_O}.\Delta m = \frac{\Delta m}{0{,}89} \qquad \text{Equation III.6}$$

Avec M_{Al} la masse molaire de l'aluminium prise à 27 g.mol^{-1} et M_O la masse molaire de l'oxygène prise à 16 g.mol^{-1}. Dans notre cas, la variation de masse Δm est égale à 2,94 mg pour une masse de poudre initiale de 4,86 mg, **la pureté massique φ de la poudre d'aluminium est donc de 68 %.**

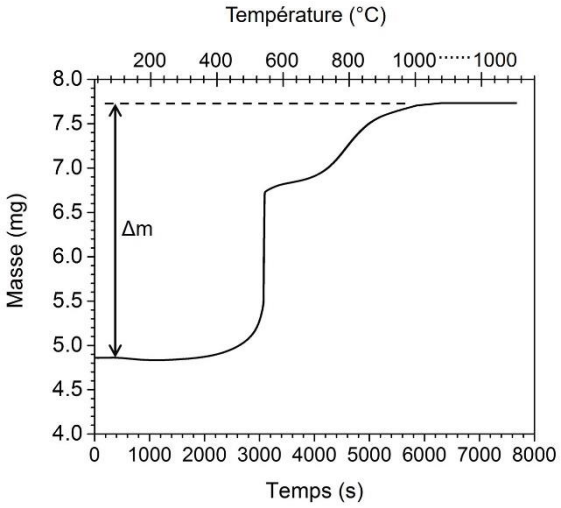


Figure III.5 : Mesure de variation de la masse sur les poudres d'aluminium afin de déterminer la proportion d'alumine lors d'une ATG.

Puis l'épaisseur de la couche d'alumine e_{oxyde} se calcule par l'Equation III.7 suivante :

$$e_{oxyde} = R_0.\left(1 - \sqrt[3]{1 - \frac{m_{Al_2O_3}}{m_{Al_2O_3} + \frac{\rho_{Al_2O_3}}{\rho_{Al}}.m_{Al}}}\right) \qquad \text{Equation III.7}$$

Avec R_0 le rayon des particules d'aluminium recouvert d'alumine, m_{Al} et $m_{Al_2O_3}$ sont les masses d'aluminium et d'alumine, ρ_{Al} et $\rho_{Al_2O_3}$ sont les densités de l'aluminium et de l'alumine amorphe à température ambiante, respectivement.

Afin de réaliser les mélanges de nanothermites dans les proportions stœchiométriques, la masse d'aluminium prise en compte correspond à 0,68 fois la masse de particule pesée. On parle alors d'aluminium actif.

III.3.2. Les nanoparticules d'oxydes métalliques et fluorés : l'agent oxydant

Trois oxydes métalliques ont été explorés : le CuO, le Bi_2O_3 et le MoO_3. Ces trois oxydes sont disponibles sous forme de nanoparticules, ils ne sont pas considérés comme toxiques pour l'environnent et d'après l'étude de Fisher [III.29] (Tableau II.4 p.83) les thermites avec ces oxydants dégagent au moins 25 % de la masse en gaz.

Un oxydant fluoré sera également étudié : le polytétrafluoroéthylène (PTFE) de formule chimique brute C_2F_4. Le couple Al / PTFE est étudié aussi par des équipes de recherche notamment aux Etats-Unis (Purdue University et Los Alamos Laboratory) [III.30] [III.31] : la réaction de l'Al avec le fluor est plus lente qu'avec l'oxygène mais la réaction Al + C_2F_4 génère une plus grande pression [III.32]. Ce couple fluoré n'est pas utilisé dans les proportions stœchiométriques mais avec un pourcentage en masse d'aluminium compris entre 35 et 80 %.

Les particules de CuO, Bi_2O_3, MoO_3 et PTFE ont été achetées chez SigmaAldrich et caractérisées par Microscopie à Balayage Electronique (MEB) pour déterminer leur forme et leurs dimensions. Les résultats sont reportés dans le Tableau III.1.

Les particules de CuO sont de formes complétement aléatoires, et la taille des particules varie de 30 nm à 250 nm pour les plus grosses. La taille moyenne est estimée à 90 nm. Les particules de Bi_2O_3 sont de forme ovoïde avec des tailles de 100 nm à 500 nm. Les particules de MoO_3 ont des formes aléatoires avec une variation de taille des particules plus importante, allant de 90 nm à 6 µm. Les particules de PTFE sont micrométriques, allant de 0,8 µm à 1,5 µm, elles sont sphériques.

Tableau III.1 : Récapitulatif des poudres d'oxydants utilisées dans les mélanges de nanothermites.

Matériau	Fournisseur	Taille mesurée	Forme
Bi_2O_3	SigmaAldrich	100 - 500 nm	Ovoïde
MoO_3	SigmaAldrich	90 - 6 000 nm	Aléatoire
CuO	SigmaAldrich	30 - 400 nm	Aléatoire
PTFE	SigmaAldrich	800 – 1 500 nm	Sphérique

III.3.3. Préparation des poudres d'Al et d'oxydant

Les mélanges sont réalisés dans les proportions stœchiométriques en tenant compte du pourcentage d'aluminium actif (68 %) sachant que la proportion stœchiométrique est calculée à partir des réactions suivantes pour les trois oxydes considérés (Bi_2O_3, CuO et MoO_3) :

$$2.Al + Bi_2O_3 \rightarrow Al_2O_3 + 2.Bi$$

$$2.Al + 3.CuO \rightarrow Al_2O_3 + 3.Cu$$

$$2.Al + MoO_3 \rightarrow Al_2O_3 + Mo$$

Le Tableau III.2 reporte les valeurs de rapports stœchiométriques Δ_{ST} et les rapports calculés tenant compte de la couche d'alumine $\Delta_{STréel}$, considérant les masses molaires de 27 g.mol^{-1}, 466 g.mol^{-1}, 79,5 g.mol^{-1} et 432 g.mol^{-1} pour l'Al, le Bi_2O_3, le CuO, le MoO_3, respectivement. La relation entre Δ_{ST} et $\Delta_{STréel}$ est donné par l'Equation III.8.

$$\Delta_{STréel} = \varphi.\Delta_{ST} \qquad \text{Equation III.8}$$

Tableau III.2 : Synthèse des coefficients de proportion du mélange entre l'aluminium pur et l'aluminium en tenant compte de la proportion massique oxydée pour réaliser les mélanges.

Couple de thermite	Δ_{ST}	$\Delta_{STréel}$ (avec φ = 0,68)
Al / Bi_2O_3	8,63	5,87
Al / CuO	4,42	3,00
Al / MoO_3	8,00	5,44

Pour les couples Al / MoO_3, Al / Bi_2O_3 et Al / CuO, la teneur en Al / Al_2O_3 est donc 35,5 %, 15 % et 24,6 % en masse, respectivement.

Pour le mélange Al / PTFE, la réaction considérée est la suivante :

$$4.Al + 3.C_2F_4 \rightarrow 4.AlF_3 + 6.C$$

Pour obtenir un mélange dans les proportions stœchiométriques, il faudrait 2,78 g de PTFE par gramme d'Al (Δ_{ST} = 2,78), soit 26 % en masse d'aluminium actif. Cependant, lorsque les réactifs sont utilisés dans les proportions stœchiométriques, la composition ne s'initie pas avec un PyroMEMS. Ainsi, dans le mélange réalisé, la proportion massique est de 70 % d'aluminium actif pour assurer l'initiation par le PyroMEMS.

a. Protocole de mélange

La méthode la plus répandue de préparation de nanothermite à partir de poudres est le mélange physique des nanoparticules sous ultrason suivi d'une étape de compaction pour régler la densité de chargement.

Les mélanges ont été réalisés par mixage sous ultrason dans l'hexane. C'est un hydrocarbure saturé volatile de la famille des alcanes, de formule brute C_6H_{14} ayant un point d'ébullition bas (68,73 °C). Il est souvent utilisé dans la littérature [III.11] [III.14] [III.33] car il présente l'avantage de ne pas former de solution colloïdale avec les nanoparticules et de s'évaporer rapidement ce qui simplifie l'intégration des nanothermites dans le système final.

La première étape consiste à peser les nanoparticules. Pour des raisons de sécurité, la quantité maximale de poudre réalisée est de 1,5 g et les particules ne sont pas mises en contact hors solvant. Les poudres d'Al et d'oxydes sont mélangées à 25 mL d'hexane par une canne à ultrason modèle VibraCell VCX 500 à 200 W. Cela représente 40 % de la puissance maximale avec une durée totale de 4 min 30 s avec des alternances de 2 s ON et 1 s OFF soit 3 min en mode ON. Les pauses permettent d'éviter le chauffage de la solution et aussi créer une dynamique lors du mélange pour obtenir un bon mixage des poudres. Une fois le mixage par ultrason terminé, le mélange est intégré dans un système (Figure III.6).

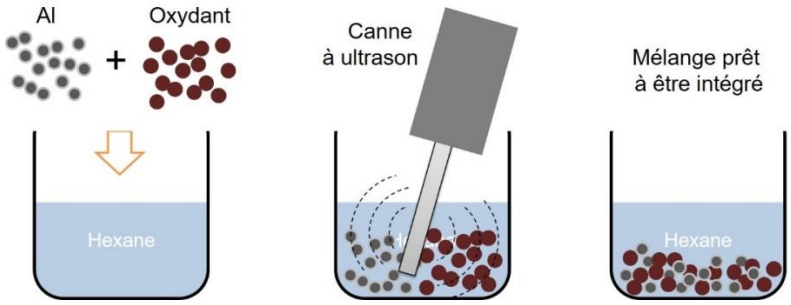


Figure III.6 : Description schématique du mélange de nanoparticules pour réaliser des nanothermites en poudre.

L'intégration dans le système final se fait sous solvant, à l'aide d'une pro-pipette réglée à 50 µL, sous hôte aspirante. Le système chargé est ensuite placé dans une étuve à 75 °C à basse pression (0,2 bar) durant 45 min minimum, pour évaporer l'hexane.

b. Caractérisation des poudres de nanothermites

Une observation des mélanges par un MEB (Hitachi s4800) permet de caractériser précisément la taille des particules, leur forme géométrique et leur homogénéité.

La Figure III.7 illustre quatre images MEB des couples Al / PTFE, Al / MoO_3, Al / Bi_2O_3 et Al / CuO. Toutes les images montrent bien une bonne intimité entre Al (les petites particules sphériques) et les oxydes (de formes et tailles différentes). Cependant il n'est pas possible d'estimer quantitativement l'homogénéité du mélange. On peut voir une particule de PTFE au milieu de particules d'Al (image a.), des particules d'Al à proximité de particules de MoO_3 (~ 400 nm) (image b.), des particules d'Al en intimité avec des particules de Bi_2O_3 (100 - 600 nm) (image c.), et des particules d'Al mélangées à des particules de CuO (40 - 400 nm) (image d.).

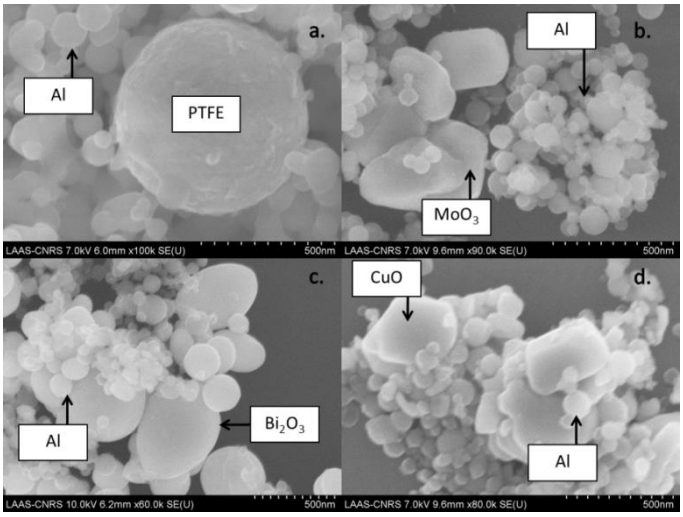


Figure III.7 : Images MEB du mélange (a.) Al / PTFE ; (b.) Al / MoO_3 ; (c.) Al / Bi_2O_3 ; (d.) Al / CuO.

III.4. Caractérisation des nanothermites en poudre

Trois caractéristiques sont à déterminer pour comparer les propriétés des nanopoudres réalisées en relation avec notre problématique :

- La chaleur de réaction et la température de déclenchement de la réaction caractérisées classiquement par analyse thermique. Nous utiliserons la technique de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC), ou « slow Cook-Off » par chauffage lent (10 °C.min^{-1}).

- La mesure de vitesse de réaction à pression constante, c'est-à-dire non confiné, réalisée par caméra rapide permet de déterminer la réactivité du mélange.

- La mesure de pression générée en milieu confiné caractérisé en bombe manométrique.

III.4.1. Densité Maximale Théorique (TMD)

Avant chacune de ces expériences, il convient de présenter la notion de Densité Maximale Théorique, notée TMD. Il s'agit de la moyenne pondérée par la proportion massique respective des éléments contenus dans le mélange, donnée par l'Equation III.9. Dans le cas d'un mélange dans les proportions stœchiométriques, le pourcentage massique d'aluminium $\%_{Al\,/\,Al_2O_3}$ est calculé par l'Equation III.10 et le pourcentage massique d'oxyde $\%_{oxydant}$ par l'Equation III.11. Le Tableau III.3 donne les valeurs des TMD des compositions caractérisées dans cette section en prenant les masses volumiques de 2,7 g.cm^{-3}, 3,97 g.cm^{-3}, 8,9 g.cm^{-3}, 4,69 g.cm^{-3}, 6,315 g.cm^{-3} et 2,15 g.cm^{-3} pour Al, Al_2O_3, Bi_2O_3, MoO_3, CuO et PTFE respectivement. Les nanothermites sont compactés à des taux faibles (≤ 50 % TMD) par rapport à leur TMD. On note que la densité de chargement influe le comportement de la réaction des nanothermites comme nous le verrons à la suite de cette étude, c'est pourquoi cette première phase de caractérisation du taux de compactage est importante.

$$\frac{1}{TMD} = \%_{Al\,/\,Al_2O_3} \cdot \left(\frac{\varphi}{\rho_{Al}} + \frac{(1-\varphi)}{\rho_{Al_2O_3}} \right) + \frac{\%_{oxydant}}{\rho_{oxydant}} \qquad \text{Equation III.9}$$

$$\%_{Al\,/\,Al_2O_3\,ST} = \frac{1}{1+\varphi.\Delta_{ST}} \qquad \text{Equation III.10}$$

$$\%_{oxydant\,ST} = \frac{\varphi.\Delta_{ST}}{1+\varphi.\Delta_{ST}} \qquad \text{Equation III.11}$$

Tableau III.3 : Densités Maximales Théoriques (TMD) des compositions caractérisées.

Composition	TMD ($g.cm^{-3}$)
Al / Bi_2O_3	6,88
Al / CuO	4,97
Al / MoO_3	3,91
Al / PTFE	2,69

Les valeurs de % TMD utilisées dans ces essais sont estimées à ± 5 % TMD.

III.4.2. Analyse thermique

La chaleur de réaction et la température de déclenchement de la réaction sont déterminées par analyse thermique DSC (« *Differential Scanning Calotimetry* ») qui mesure les échanges de chaleur entre un échantillon et une référence sous argon pur à 99,999 %. Un piège à oxygène Supelco est utilisé sur la ligne d'alimentation pour assurer la pureté de l'argon à l'arrivée de la zone de mesure. La masse de l'échantillon est ~ 10 mg placés dans un creuset en platine et chauffés avec une rampe de 10 °C.min^{-1}, de 30 °C à 700 °C. L'appareil utilisé est un Mettler Toledo équipé d'un capteur HSS8.

L'analyse nécessite deux balayages en température : la première rampe de température permet de mesurer les échanges de chaleur entre la nanothermite et le même creuset vide (la référence). Pour se faire, la température entre la nanothermite et le creuset vide est maintenue constante : ainsi le générateur fournit plus ou moins de chaleur à l'échantillon qui permet de caractériser les phénomènes exothermiques et endothermiques comme l'oxydation, la réduction ou les changements de phase. L'échantillon est ensuite refroidi à la température ambiante. Une deuxième rampe de température identique au premier cycle est appliquée à l'échantillon afin de corriger la dérive de la capacité thermique du creuset en platine en fonction de la température. Il est supposé que cette dérive thermique est la même sur les deux passages de l'échantillon.

Cette analyse thermique limitée à 700 °C ne permet pas de déterminer la chaleur de réaction totale car la nanothermite continue de se décomposer après 700 °C. Mais c'est une technique largement utilisée et permettant de comparer le comportement thermique des échantillons dans les mêmes conditions et de déterminer la stabilité en fonction de la température.

La Figure III.8 donne les diagrammes DSC réalisés sur les quatre couples nanothermites. Toutes les compositions ont une réaction exothermique avant la fusion de

l'aluminium (~ 660 °C) comprise entre 500 °C et 605 °C. Tous présentent des phénomènes exothermiques à des températures < 700 °C mais certains présentent deux pics (Al / MoO_3, Al / Bi_2O_3) alors que le couple Al / CuO ne présente qu'un seul pic exothermique avant 700 °C.

La réaction de la composition Al / PTFE débute à 400 °C. C'est également la seule composition qui donne un pic de flux thermique à ~ 470 °C qui démarre à ~ 420 °C suivi d'un long et plus faible flux de chaleur. Al / Bi_2O_3 et Al / MoO_3 se caractérisent par deux pics exothermiques distincts. Le premier pic débute à basse température (~ 460 °C) et le second pic débute à ~ 600 °C. Le couple Al / CuO ne présente qu'un pic exothermique qui démarre à également à 460 °C et qui est centré à 540 °C. Le comportement thermique d'Al / CuO sous forme de nanopoudres est proche du matériau en multicouches, et les différences sont dues à la mise en forme et la structure du matériau.

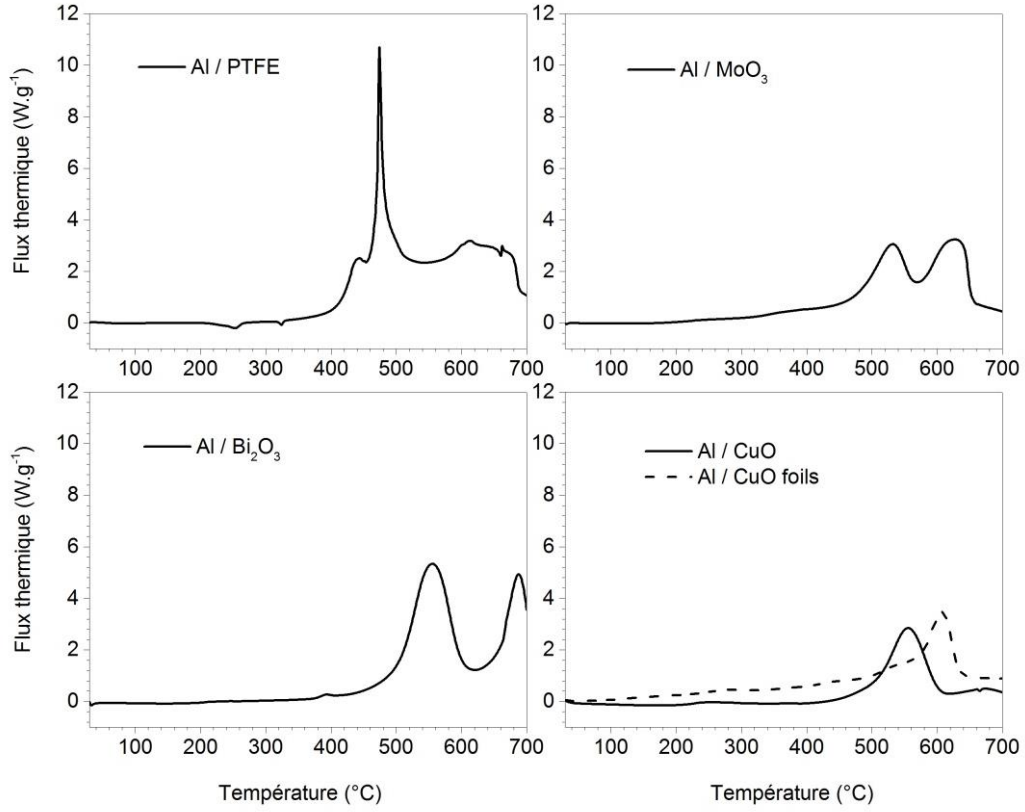


Figure III.8 : Courbes de mesure DSC des nanothermites Al / PTFE ; Al / MoO_3 ; Al / Bi_2O_3 ; Al / CuO à 10 °C.min^{-1}.

a. Température de déclenchement de la réaction T_{ONSET}

La température de déclenchement de la réaction exothermique Al + Oxyde appelée T_{ONSET} est ~ 460 °C quelles que soient les compositions, qui sont donc stables jusqu'à

400 °C contrairement aux matériaux énergétiques organiques comme le RDX ou le HMX qui ont des températures d'auto-inflammation de 217 °C et 287 °C respectivement. La température d'oxydation des particules d'aluminium relevée sur la mesure ATG (voir Figure III.1) est de 515 °C donc inférieur à la température de fusion de l'aluminium (660 °C). Cela signifie que la réaction débute en phase solide.

b. Chaleur de réaction

La chaleur de réaction ΔH_{exp} est calculée par intégration du flux thermique par rapport au temps à partir de la température de déclenchement T_{ONSET} (Tableau III.4) jusqu'à 700 °C. Les valeurs calculées et reportées dans le Tableau III.4 sont des chaleurs de réaction massiques données en $J.g^{-1}$.

Tableau III.4 : Chaleurs de réaction calculées à partir des courbes DSC et température de déclenchement de la réaction.

Composition	Chaleur de réaction ΔH_{exp} ($J.g^{-1}$)	T_{onset} (°C)
Al / Bi_2O_3	1 541	460
Al / CuO	1 057	460
Al / MoO_3	1 883	460
Al / PTFE	3 494	400

La chaleur de réaction la plus élevée est obtenue pour le couple Al / PTFE avec une valeur proche de 3 500 $J.g^{-1}$. La valeur de ΔH_{exp} la plus faible est obtenue pour le couple Al / CuO avec environ 1 100 $J.g^{-1}$ qui n'a pourtant pas l'enthalpie de réaction théorique la plus faible avec 4 072 $J.g^{-1}$. Seulement 27 % de la valeur théorique est obtenue, ce qui signifie que le reste de la réaction s'opère après 700 °C. On constate que malgré le décalage des courbes de la Figure III.8 pour Al / CuO en multicouches et en nanoparticules, le ΔH_{exp} est proche pour les deux échantillons avec une différence de moins de 4 %. Le couple Al / Bi_2O_3 a le ΔH_{exp} entre 30 °C et 700 °C le plus proche de sa valeur théorique avec une valeur de 1 541 $J.g^{-1}$ contre 2 115 $J.g^{-1}$ théorique, soit près de 73 %, ce qui indique que la réaction s'opère principalement à basse température (< 700 °C). Les couples Al / PTFE et Al / MoO_3 donnent des valeurs expérimentales proches de 40 % de leurs valeurs théoriques donc une grande partie de la réaction se poursuit après 700 °C, comme pour le CuO.

III.4.3. La vitesse de déflagration à pression constante

La réaction des nanothermites est très lumineuse car les températures de réaction sont de plusieurs milliers de degrés Celsius. Ainsi, il est possible de mesurer les vitesses de combustion en milieu non confiné en enregistrant la propagation de la flamme par une caméra ultra rapide. C'est une méthode très répandue, simple à mettre en œuvre bien que d'autres techniques sont utilisées comme des photodiodes [III.17] [III.34] ou des fusibles qui permettent de déterminer le passage du front de flamme.

Ici nous avons utilisé une caméra rapide Photron à 50 000 fps, ce qui nous permet d'avoir une précision de 20 µs.

Le support contenant la poudre est une glissière en polycarbonate de 50 mm de long, 2 mm de profondeur et 2 mm de large. La caméra est placée perpendiculairement à l'évolution du front de flamme (cf Figure III.9) et le comptage du nombres d'images du front de flamme permet de remonter jusqu'à la vitesse de propagation par l'Equation III.12.

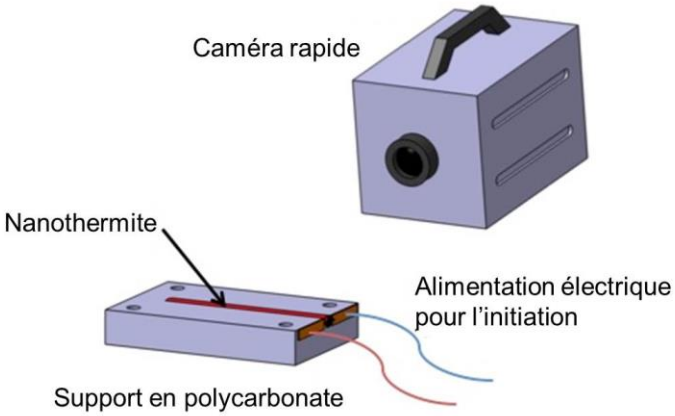


Figure III.9 : Schématisation de la mesure de la vitesse de combustion par caméra rapide.

$$V_c = \frac{d}{n}.fps \qquad \text{Equation III.12}$$

Avec V_c la vitesse de déflagration, d la distance parcourue, donc la longueur de la glissière de 50 mm, n le nombre d'images pour parcourir la distance d et fps la fréquence d'acquisition des images.

La mesure de vitesse à pression constante est réalisée avec des masses de poudre de ~ 150 mg non confinées et non compactées (< 10 % TMD). L'initiation est réalisée par un PyroMEMS alimenté sous 30 V. Trois essais sont réalisés pour chaque couple de nanothermite.

La Figure III.10 montre une image sur deux des huit premières images captées par la caméra rapide après l'initiation, soit avec 40 µs entre chaque image. On note que toutes les réactions sont très lumineuses notamment pour le couple Al / PTFE qui produit également beaucoup de fumée blanche. Le diaphragme de la caméra est très fermé pour obtenir des images traitables.

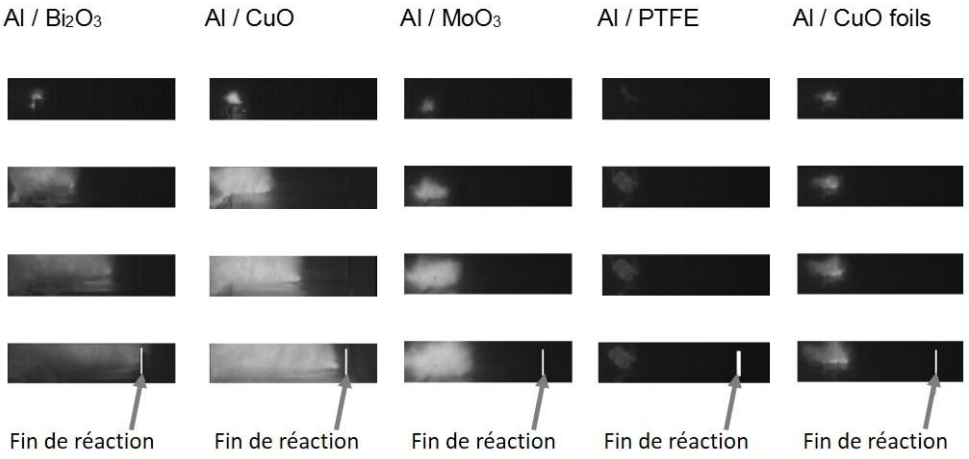


Figure III.10 : Images de la propagation de la flamme pour des nanothermites Al / Bi2O3 ; Al / CuO ; Al / MoO3 ; Al / PTFE et Al / CuO sous forme de multicouches (foils).

Le Tableau III.5 synthétise les résultats de vitesse de combustion obtenus lors de ces essais. La vitesse de combustion la plus grande est obtenue avec le couple Al / Bi_2O_3, avec une vitesse de 420 $m.s^{-1}$. Ensuite le couple Al / CuO a une vitesse de combustion de 340 $m.s^{-1}$. A titre comparatif, la vitesse de combustion des nanothermites Al / CuO sous forme de multicouches mesurée dans les mêmes conditions est plus faible : 65 $m.s^{-1}$. Le couple Al / MoO_3 a une vitesse de combustion de 100 $m.s^{-1}$. Et pour finir le couple Al / PTFE a la cinétique de réaction la plus lente (2 $m.s^{-1}$).

Tableau III.5 : Synthèse des vitesses de combustion mesurées par caméra rapide.

Composition	Vitesse de combustion ($m.s^{-1}$)	Dispersion ($m.s^{-1}$)
Al / Bi_2O_3	420	10
Al / CuO	340	20
Al / MoO_3	100	4
Al / PTFE	2	1
Al / CuO foils	65	3

III.4.4. Mesures de pression en bombe manométrique

La capacité d'une nanothermite à générer une impulsion de pression se caractérise en bombe manométrique. Il s'agit d'une enceinte fermée de volume connu, instrumentée d'un capteur de pression, dans laquelle sont placée la masse de poudre à caractériser et un initiateur. Après l'initiation de la poudre, la pression est enregistrée dans l'enceinte en fonction du temps.

Une bombe manométrique de très faible volume (9 mm^3) adaptée aux faibles volumes de nanothermites utilisés a été conçue et fabriquée au LAAS. Elle est aussi mécaniquement adaptable à un initiateur de type ESI câblé d'un PyroMEMS comme le montre la Figure III.11. Le capteur de pression est un Kistler 601H permettant de mesurer des pressions allant jusqu'à 1 000 bar. La Figure III.12 montre un schéma et la photo du banc d'essai. Le PyroMEMS initie la nanothermite située dans la bombe manométrique et provoque une montée en pression qui est mesurée par le capteur situé en vis-à-vis. Notons que le PyroMEMS contient ~ 45 µg de Al / CuO, et la quantité de nanothermite testée est comprise entre 10 mg et 50 mg. Dans le cas d'une relation linéaire entre la pression générée et la quantité de de composition testée, le PyroMEMS contribue à moins de 0,5 % sur le résultat, et sera donc négligé. L'amplificateur de charge (Kistler 5018A) permet d'amplifier le signal électrique du capteur de pression pour le transmettre à un oscilloscope.

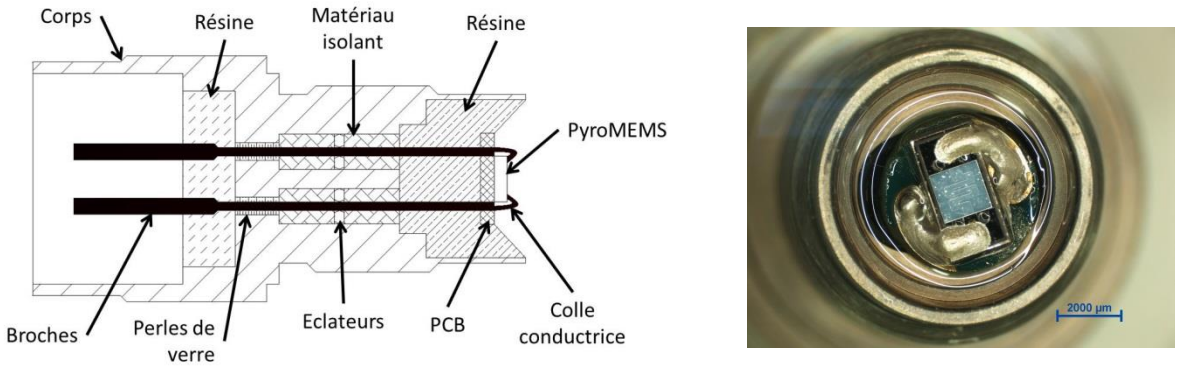


Figure III.11 : (à gauche) vue en coupe d'un initiateur type ESI câblé d'un PyroMEMS ; (à droite) photo du PyroMEMS câblé dans le corps vue dessus.

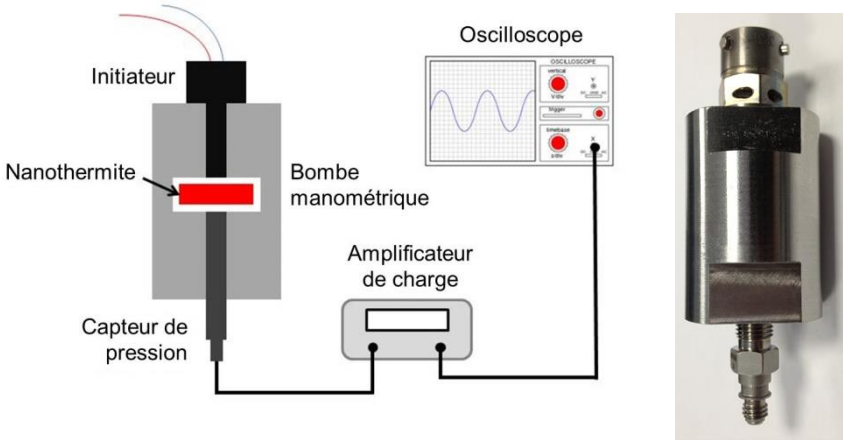


Figure III.12 : Schématisation du banc de mesure de pression par bombe manométrique.

La Figure III.13 représente une courbe de pression type obtenue sur laquelle les paramètres utilisés pour qualifier les performances des poudres sont notées. A savoir la pression maximale notée P_{max}, la rampe de pression $\Delta P / \Delta t$ et la durée entre l'application du signal électrique et le début de la montée en pression.

L'intervalle de temps pour la mesure de la pression est de 2,5 ms car seule la montée en pression jusqu'à l'obtention de la pression maximale est intéressante dans le cadre de cette étude.

Deux taux de compaction ont été étudiés : 30 % et 50 % TMD. Cela permet de déterminer le gain en pression maximal et l'influence sur la rampe de montée en pression pour chaque nanothermite.

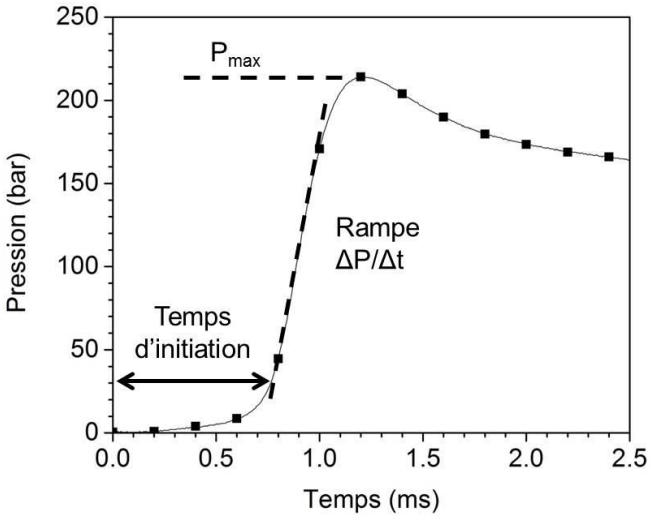


Figure III.13 : Courbe modèle de la montée en pression des nanothermites avec la signalisation des grandeurs physiques mesurées pour qualifier les performances des compositions.

Tous les couples étudiés produisent des gaz durant leur combustion comme le montre la Figure III.14 et la Figure III.15. Ces deux figures représentent l'évolution temporelle de la pression, entre l'initiation et 2,5 ms pour les différentes nanothermites compactées à : 30 % (Figure III.15) et 50 % (Figure III.14) de leur TMD. A 50 % TMD, on constate que la nanothermite Al / CuO génère la plus forte pression (380 bar) suivi par Al / Bi_2O_3 (290 bar), puis Al / PTFE (194 bar) et enfin Al / MoO_3 (118 bar). Le temps d'initiation du couple Al / Bi_2O_3 est le plus court (15 µs) suivi par les couples Al / CuO et Al / MoO_3 (180 µs) alors que la composition Al / PTFE s'initie en 0,5 ms.

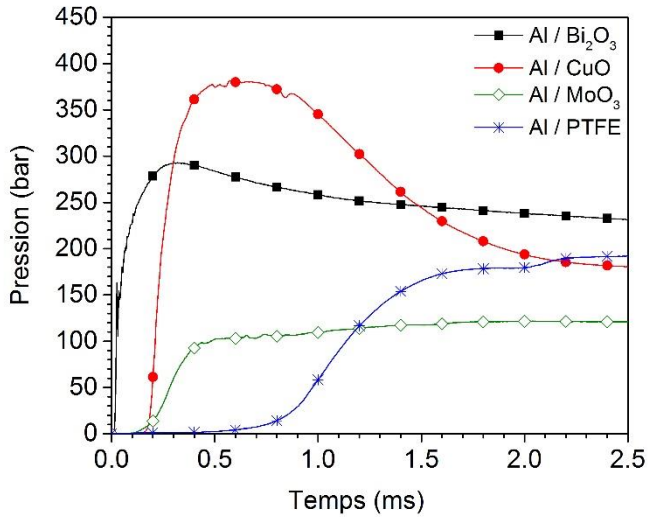


Figure III.14 : Evolution temporelle de la pression en bombe manométrique dans un volume de 9 mm^3 pour les différents couples de nanothermites compactées à 50 % TMD.

A 30 % TMD c'est la composition Al / Bi_2O_3 qui devient la plus performante : son temps d'initiation est le plus court (5 µs) et la pression maximale atteinte est de 216 bar. Le couple Al / CuO vient en suivant avec un temps d'initiation de 15 µs et une pression maximale atteinte de 167 bar. Le couple Al / PTFE vient ensuite avec une pression maximale de 131 bar et enfin le couple Al / MoO_3 avec 71 bar.

Enfin la composition Al / Bi_2O_3 possède la rampe de montée en pression la plus rapide avec 43,3 $bar.\mu s^{-1}$ contre un maximum de 2,2 $bar.\mu s^{-1}$ pour le meilleur des autres nanothermites (Al / CuO à 50 % TMD).

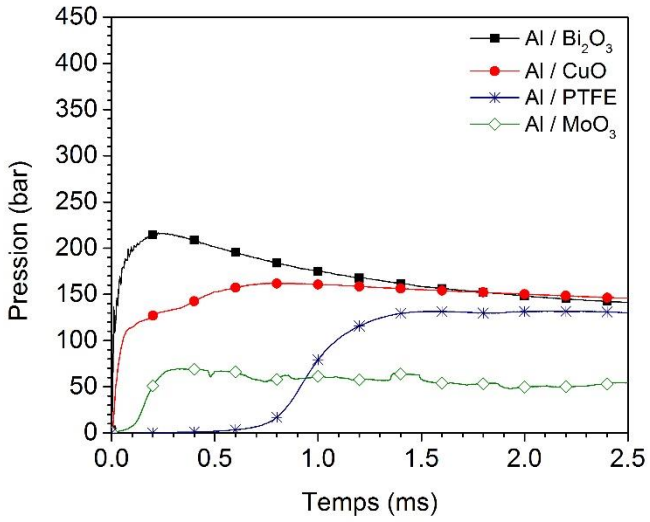


Figure III.15 : Evolution temporelle de la pression an bombe manométrique dans un volume de 9 mm^3 pour les différents couple de nanothermite compacté à 30 % TMD.

Le Tableau III.6 récapitule les valeurs notables de ces essais de mesure de pression en bombe manométrique.

Tableau III.6 : Synthèse des analyses des mesures de pression en bombe manométrique pour les différentes compositions compactées à 30 % et 50 % TMD.

Thermite 50 % TMD	Temps d'initiation (µs)	Rampe de pression (bar.µs^{-1})	P_{max} (bar)
Al / Bi_2O_3	15 ± 1	43,3 ± 8,5	290 ± 0,45
Al / CuO	180 ± 5	2,2 ± 0,2	380 ± 35
Al / MoO_3	180 ± 5	0,35 ± 0,03	120 ± 3,5
Al / PTFE	750 ± 20	0,25 ± 0,02	190 ± 5
Thermite 30 % TMD	Temps d'initiation (µs)	Rampe de pression (bar.µs^{-1})	P_{max} (bar)
Al / Bi_2O_3	5 ± 1	57,6 ± 8,2	216 ± 0,6
Al / CuO	15 ± 1	1,7 ± 0,02	167 ± 5
Al / MoO_3	80 ± 3	0,35 ± 0,05	74 ± 5
Al / PTFE	700 ± 20	0,27 ± 0,04	131 ± 4

Le couple Al / Bi_2O_3 semble le plus adapté à notre application car il est le plus réactif avec une montée en pression de 43,3 bar.µs^{-1} à 50 % TMD et 57,6 bar.µs^{-1} à 30 % TMD, loin devant Al / CuO qui est de l'ordre de 2 bar.µs^{-1}. De plus le couple Al / Bi_2O_3 génère le plus de pression à 30 % TMD. **Pour la suite de cette étude nous réaliserons donc les expériences avec le couple Al / Bi_2O_3**.

Cependant le couple Al / Bi_2O_3 est connu pour sa grande sensibilité aux décharges électrostatiques avec une énergie d'initiation de 0,075 µJ pour Al 80 nm et Bi_2O_3 40 nm [III.27]. Ainsi nous le doperons avec du carbone graphite sous forme de particule de 5,5 µm afin de réduire sa sensibilité. Nous doperons également le mélange avec du PTFE qui devrait contribuer à la production de gaz et donc de pression. On suppose que le PTFE, de formule brute C_2F_4 ne participe pas à la réaction mais qu'il se décompose en du carbone solide C et un composé fluorocarboné gazeux CF_4.

Le mélange sera réalisé dans les mêmes conditions que dans le protocole décrit dans la section III.3.3.

Une courbe de pression du mélange Al / Bi_2O_3 + 13 % en masse de PTFE compacté à 45 % TMD est donné sur la Figure III.16 en comparaison avec Al / Bi_2O_3 compacté à 50 % TMD. Notons que le délai d'initiation est allongé de 30 µs, la rampe de pression est plus faible : 3,15 bar.µs^{-1} contre 43,3 bar.µs^{-1} pour le couple Al / Bi_2O_3. Enfin la pression générée est plus importante avec du PTFE puisque le maximum atteint 1 023 bar contre 290 bar sans PTFE. L'augmentation est de 350 %. Un compromis doit donc être trouvé sur la quantité de PTFE à ajouter dans la composition pour obtenir une grande quantité de gaz sans trop pénaliser la cinétique de montée en pression.

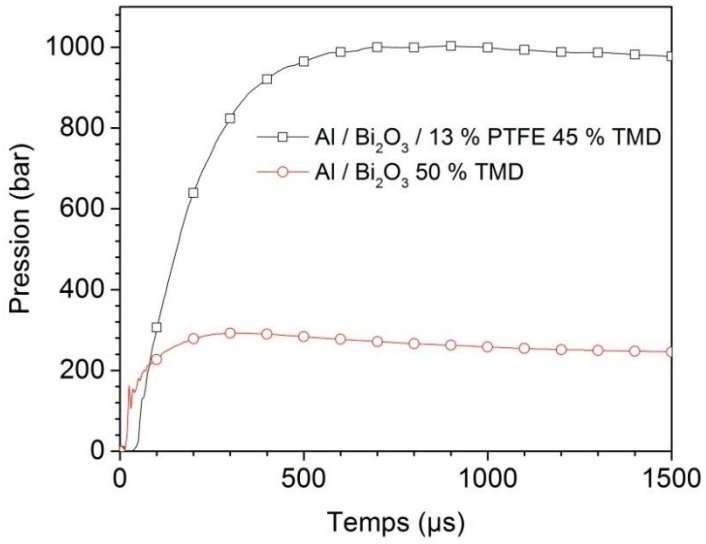


Figure III.16 : Courbes de pression en bombe manométrique de la nanothermites Al / Bi_2O_3 avec et sans PTFE.

III.5. Modélisation de la propulsion d'un paillet à partir de nanothermite en poudre

Cette modélisation s'appuie sur la balistique intérieure puisque notre système consiste en une poudre qui brûle dans une chambre de combustion et accélère un projectile (paillet) à travers un canon. C'est exactement équivalent au fonctionnement d'un engin propulseur à poudre ou d'une arme.

La balistique intérieure modélise l'inflammation, l'évolution de la pression dans la chambre de combustion, la mise en mouvement du projectile et sa dynamique dans le canon. Nous allons appliquer ce type de modèle à l'inflammation de la nanothermite, sa combustion dans une chambre de combustion et la propulsion du paillet. Avant de décrire et expliquer le modèle, nous proposons de revenir sur quelques notions importantes en balistique intérieure.

III.5.1. Quelques notions de balistique intérieure

Une munition classique est généralement composée d'une douille, d'une capsule d'amorçage, d'une charge propulsive et d'un projectile comme le montre la Figure III.17.

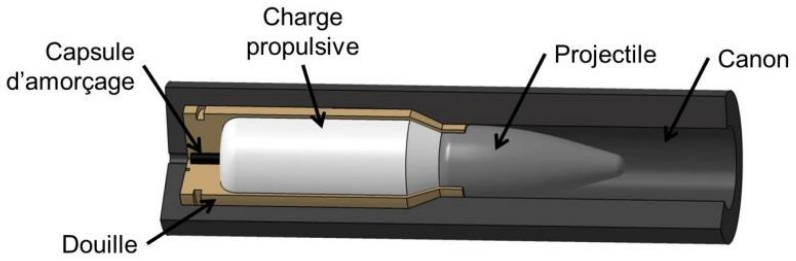


Figure III.17: Vue en coupe d'une munition dans un canon avec description des éléments constitutifs.

La capsule d'amorçage contient l'explosif primaire qui réagit lorsque le percuteur de l'arme est activé. La réaction de cet explosif primaire va enflammer la charge propulsive. La pression dans la chambre de combustion augmente jusqu'à atteindre une pression seuil de mise en mouvement du projectile, qui peut atteindre quelques milliers de bars selon le type d'armement. La poudre poursuit sa combustion lorsque le projectile se met en mouvement et donc le volume augmente en conséquence. S'entame alors une compétition entre la montée en pression due aux gaz générés par la combustion de la poudre et la diminution de la pression due à l'augmentation du volume au dos du projectile.

Au début de la mise en mouvement du projectile, la pression ne diminue pas car l'augmentation de volume derrière le projectile est compensée par production de gaz de la charge propulsive. La pression croît donc toujours mais moins rapidement jusqu'à atteindre une valeur maximale, généralement atteinte lorsque le projectile a parcouru 1/10ème de la

longueur du canon. Selon le type d'arme, la pression maximale est de quelques kilobars, 7 000 bars pour un canon de tank de 120 mm.

Ensuite, la production de gaz ne compense plus l'augmentation du volume au dos du projectile qui a atteint une vitesse importante (> Mach 1). La pression diminue donc progressivement alors que la combustion de la poudre continue. **Une bonne conception du système propulsif est lorsque la poudre termine sa combustion et que le projectile atteint le bout du canon**. En effet si la combustion s'arrête avant que le projectile sorte du canon, la pression chute et impacte négativement la vitesse du projectile à la sortie du canon. Si la combustion n'est pas terminée lorsque le projectile sort du canon, une grande flamme est émise de la bouche du canon ce qui constitue un danger potentiel pour l'utilisateur.

Les deux graphiques de la Figure III.18 illustrent les considérations précédentes en donnant l'évolution type de la pression et de la vitesse du projectile en fonction du temps puis en fonction de l'avancée du projectile.

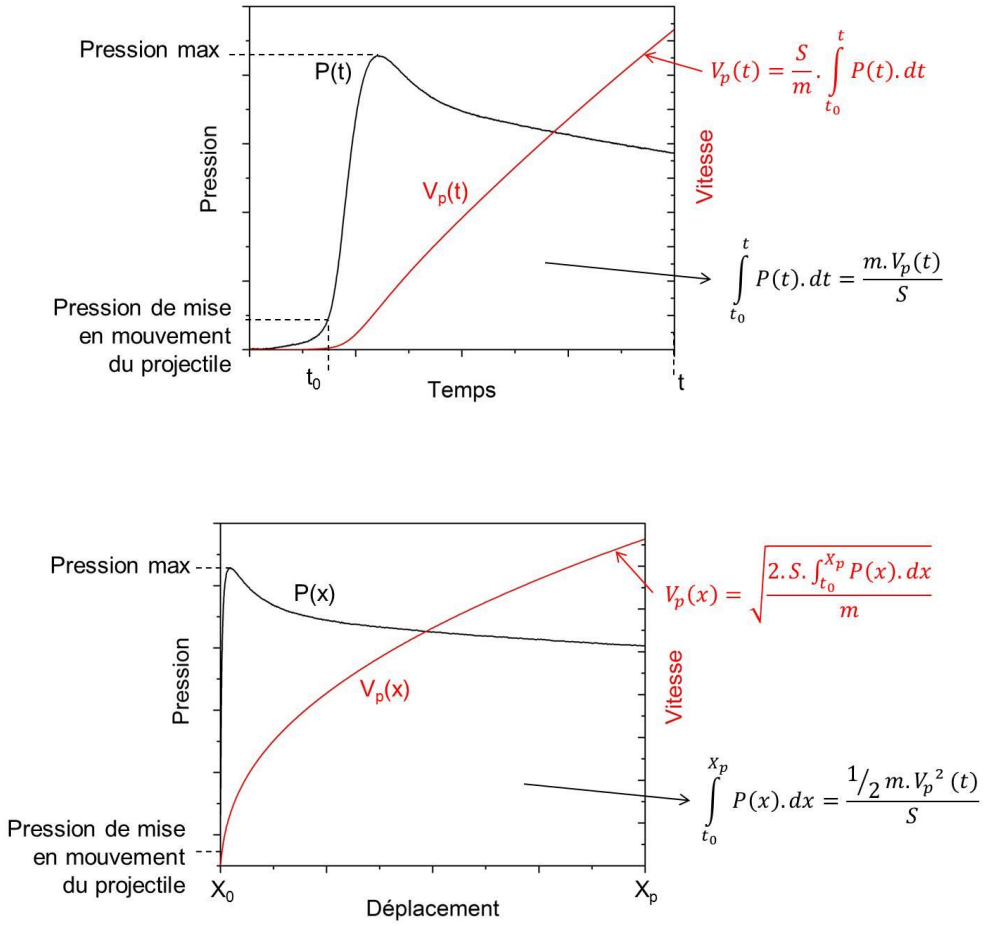


Figure III.18: Evolution de la pression au dos d'une munition et de la vitesse du projectile en fonction du temps (en haut) ou de la position du projectile (en bas).

Le micro détonateur à impact fonctionnant sur le même principe qu'un engin propulsif, sa modélisation utilisera les lois ci-dessus énoncées. Toutefois, notre détonateur ayant une taille très réduite (millimétrique) par rapport aux munitions modélisées dans la littérature, certains paramètres empiriques ne sont pas transposables. Notons que la longueur du canon est de dimension millimétrique (< 10 mm) implique des temps de combustion considérablement plus courts (~ 10 µs), comparativement aux systèmes de tailles plus importantes.

Et enfin, dans le micro détonateur, le projectile est une partie de l'opercule fermant la chambre de combustion qui sera cisaillé sous l'effet de la force de pression et non pas un objet serti. S'ajoute donc l'étude du cisaillement dynamique de cet objet.

Compte tenu de la complexité du système et de son fonctionnement, nous aborderons la conception en faisant des aller-retour permanents entre modélisation / expérimentations et en progressant pas à pas dans la compréhension de chacune des parties de façon indépendante d'abord puis couplée deux à deux, avant de concevoir un banc de tests permettant de valider nos conceptions.

III.5.2. Description du modèle

Le modèle de balistique intérieure est le couplage d'un modèle de combustion de la nanothermite, d'un modèle thermodynamique et d'un modèle cinétique que nous décrivons en détail après avoir exposé les hypothèses.

a. Les dimensions du micro détonateur

La Figure III.19 et la Figure III.20 représentent la partie modélisée avant et après la mise à feu. On notera D_{ch} le diamètre, L_{ch} la longueur de la chambre de combustion, D_{ca} le diamètre et L_{ca} la longueur du canon. On note aussi V_{ch} le volume de la chambre de combustion et V' le volume supplémentaire derrière le projectile quand il est en mouvement.

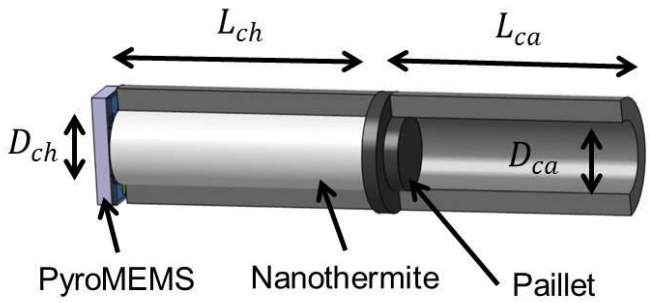


Figure III.19 : Schéma de la partie modélisée du détonateur IFI avant la mise à feu.

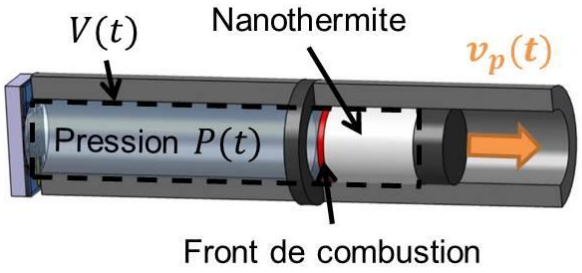


Figure III.20 : Schéma de la partie modélisée du détonateur IFI pendant le cycle de balistique intérieure.

Les paramètres du modèle sont les suivants :

- la masse de poudre de nanothermite m_{poudre},
- la vitesse de combustion de la composition à base de nanothermite v_{comb},
- La température de réaction adiabatique de la composition T,
- La pression de mise en mouvement du projectile.

Les grandeurs dimensionnelles sont les suivantes :

- diamètre de la chambre de combustion : D_{ch},
- longueur de la chambre de combustion : L_{ch},
- diamètre du canon: D_{ca},
- longueur du canon: L_{ca}.

Les grandeurs à calculer sont les suivantes :

- la pression dans la chambre de combustion $P(t)$,
- l'accélération a_p, la vitesse v_p et le déplacement x_p du paillet.

b. Les hypothèses

La nanothermite utilisée dans cette modélisation est un composé Al / Bi_2O_3 avec une quantité indépendante de PTFE noté x % PTFE, avec x % le pourcentage en masse de PTFE dans le mélange final (x < 20 %).

Nous supposons que la réaction est isotherme. La vitesse de combustion est considérée constante dans la chambre de combustion et indépendante de la pression. L'énergie de la nanothermite est supérieure à l'énergie mécanique transférée au projectile même dans le cas où la combustion s'arrête rapidement après la rupture du projectile, ce qui nous permet de découpler le modèle mécanique du modèle thermodynamique.

Lorsque la combustion est terminée et que le projectile est toujours en mouvement dans le canon, nous considérons que la transformation est adiabatique même si les phénomènes sont essentiellement irréversibles.

III.5.3. Modèle de combustion de la nanothermite

Nous supposons que deux réactions se produisent en même temps dans la chambre de combustion, la première est la réaction de la nanothermite (Equation III.13), et la seconde est la décomposition du PTFE sous l'effet de la chaleur (Equation III.14). On considère que le PTFE ne participe pas à réaction de la nanothermite et qu'il se décompose après 600 °C en carbone solide et considéré sous forme graphite, car la température d'ébullition est d'environ 3 825 K, et en tétrafluorure de carbone (CF_4) sous forme gazeuse.

$$2.Al + Bi_2O_3 \rightarrow Al_2O_3 + 2.Bi$$ Equation III.13

$$C_2F_4 \rightarrow C(s) + CF_4(g)$$ Equation III.14

Des calculs préliminaires, réalisés par V. Baijot au sein de notre équipe de recherche et publiés dans *Propellant, Explosives, Pyrotechnics* en 2015 [III.35], montrent que pendant la réaction de la nanothermite Al / Bi_2O_3 tous les éléments ne sont pas sublimés. Seule une partie du bismuth est vaporisé pendant la réaction. Le reste est à l'état liquide et l'alumine semble rester à l'état solide. La proportion calculée entre le bismuth gazeux et le bismuth liquide dépend du taux de compaction de la poudre (% TMD) et elle est approchée par l'équation suivante et représentée par la courbe sur la Figure III.21 :

$$\frac{Bi(g)}{Bi(l)} = 0{,}718.e^{-\frac{\%TMD}{0{,}135}} = \tau_{\%TMD}$$ Equation III.15

La proportion calculée par des modèles thermodynamiques demande du temps et le calcul est réalisé pour un pourcentage de TMD donné. Afin de réduire le temps de calcul et d'avoir la proportion pour chaque % TMD, nous utiliserons la formule dite approchée pour la suite des calculs.

On considère que le bismuth gazeux reste sous forme de gaz durant le calcul.

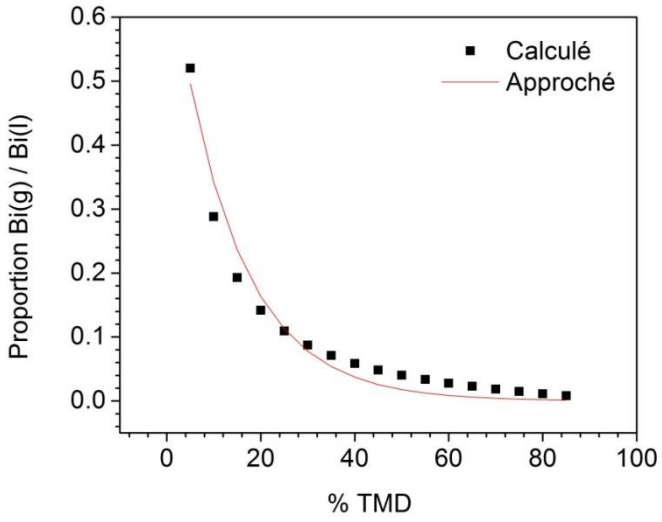


Figure III.21 : Courbes représentant la proportion de bismuth gazeux par rapport au bismuth liquide durant la réaction aux points calculés et la courbe approchée utilisée dans le calcul de balistique intérieure.

Du PTFE (C_2F_4) est rajouté dans le mélange représentant x % de la masse de nanothermite. La proportion de PTFE notée p_{PTFE}, est défini au départ. La proportion d'aluminium p_{Red} dans le mélange et la proportion du Bi_2O_3 p_{Ox} qui se calculent avec les équations suivantes :

$$p_{Red} = \frac{1 - p_{PTFE}}{1 + \Delta_{ST\ réel}} \qquad \text{Equation III.16}$$

$$p_{Ox} = 1 - p_{PTFE} - p_{Red} \qquad \text{Equation III.17}$$

La masse de la poudre est :

$$m_{poudre} = m_{Al} + m_{Al_2O_3 i} + m_{Bi_2O_3} + m_{C_2F_4} \qquad \text{Equation III.18}$$

Avec :

$$m_{Al} = \varphi.p_{Red}.m_{poudre}.r(t) \qquad \text{Equation III.19}$$

$$m_{Al_2O_3} = (1 - \varphi).p_{Red}.m_{poudre}.r(t) \qquad \text{Equation III.20}$$

$$m_{Bi_2O_3} = p_{Ox}.m_{poudre}.r(t)$$ Equation III.21

$$m_{C_2F_4} = p_{PTFE}.m_{poudre}.r(t)$$ Equation III.22

La masse de gaz issue de la réaction de la nanothermite est :

$$m_{gaz} = \left(m_{Bi(g)} + m_{CF_4(g)}\right).r(t)$$ Equation III.23

$r(t)$ représente l'avancement de la combustion, $0 < r(t) < 1$ avec $r(t) = 0$ le début de la réaction et $r(t) = 1$ la fin.

$m_{Bi(g)}$ est la masse de bismuth vaporisée et m_{CF_4} est la masse de tétrafluorure de carbone.

$$m_{Bi(g)} = n_{Bi}.\frac{\tau_{\%TMD}}{1 + \tau_{\%TMD}}.M_{Bi}$$ Equation III.24

$$m_{CF_4(g)} = \frac{p_{PTFE}.m_{poudre}}{1 + \frac{M_{CF_4}}{M_C}}$$ Equation III.25

Dans le cas d'une réaction complète, en proportion stœchiométrique, le nombre de mole de bismuth issu de la réaction est égal au nombre de mole initiale dans la poudre. Donc :

$$n_{Bi} = n_{Al} = \frac{m_{Al}}{M_{Al}}$$ Equation III.26

Dans notre cas, on considère que l'avancement de la réaction $r(t)$ dépend de la vitesse de combustion v_{comb} qui est supposée constante. Ainsi :

$$r(t) = \frac{v_{comb}}{L_{ch}}.t$$ Equation III.27

Supposer la vitesse de combustion constante permet de simplifier le problème. Etant donné que nous n'avons pas de données sur le comportement de la combustion de nanothermite en fonction de la densité de chargement, de la température de réaction pour utiliser une loi d'Arrhenius ou de la pression pour utiliser une loi de Kistiakowski.

La vitesse de combustion à pression constante de la composition **Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE** est mesurée à **370 m.s^{-1}**. L'ajout du PTFE ralentit la propagation de la flamme puisque sans PTFE la vitesse de combustion était de 420 m.s^{-1}.

a. Le modèle thermodynamique

Pour le modèle thermodynamique, nous considérons le gaz issu de la réaction parfait bien que les pressions soient très fortes. Une loi proche de celle de Van der Waals serait sans doute plus adaptée à notre cas mais cela requiert de connaître le covolume des produits de réaction gazeux ce qui n'est pas facile.

On suppose également que lorsque le projectile n'est pas mis en mouvement, toute l'énergie de la combustion de la nanothermite est fournie au gaz.

L'équation d'état est celle des gaz parfaits :

$$P = \frac{n.R.T}{V} \qquad \text{Equation III.28}$$

Avec R la constante universelle des gaz parfaits, T la température de réaction considérée constante et égale à la température de réaction adiabatique et n est le nombre de mole de gaz issue de la réaction calculée par le modèle de combustion.

Le volume V est le volume disponible pour les gaz. Il s'agit donc du volume qui se trouve à l'arrière du projectile ($V_{ch} + V'$, V' étant le volume créé par le déplacement du projectile) moins le volume de la poudre non réagie V_{Pnr} moins les produits de poudre solides et liquides issus de la réaction V_{Ps}.

$$V = V_{ch} + V' - V_{Pnr} - V_{Ps} \qquad \text{Equation III.29}$$

Le volume de poudre non réagi V_{Pnr} et les produits de réaction sont calculés par le rapport entre la masse et la masse volumique de chaque élément :

$$V_{élément} = \sum \frac{m_{élément\ i}}{\rho_{élément\ i}}$$ Equation III.30

On peut déterminer la pression maximale théorique dans la chambre de combustion sans le mouvement du paillet. Connaissant le nombre de mole de gaz issu de la réaction et le volume des produits solides et liquides en fin de combustion $V_{Ps\ total}$, on peut calculer la pression maximale théorique $P_{Th\ max}$ par l'expression suivante :

$$P_{Th\ max} = \frac{T.R.\left(n_{Bi} + n_{CF_4}\right)}{\left(V_{ch} - V_{Ps\ total}\right)}$$ Equation III.31

b. Le modèle cinétique

Le système considéré pour la mise en équation du modèle cinétique est l'ensemble {poudre non réagie + projectile}. L'initiation de la poudre se fait à la partie opposée du paillet, donc on considère que la poussée s'exerce sur le lit de poudre non réagi dont la masse diminue au fur et à mesure que la réaction se propage et sur le paillet. Le référentiel est galiléen, on applique le Principe Fondamentale de la Dynamique, ce qui nous donne :

$$P(t) = \frac{4.(m_p + m_{Pnr})}{\pi.{D_{ca}}^2}.a_p(t)$$ Equation III.32

Avec m_p la masse du paillet, m_{Pnr} la masse de la poudre qui n'a pas encore réagi et x_p la position du projectile.

Cette équation permet de calculer l'accélération du paillet a_p, et par intégration on calcul la vitesse du paillet v_p, et par une double intégration par rapport au temps, on calcule le déplacement du paillet x_p.

$$v_p(t) = \int a_p(t).dt$$ Equation III.33

$$x_p(t) = \int v_p(t).dt$$ Equation III.34

Le déplacement du paillet agrandit le volume V par l'augmentation du volume V' qui s'écrit en fonction de la position du paillet :

$$V' = \frac{\pi . {D_{ca}}^2}{4} . x_p \qquad \text{Equation III.35}$$

III.5.4. Résolution du problème

Nous avons programmé les différentes équations sous Matlab. Pour ce faire, nous avons discrétisé les éléments en fonction du temps comme ce qui suit :

$$t_{i+1} = t_i + dt$$

dt est le pas de temps utilisé pour le calcul. Il en est de même pour les autres variables, et on note les dérivées de la manière suivante :

$$\frac{dX}{dt} \rightarrow \frac{X_i - X_{i-1}}{dt}$$

$$\frac{d^2X}{dt^2} \rightarrow \frac{X_i - 2.X_{i-1} + X_{i-2}}{dt^2}$$

Le critère d'arrêt du calcul est la distance parcourue par le paillet. On arrête le calcul lorsqu'il atteint la sortie du canon. On peut distinguer trois différentes phases de fonctionnement selon la combustion de la poudre :

Première phase : la poudre de nanothermite s'initie et génère une pression insuffisante pour rompre le paillet et le mettre en mouvement.

Deuxième phase : la pression générée est suffisante pour rompre et mettre en mouvement le paillet. Le projectile est accéléré et la combustion de la poudre se poursuit.

Troisième phase : la combustion de la poudre est terminée mais le paillet n'a pas encore atteint la sortie du canon. La pression n'est plus alimentée par la combustion et décroît au fur et à mesure que le paillet avance. L'accélération du paillet diminue donc. Cette phase n'existe que si le paillet n'a pas atteint la sortie du canon lorsque la combustion est terminée.

a. Première phase : $P < P_{rupt}$, $x_p = 0$ et $r < 1$

Dans cette phase, la poudre réagit ($r < 1$) dans la chambre de combustion fermée. La pression augmente dans la chambre mais reste insuffisante pour rompre et mettre en mouvement le paillet.

La transformation est considérée comme adiabatique, donc il n'y a pas d'échange de chaleur avec l'extérieur. Le système est fermé et ses parois sont considérées rigides ne subissant pas de déformation, il n'y a donc pas de travail échangé avec l'extérieur. La pression est calculée par la loi des gaz parfaits :

$$P(t) = \frac{T.R.n_{gaz}(t)}{(V_{ch} - V_{Pnr}(t) - V_{Ps}(t))} \qquad \text{Equation III.36}$$

Avec :

$$n_{gaz}(t) = \left(n_{Bi} + n_{CF_4}\right).r(t) \qquad \text{Equation III.37}$$

Une fois la pression de rupture du projectile atteinte, on passe à la seconde phase.

b. Seconde phase : $P > P_{rupt}$, $x_p > 0$ et $r < 1$

Le projectile est mis en mouvement, le calcul de la pression doit prendre en compte la variation du volume induite par le déplacement du paillet dans le canon. On a donc :

$$P(t) = \frac{T.R.n_{gaz}(t)}{\left(V_{ch} + \frac{\pi.D_{ca}{}^2}{4}.x_p(t) - V_{Pnr}(t) - V_{Ps}(t)\right)} \qquad \text{Equation III.38}$$

Dans cette phase, il y a une compétition entre la génération des gaz de combustion et l'augmentation du volume de la chambre. Il y a donc souvent un changement de pente de la pression dans cette phase, au début croissante puis décroissante. La pression dans la chambre propulse le paillet et la poudre non réagie, l'accélération dans cette phase est calculée par l'Equation III.39.

$$a_p(t) = \frac{\pi.D_{ca}^2}{4.(m_p + m_{Pnr})}.P(t) \qquad \text{Equation III.39}$$

Si le paillet atteint la fin du canon et que la poudre ne s'est pas entièrement consommée, la modélisation se termine durant cette phase.

Si la poudre est entièrement consommée avant d'atteindre la sortie du canon, on entre dans la troisième phase.

c. Troisième phase : $P > P_{rupt}$, $x_p > 0$ et $r = 1$

La poudre s'est complétement consommée. La pression chute rapidement car la combustion ne permet plus de maintenir la pression qui chute par l'augmentation du volume lié au déplacement du paillet. La pression est calculée par l'expression suivante :

$$P(t) = \frac{T.R.\left(n_{Bi} + n_{CF_4}\right)}{\left(V_{ch} + \frac{\pi.{D_{ca}}^2}{4}.x_p(t) - V_{Ps\ total}\right)} \qquad \text{Equation III.40}$$

La pression n'agit plus que sur le paillet puisque toute la poudre a réagi ; donc l'accélération dans cette phase est calculée par l'Equation III.41.

$$a_p(t) = \frac{\pi.D_{ca}^2}{4.m_p}.P(t) \qquad \text{Equation III.41}$$

III.5.5. Résultats du modèle

Pour la simulation nous considérons une chambre de combustion de 11 mm de long et 2,8 mm de diamètre, un canon de 5 mm de long et une composition nanothermite Al / Bi_2O_3 + 5 % en masse de PTFE ayant une vitesse de combustion de 370 $m.s^{-1}$. Enfin la chambre est fermée avec un paillet en inox de 0,2 mm d'épaisseur ayant une pression de rupture de 714 bar.

Les évolutions temporelles de la pression modélisée et de la vitesse du paillet sont données sur la Figure III.22.

Avec une vitesse de combustion de 370 $m.s^{-1}$, la poudre est entièrement consommée en moins de 30 µs. Sur la courbe de pression de la Figure III.22, on constate que la pression ne diminue pas entre la pression de rupture du paillet (~ 15 µs) et la fin de la combustion (30 µs). La poudre génère donc suffisamment de gaz pour compenser l'augmentation du volume. La pression atteint 1 200 bar et permet théoriquement de propulser le paillet à une vitesse de 730 $m.s^{-1}$.

Cependant il est nécessaire de déterminer les limites de ce modèle basé sur des hypothèses simplificatrices tant sur le modèle de combustion que sur la propulsion du paillet. La section suivante est la description d'un banc d'essai permettant d'évaluer les prédictions théoriques.

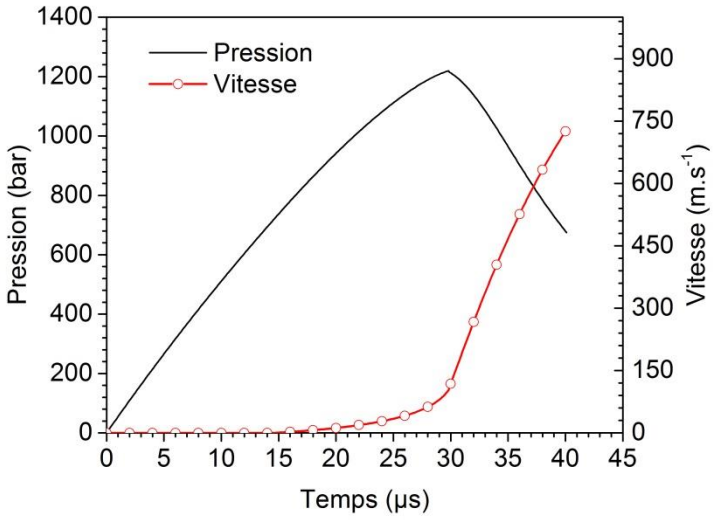


Figure III.22 : Evolution temporelle de la pression et de la vitesse théorique lors de la propulsion du paillet.

III.6. Propulsion de paillet par nanothermite

Pour valider le modèle proposé ci-dessus, un banc d'essais a été conçu au LAAS et réalisé par SVL (Société VEROT LARUE). La mesure des vitesses de paillet requiert du matériel spécifique, on a choisi une mesure indirecte par mesure de la pression dans la chambre de combustion. Même si cela ne remplace pas la mesure de vitesse du paillet, nous avons une validation partielle du modèle.

Le dispositif conçu est composé d'un initiateur identique aux essais de tir en bombe manométriques décrits dans la section III.4.4, d'une chambre de combustion, d'un capteur de pression Kistler 6215 permettant de mesurer les pressions dynamiques jusqu'à 6 000 bar, d'un canon et d'un paillet interchangeable comme le montre la Figure III.23. Les seules pièces consommables sont le paillet et l'initiateur. La chambre de combustion et le canon sont réutilisables, ce qui limite les coûts des expérimentations.

Un effort important a été effectué sur l'étanchéité entre la chambre de combustion et le paillet car les pressions sont estimées à plus de 100 bar. Ainsi un joint torique en silicone est placé sur la surface de la chambre de combustion, représenté en noir sur la Figure III.23.

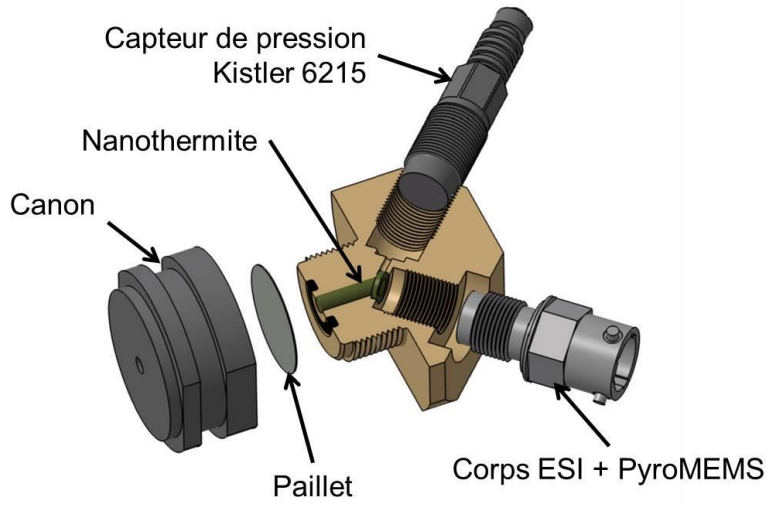


Figure III.23 : Vue éclatée en 3D du canon, du paillet et de la chambre de combustion (en coupe) intégrant de la nanothermite, un initiateur et un capteur de pression Kistler 6215.

Comme schématisé sur la Figure III.24, le système de propulsion représentatif du détonateur est monté sur un banc face à une plaque en aluminium qui recueillera le paillet par indentation. L'empreinte de l'impact du paillet sur l'aluminium étant caractéristique de l'énergie d'impact, permettra de réaliser une comparaison des différentes conditions de tests avec les différentes compositions de nanothermites.

Avant de présenter les résultats, nous détaillons chacun des éléments du banc de test.

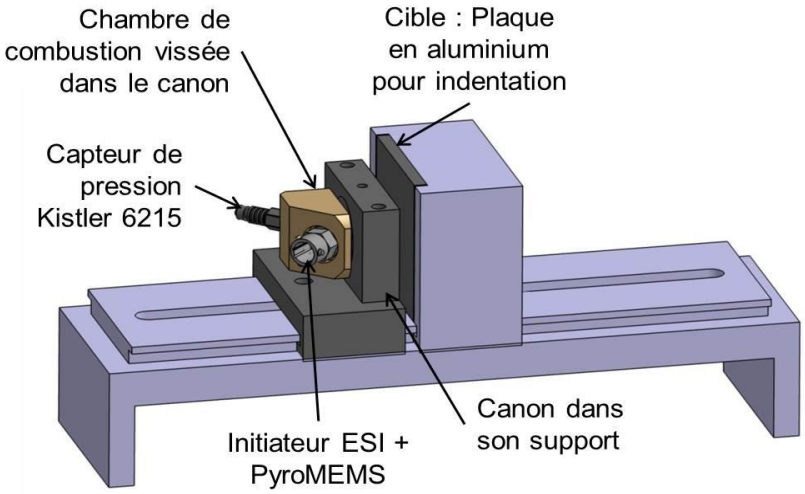


Figure III.24 : Schéma du banc d'essais de propulsion de paillet par nanothermite par indentation sur plaque d'aluminium.

III.6.1. La chambre de combustion

La chambre de combustion est usinée en laiton par la société SVL. La chambre de combustion à un diamètre de 2,8 mm pour une longueur de 10 mm, plus un volume proche de l'initiateur de 5,5 mm de diamètre sur une hauteur de 1 mm. Le volume total de chargement est donc de 72,85 mm^3.

Le capteur de pression est monté avec une protection thermique type 6565A et deux joints d'étanchéité : un placé au niveau du capteur et l'autre au niveau du bouclier thermique, fournis par le fabriquant, comme le montre la Figure III.25.

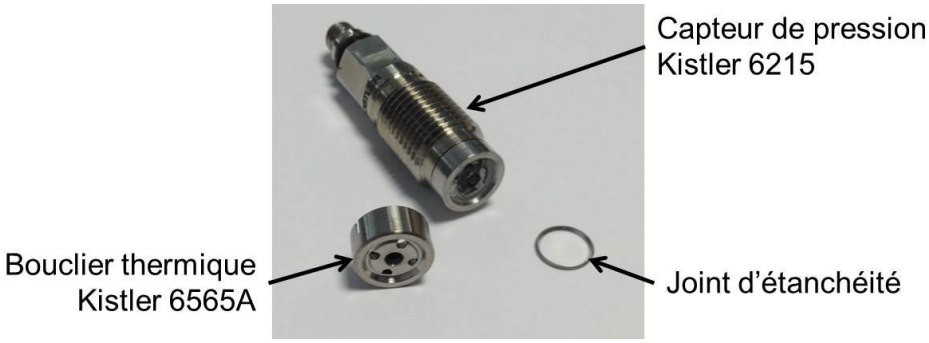


Figure III.25 : Photo du capteur de pression Kistler 6215 avec un bouclier thermique et son joint d'étanchéité.

L'initiateur et le capteur de pression sont placés avec un angle de 45 ° par rapport à la chambre de combustion en considérant que cela n'influence ni la propagation du front de combustion, ni la mesure de pression.

III.6.2. Le paillet

Pour valider le modèle de balistique intérieure, on utilise un paillet en acier inoxydable (AISI 304) clinquant non usiné dont l'épaisseur à propulser est égale à l'épaisseur à casser (Limite de rupture = 500 MPa).

Considérant un paillet de diamètre 2,8 mm et d'épaisseur 200 µm, la pression de rupture du paillet est calculée à 714 bar.

III.6.3. Le canon

Le canon utilisé pour valider le modèle de balistique intérieure est en inox Z15 CN 16-02, de diamètre 2,8 mm et de longueur 5 mm. La chambre de combustion instrumentée est vissée dans le canon faisant office d'écrou avec un filetage métrique M20 (pas : 1 mm). Le paillet en clinquant inox AISI 304 est coincé dans la butée entre la chambre de combustion et le canon.

III.7. Confrontation des résultats expérimentaux et théoriques

Les résultats du modèle sont confrontés aux résultats expérimentaux afin d'ajuster au mieux les paramètres du modèle, notamment la vitesse de combustion.

Un premier essai a été réalisé avec 234,2 mg de Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE dans la chambre de combustion de 11 mm de long, compactée à 50 % TMD, soit une masse de 234,2 mg.

La pression expérimentale est donnée en fonction du temps sur la Figure III.26.

La vitesse de combustion permettant de décrire au mieux les données expérimentales est de 5 $m.s^{-1}$, soit 74 fois moins que la valeur mesurée de 370 $m.s^{-1}$. Pour consommer la nanothermite sur 11 mm, il faut 2,2 ms et non pas 30 µs prévu dans le modèle. Le paillet atteint la sortie du canon en 380,4 µs, donc seul 17,3 % de la poudre est consommé.

En adaptant la vitesse de combustion dans le modèle à 5 $m.s^{-1}$, la courbe de pression obtenue théoriquement est proche des valeurs expérimentales. Une explication possible de cette grosse différence sur les valeurs de vitesses de combustion est la suivante : la poudre brûle à vitesse constante et rapidement au début, puis nous observons un ralentissement de la vitesse de combustion lorsque la pression augmente (> 80 bar) qui peut être dû à une densification du lit de poudre, bloquant ainsi le flux gazeux précédant le front de flamme pénalisant la convection, moteur d'une combustion rapide.

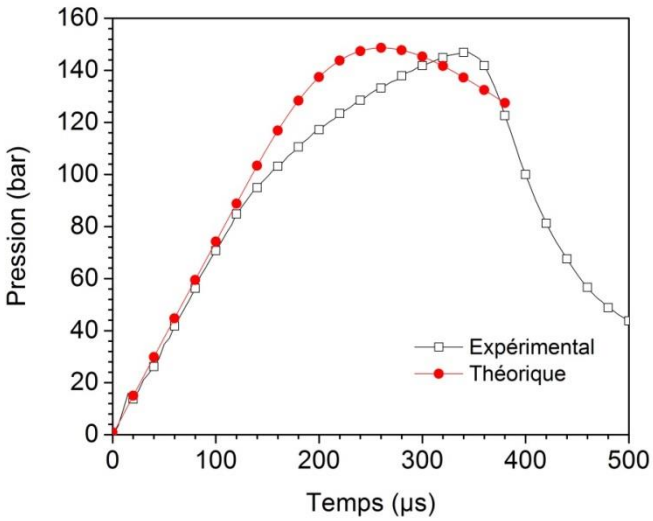


Figure III.26: Comparaison entre courbe expérimentale et théorique de la pression dans la chambre de combustion pour un essai et une simulation avec Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE chargé à 50 % TMD et avec un projectile en inox de 200 µm d'épaisseur dans une chambre de combustion de 11 mm de long, 2,8 mm de diamètre et un canon de 5 mm.

La densité du lit de poudre influe beaucoup la vitesse de combustion. L'équipe américaine de M. Pantoya [III.23] décrit un ralentissement de la cinétique de combustion de nanothermites Al / MoO_3 lorsque la densité de chargement augmente. La vitesse passe de ~ 500 $m.s^{-1}$ pour une densité de chargement de 0,25 $g.cm^{-3}$ à 10 $m.s^{-1}$ pour une densité de chargement de 2 $g.cm^{-3}$. Dans notre cas, l'essai Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE compacté à 50 % de la TMD correspond à une densité de chargement de 3,42 $g.cm^{-3}$, alors que la densité lors de la mesure de vitesse à pression constante est inférieure à 0,3 $g.cm^{-3}$. Ainsi, une chute de vitesse, d'un facteur 74, est tout à fait justifiable par l'augmentation de la densité de chargement.

Les hypothèses d'une réaction adiabatique, sans pertes, où l'énergie de la combustion est entièrement transmise au paillet sans fuite de gaz, prise comme hypothèse explique aussi la différence entre la courbe expérimentale et théorique.

Aussi, la différence entre la courbe expérimentale et théorique peut être liée à une surestimation de la quantité de gaz générée par la combustion de la nanothermite. Il est possible que la vitesse de combustion soit supérieure à 5 $m.s^{-1}$, mais que la combustion génère moins de gaz qu'en théorie, et qu'on ne considère pas la recondensation des produits de combustion après le front.

Dans le modèle, la quantité de gaz générée par la nanothermite a été calculée à 6,42 % de la masse totale de la poudre. Sur la Figure III.26, la pression semble atteindre un maximum proche de 150 bar s'il n'y avait pas eu la rupture du paillet, estimée au point d'inflexion de la courbe expérimentale à 360 µs.

Un autre essai à 40 % TMD dans la même chambre et avec le même paillet n'a pas permis de rompre le paillet puisque la pression maximale générée est mesurée à 120 bar. Le calcul de la pression maximale théorique dans la chambre est de 972 bar à 40 % TMD et de 1 337 bar à 50 % TMD. Il semblerait que l'on considère dans le modèle une trop grande partie du bismuth sous forme gazeux alors qu'il se condense lorsque la température diminue. Le bismuth devient liquide lorsque la température T < 1 564 °C puis solide lorsque T < 271 °C. On considère également que le PTFE ne participe pas à la réaction et qu'il se décompose sous forme de tétrafluorure de carbone (CF_4) gazeux et qu'une petite partie du PTFE est solide. Or une image MEB des produits de réaction (cf Figure III.27) couplée à une analyse dispersive en énergie (EDX) permet d'observer dans les produits solides du Al_xF_y en plus de l'oxyde d'aluminium, du bismuth et du carbone. Cela montre que nos hypothèses dans le modèle de combustions doivent faire l'objet d'une étude plus approfondie si on veut déterminer plus précisément les produits de combustion. Cela ne sera pas réalisé dans le cadre de ces travaux car cela nécessite un long travail pour déterminer les chimies de décomposition de toutes les espèces non connues à ce jour.

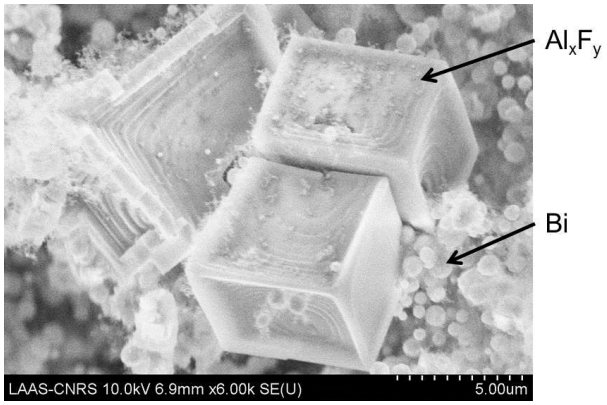


Figure III.27 : Image MEB de produits de combustion du mélange Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE montrant du Al_xF_y et du Bi.

Nous notons sur la courbe expérimentale de la Figure III.26, que la pression de rupture du paillet (714 bar) n'est pas atteinte puisque la pression maximale est de 160 bar, or le paillet s'est détaché. Soit l'équation de rupture en cisaillement surestime largement la pression de rupture, soit le mécanisme de rupture n'est pas que du cisaillement comme suggère la déformation du paillet sur la Figure III.28 (b), soit l'effet thermique de la réaction diminue grandement la limite de rupture du clinquant.

(a) (b) (c)

Figure III.28 : (a) Photo du de la partie immobile du paillet ; (b) Photo de la partie projeté du paillet ; (c) Photo de l'impact sur la plaque d'aluminium.

L'évolution temporelle de la vitesse du projectile dans le canon de 5 mm de long est donnée sur la Figure III.29. La vitesse maximale atteinte en bout de canon est seulement 43 $m.s^{-1}$, ce qui est très faible et bien insuffisant pour assurer la mise en détonation d'un explosif secondaire. Par exemple, il faudrait une vitesse trente fois supérieure pour pouvoir amorcer en détonation du RDX par l'impact d'un paillet inox de 2,8 mm de diamètre et 0,2 mm d'épaisseur arrivant à plat sur l'explosif. De plus le paillet se déforme comme le montre la photo (b) de la Figure III.28. Expérimentalement le paillet semble être mis en mouvement à 160 bar lorsque la pression chute brutalement, donc la force de propulsion est faible et peu efficace.

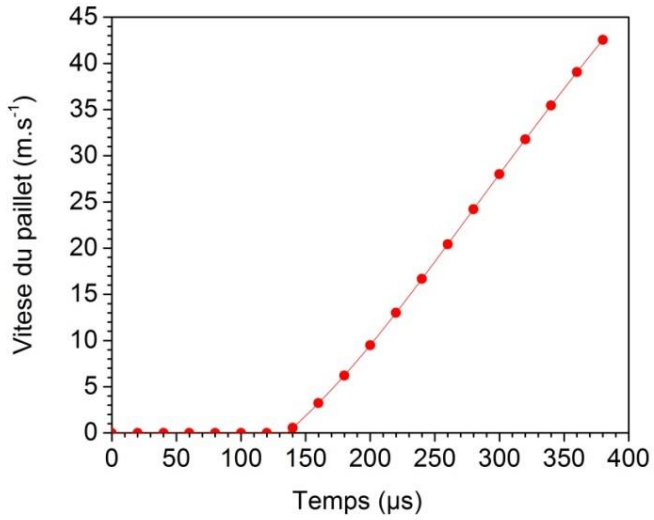


Figure III.29 : Courbe théorique de la vitesse du paillet en fonction du temps propulsée par la réaction de nanothermite Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE à partir de la pression théorique calculée par le modèle de balistique intérieure.

D'autres essais ont été réalisés avec une épaisseur de paillet en inox de 100 µm et une masse de nanothermite plus faible (72,5 mg) compactée à 13,5 % TMD. Dans ce cas, nous avons observé certaines ruptures de paillet au centre et non sur les bords comme le montre la Figure III.30 (a). Ainsi, nous voyons la limite de l'utilisation d'un paillet fin et ayant une épaisseur de rupture égale à la section à propulser. On note sur la plaque d'aluminium de la flamme incandescente qui a laissé une empreinte de 90 µm de profondeur. Dans ces essais, l'impact sur la plaque d'indentation ne provient pas seulement d'un impact mécanique par le paillet mais également de l'impact de la poudre en combustion comme le montre la Figure III.30 (b).

(a) (b)

Figure III.30 : (a) Photo de la rupture au centre d'un paillet en inox de 100 µm d'épaisseur par une nanothermite Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE (72,5 mg) compacté à 13,5 % TMD ; (b) Photo de l'impact de la composition échappée par l'orifice crée à travers le paillet sur la plaque d'aluminium d'indentation.

III.8. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté le protocole de préparation des nanothermites Al / CuO, Al / Bi_2O_3, Al / MoO_3 et de la composition Al / PTFE, à base de nanopoudres commerciales. Chacune des compositions ont été caractérisées par Calorimétrie Différentielle afin de comparer leurs chaleurs de réaction et températures d'initiation. Ces caractérisations thermiques ont été complétées par une mesure de la vitesse du front de flamme à l'air et de la pression générée par la réaction en bombe manométrique de faible volume (9 mm^3). Les résultats ont montrés que le couple Al / Bi_2O_3 est le plus réactif avec une vitesse de combustion à pression constante de 420 $m.s^{-1}$ suivi de Al / CuO avec une vitesse de combustion à pression constante de 340 $m.s^{-1}$. Les autres compositions ont des vitesses de combustion inférieures à 100 $m.s^{-1}$. La montée en pression générée par le couple Al / Bi_2O_3 est aussi le plus rapide avec 57,6 $bar.\mu s^{-1}$, soit 34 fois plus rapide que le couple Al / CuO. Cependant, notons que les niveaux de pression, dépendant du taux de compaction sont relativement faibles : le maximum de 380 bar est obtenu pour Al / CuO à 50 % TMD contre 290 bar pour Al / Bi_2O_3 à 50 % TMD.

Un modèle de balistique intérieure qui considère les gaz générés par la réaction d'une nanothermite dopée avec du PTFE a été proposé et implémenté sous MATLAB en s'appuyant sur les vitesses de combustion caractérisées afin de prédire les pressions dans la chambre de combustion et les vitesses de paillets correspondantes en fonction du chargement de nanothermite.

En parallèle, un banc de caractérisation intégrant un capteur de pression dans la chambre de combustion a été développé afin de valider la propulsion d'un paillet de diamètre 2,8 mm et d'épaisseur 200 µm. Nous avons montré que le paillet pouvait être détaché et accéléré mais à des vitesses trop faibles pour assurer la mise en détonation de l'explosif secondaire. Notons que l'initiation de RDX par l'impact d'un paillet de 0,2 mm d'épaisseur et 2,8 mm de diamètre est possible avec des vitesses supérieures à 1 000 $m.s^{-1}$ en considérant une limite d'amorçage à 830 $m.s^{-1}$ pour un paillet en cuivre de 0,2 mm d'épaisseur et de 20 mm de diamètre [III.36]. De plus, nous avons montré que le paillet se déformait avant l'impact sur d'indentation. **L'option d'un détonateur fonctionnant par la propulsion d'un paillet par une composition type nanothermite n'est donc pas envisageable et sera abandonnée au profit de l'option RDX que nous présenterons au Chapitre IV.**

Malgré cette conclusion défavorable, l'analyse et la comparaison des résultats issus du modèle de balistique intérieure et de l'expérimentation ont permis de tirer quelques conclusions intéressantes sur la combustion des nanothermites en milieu confiné. D'une part que la réaction Al / Bi_2O_3 ne transforme qu'une infime partie de sa masse en produit gazeux et les éléments métalliques et les oxydes se condensent ou se recomposent. Ensuite, la vitesse de combustion semble diminuer rapidement lorsque la pression monte et

que le chargement se densifie : en effet, pour Al / Bi_2O_3 + 5 % PTFE, alors que mesurée à 370 $m.s^{-1}$, elle est seulement de 5 $m.s^{-1}$ dans la chambre de combustion si l'on considère que 6,42 % de la masse de poudre se transforme en gaz.

CHAPITRE IV

ETUDE DU DISPOSITIF COMPOSE RDX / NANOTHERMITE

IV.1. Introduction

Dans ce dernier chapitre nous présentons l'option alternative à l'option « détonateur tout nanothermite » : une option mixte intégrant de l'Hexogène (RDX) en complément d'une charge de nanothermite. Le RDX présente le double avantage d'être peu sensible et de générer une grande quantité de gaz. Parmi les nanothermites étudiées, nous retenons les couples Al / Bi_2O_3 et Al / CuO puisque ce sont les couples les plus réactifs permettant une montée en pression en moins de 250 µs et 600 µs pour Al / Bi_2O_3 et Al / CuO respectivement.

L'objectif de l'étude présentée dans ce chapitre est double : d'abord valider expérimentalement la faisabilité de cette option mixte RDX / nanothermite, puis déterminer les dimensions critiques de la chambre de combustion permettant d'amorcer avec fiabilité le RDX. Ainsi à la fin de ce chapitre, nous validerons la faisabilité d'une ou des deux options de conception que sont le mono et bi-canons.

Ce chapitre comporte deux parties : la première présente les moyens et dispositifs expérimentaux conçus et mis en œuvre pour étudier la propulsion d'un paillet par combustion de RDX initié par nanothermite. Cette partie se termine par une étude dimensionnelle du dispositif adapté à la solution bi-canons. La seconde partie concerne la réalisation d'un démonstrateur permettant de valider la mise en détonation (TCD) du RDX pour les deux configurations bi-canons et mono-canon.

IV.2. Dispositifs expérimentaux

Afin de réduire le nombre d'expériences, dans cette première phase expérimentale dont la plupart des résultats ont été publiés dans le journal *Propellants, Explosives, Pyrotechnics* en 2017 [IV.1], nous ne considérons que la solution bi-canons qui est la solution dimensionnelle la plus critique, le diamètre de la chambre est choisi à 2,5 mm. Nous avons conçu un montage d'essais réutilisable et robuste capable de tenir aux très hautes pressions générées par la combustion du RDX (> 1 GPa). La chambre de combustion est instrumentée avec un capteur de pression dynamique permettant de mesurer en temps réel l'évolution de la pression dans la chambre. Dans une première série d'expérience, une plaque d'indentation en aluminium est placée face au paillet afin de le recevoir et en signer son énergie d'impact par mesure de la profondeur du cratère. Cette première série d'expérimentations a pour objectif de cribler les paramètres que sont masse (ou densité de chargement) du RDX, type de nanothermite pour l'allumage, caractéristique dimensionnelle du paillet sur l'impulsion de pression mesurée et l'énergie du paillet propulsé.

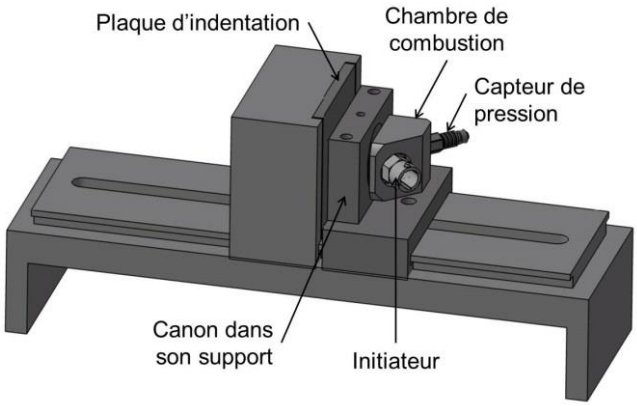


Figure IV.1 : Vue schématique du banc d'essai.

Les bancs d'essais ont été conçus afin de supporter plusieurs tirs de paillet, le dimensionnement des pièces est donné en annexe (cf ANNEXE 2). Il est important d'en limiter le nombre de pièces, de réduire la complexité des pièces notamment celles interchangeables afin de limiter les coûts et assurer la fiabilité d'assemblage réalisé par vissage étanche. La chambre de combustion et le canon ont été conçus pour supporter plusieurs essais (au moins 30 essais). Par contre l'initiateur, le porte charge et le paillet sont interchangeables. Deux types de bancs ont été réalisés : un banc pour lequel un capteur de pression est intégré dans la chambre de combustion et la plaque d'indentation en aluminium placée en face du canon (Figure IV.1) et un banc non instrumenté, de volume plus réduit ne contenant pas de capteur de pression mais seulement la plaque d'indentation face au canon. On voit sur la Figure IV.2 (a) et (b) que le fait d'introduire un capteur de pression dans la chambre impacte son volume et limite les possibilités dimensionnelles. En effet, le positionnement du capteur (Kistler 6215) nécessite une longueur de chambre minimale de 12 mm pour pouvoir l'insérer. A 90 ° du capteur est positionné l'initiateur intégrant un PyroMEMS assurant l'initiation de la poudre propulsive occasionnant aussi une contrainte supplémentaire. Les deux bancs expérimentaux sont montés sur une glissière permettant de régler la distance entre le canon et la plaque d'indentation en aluminium d'épaisseur 5 mm.

Cette même plaque en aluminium étant utilisée par Dassault Aviation pour des tirs de miniligne par impact de paillet, la déformation face avant et face arrière seront comparés à ces tirs de miniligne et analysés comme témoin de l'énergie d'impact.

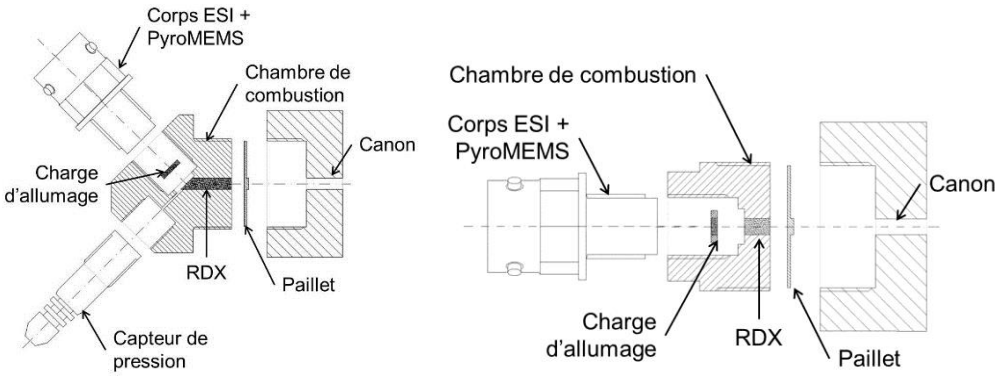


Figure IV.2 : Vue 2D éclatée de la conception : (à gauche) banc d'essai instrumenté d'un capteur de pression et (à droite) chambre de combustion sans capteur de pression.

Les dispositifs expérimentaux conçus au LAAS ont été usinés par SVL (Société Véro Larue). Des photos sont fournies dans les paragraphes qui suivent qui décrivent les différentes parties des bancs de tests et donnent les caractéristiques dimensionnelles.

Nous avons choisi une distance de 3 mm entre la sortie du canon et la plaque d'indentation pour représenter une épaisseur de barrière de sécurité. Dans cet espace de 3 mm, les phénomènes sont comparables à des phénomènes de balistique intermédiaire. C'est-à-dire, après la sortie du paillet à la bouche du canon, les gaz qui sont encore sous haute pression (plusieurs milliers de bar) se détendent brutalement et occasionnent une forte accélération. La vitesse des gaz dépasse alors celle du projectile [IV.2], si bien que ce dernier est submergé par l'arrière. Ce phénomène n'est pas totalement symétrique et induit des forces latérales sur le paillet qui peuvent conduire à une rotation de ce dernier. En plus de ces mouvements latéraux pouvant être induit à la sortie de la bouche du canon, le paillet étant submergé par les gaz, il subit toujours une accélération qui est secondaire et mineure par rapport à l'accélération dans le canon.

La caractérisation par plaque d'indentation n'est pas quantitative, mais comme l'énergie cinétique du paillet arrivant sur la plaque est entièrement dissipée lors du choc dans la plaque, la profondeur du cratère d'impact, directement proportionnelle à v_p^2, est donc un bon témoin comparatif de la performance d'un détonateur par rapport à une autre.

IV.2.1. Les chambres de combustion

Deux familles de chambres ayant des dimensions variables ont été conçues et réalisées par usinage classique afin d'expérimenter la faisabilité d'un détonateur redondé :

1. Une première famille dite **chambre instrumentée** pour accueillir un capteur de pression. La longueur est fixée par l'assemblage du système. La longueur minimale permettant de visser la chambre dans le canon et placer l'initiateur et le capteur à 45 ° de l'axe central est 12 mm (cf. Figure IV.2). La chambre est de 2,5 mm de

diamètre et de longueur L = 12,5 mm en Inox Z8 CND 17-04 T1150. Le volume de chargement du RDX est donc de 61 mm^3. Dans cette chambre instrumentée, on suppose que l'initiation à 45° et non dans l'axe de la chambre de combustion n'influe pas sur les performances de la combustion du RDX.

Figure IV.3 : (Gauche) Vue 3D en coupe éclatée de la chambre de combustion instrumentée avec les différents composants du système : l'initiateur, la charge d'allumage, le capteur de pression et le générateur de gaz (RDX). (Droite) Photos de la chambre instrumentée [IV.1].

La Figure IV.3 illustre la chambre de combustion instrumentée avec les différentes substances pyrotechniques, l'initiateur et le capteur de pression. On voit que dans la chambre, les deux substances pyrotechniques sont intégrées : une de nanothermite au contact du PyroMEMS puis la masse de RDX. Le choix de la nanothermite et la quantité de RDX sera discutée ultérieurement.

On y voit aussi que la présence du capteur induit un volume mort de 23 mm^3 ce qui représente plus d'un tiers du volume de chargement du RDX prévu. Il n'est pas possible de réduire ce volume mort qui représente 37 % du volume de la chambre. Le capteur de pression est le capteur piézoélectrique Kistler 6215 capable de mesurer des pressions dynamiques maximales de 6 000 bar, et doté d'un bouclier thermique afin de minimiser les incertitudes de mesure possibles liées aux variations thermiques dans la chambre. Notons que ce type de capteur est usuellement utilisé pour des applications balistiques.

2. La seconde famille de **chambres dites non instrumentées** (Figure IV.4) sont réalisées en différentes dimensions mais respectant les contraintes d'encombrement du système final données dans le cahier des charges. Cette série de chambres toujours en Inox Z8 CND 17-04 T1150 est donc réalisée en diamètre 2,5 mm, et déclinées en trois longueurs pour étudier l'influence de la masse de RDX sur l'énergie d'impact du paillet : L = 4 mm, 6,5 mm et 9 mm. Le volume de la chambre de combustion correspond alors à 20 mm^3, 32 mm^3 et 44 mm^3.

Figure IV.4 : (à gauche) Schématisation éclaté 3D en coupe d'une chambre non instrumentée aves les substances pyrotechniques et le PyroMEMS ;
(à droite) Photo des chambres de combustion non instrumentées [IV.1].

IV.2.2. Le paillet

Comme déjà mentionné, le paillet est une pièce en acier inoxydable Z2 CN 18-10 (AISI 304) usinée de sorte de dissocier la section de rupture et la section d'impact. La surface d'impact du paillet est un disque de diamètre 2,5 mm, et d'épaisseur 1 mm intégrable dans la configuration bi-canons. La masse du paillet est calculée à ~ 40 mg, confirmée par des mesures comprises entre 38 mg et 40 mg. Trois sections de rupture sont usinées (0,3 mm, 0,5 mm et 0,7 mm) afin de faire varier les pressions maximales de la chambre de combustion avant la propulsion du paillet. Les pressions de rupture pour chacune de ces sections sont rappelées dans le Tableau IV.1. La Figure IV.5 donne deux photos de paillet ainsi réalisés : une vue de dessus et un zoom sur la partie à propulser.

Tableau IV.1 : Récapitulatif des pressions de rupture pour la configuration bi-canons pour chacune des sections de rupture.

Section	0,3 mm	0,5 mm	0,7 mm
Pression de rupture (Equation II.8)	1 320 bar	2 200 bar	3 080 bar

Figure IV.5 : (à gauche) Photo vue d'ensemble du paillet ;
(à droite) Zoom montrant la partie propulsée [IV.1].

IV.2.3. Le canon

Le canon est un tube en inox Z8 CND 17-04 T1150 de diamètre 2,5 mm et longueur 8 mm. Comme pour les essais de propulsion du paillet à partir de nanothermites, la chambre de combustion est vissée dans le canon avec un filetage métrique M20x1 (Figure IV.6).

Figure IV.6 : Photos du canon ; (à gauche) Vue de dessus ; (au centre) vue de côté ; (à droite) Vue de dessous [IV.1].

IV.2.4. L'assemblage et les couples de serrages pour assurer l'étanchéité

L'étanchéité est réalisée grâce aux couples de serrage et à l'ajout d'un joint en cuivre positionné entre la chambre et le paillet qui ne sont pas vissés mais simplement écrasés.

Le couple de serrage de l'initiateur dans la chambre de combustion est celui utilisé en standard pour le montage des initiateurs sur lanceur : 15 N.m. Celui utilisé pour monter le capteur de pression est le couple indiqué par le fabriquant du capteur, soit 20 N.m. Le couple de serrage entre la chambre de combustion et le canon permet d'écrouir le joint en cuivre d'épaisseur 1,5 mm. La hauteur de l'emplacement du joint est de 1,25 mm ; après serrage, le joint s'écrouit en diminuant sa hauteur de 0,25 mm (Cf. Figure IV.7).

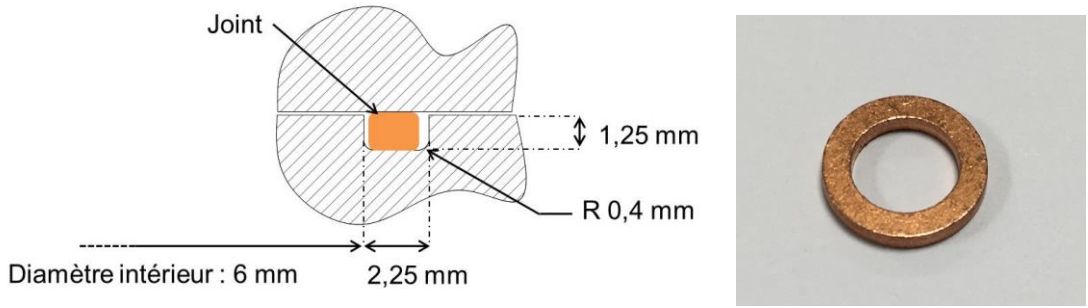


Figure IV.7 : (à gauche) Schéma et dimension du joint en cuivre assurant l'étanchéité entre la chambre de combustion et le paillet ; (à droite) Photo du joint en cuivre.

Le choix du couple de serrage a été calculé à partir de la loi de comportement de Hollomon (Equation IV.1) pour s'assurer d'écrouir suffisamment le joint en cuivre et d'assurer ainsi la bonne étanchéité.

$$\sigma = K.\varepsilon^n \qquad \text{Equation IV.1}$$

Avec σ la contrainte dans le matériau, ε sa déformation, K et n deux coefficients propres au matériau. Pour le cuivre écroui, K = 320 MPa et n = 0,54 [1].

La surface d'application de l'effort étant un disque de diamètre intérieur 6,2 mm et extérieur 10 mm, l'effort pour écrouir le cuivre de 0,25 mm (déformation plastique de 16,7 %) doit être de 5 880 N. Le couple de serrage doit être de 25 N.m minimum pour assurer l'écrasement du joint. Nous prendrons 40 N.m pour être sûr de l'étanchéité, car la pression étant très dynamique et intense, il est préférable de maintenir au mieux l'assemblage.

IV.2.5. Les substances pyrotechniques

Comme nous l'avons déjà explicité, dans cette version du détonateur, deux types de charge pyrotechnique sont intégrés.

La charge principale propulsive est un explosif secondaire type RDX qui a la capacité de générer une grande quantité de gaz très rapidement lorsqu'elle est initié en combustion. Cependant la cinétique de combustion du RDX est variable et très dépendante de son environnement, de ses caractéristiques dimensionnelles et aussi de son mode d'initiation.

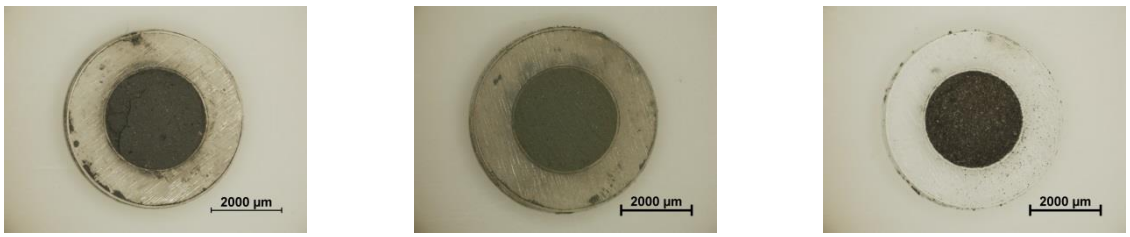
Ainsi, une charge de nanothermite très réactive (Al / Bi_2O_3 et Al / CuO) sera intégrée entre le PyroMEMS et la charge de RDX. L'évaluation de l'ajout de cette charge de nanothermite sur les performances en pression générée par le RDX est caractérisée en comparaison avec de la ZPP (Zirconium – Perchlorate de Potassium) et sans charge d'allumage.

a. Charge d'allumage en nanothermites

Nous avons choisi pour cette charge d'allumage en nanothermites 10 mg d'Al / CuO (cf Figure IV.8 (a)) et 17 mg d'Al / Bi_2O_3 (cf Figure IV.8 (b)). Toutes deux sont compactées à environ 30 % TMD dans une rondelle en Nylon de diamètres extérieur 5 mm, intérieur 2,7 mm et d'épaisseur 1 mm.

Les nanothermites d'abord élaborées à partir de nanoparticules comme décrit dans le Chapitre III, puis sont déposées avec l'hexane dans les portes-charges, puis séchées par évaporation du solvant dans une étuve à 75 °C sous 0,1 bar. Enfin elles sont compactées

pour obtenir ~ 30 % TMD sous une force de compaction de ~ 2 daN, mesurée par le capteur de force Kistler 9333A et un amplificateur de charge 5018.



(a) (b) (c)

Figure IV.8 : (a) Porte charge Al / CuO ; (a) Porte charge Al / Bi_2O_3 ; (a) Porte charge ZPP [IV.1].

Les photos de la Figure IV.7 donnent les charges d'allumages ainsi élaborées (a) et (b). Une charge de ZPP a aussi été réalisée car c'est une composition d'allumage très répandue dans les initiateurs standards américains (NASA Standard Initiator) et elle servira donc de référence.

b. Charge d'allumage en ZPP (Zirconium / Perchlorate de Potassium)

Cette composition est fournie et chargée par Dassault Aviation. Une masse de 12 mg de ZPP est compactée dans le porte-charge (cf Figure IV.8 (c)), soit pour une densité de 4,6 g.cm^{-3}, la ZPP est compactée à 45 % TMD avec une force d'environ 2 daN. La poudre de ZPP étant micrométrique, la tenue dans le porte-charge requiert une plus grande charge de ZPP. Nous avons noté une cohésion inter granulaire moins forte que pour les poudres nanométriques de nanothermites.

c. La charge propulsive de RDX

Le RDX CH 0-100 de granulométrie < 100 µm est fourni par Eurenco, il est mélangé à 1 % en masse de carbone graphite micrométrique (granulométrie de 5,5 µm) pour en limiter sa sensibilité à la décharge électrostatique. A partir des caractéristiques connues du RDX, on peut estimer la pression maximale en fonction du volume de la chambre de combustion par l'équation de Van Der Waals (Equation IV.2) :

$$P = \frac{n.R.T}{V - m.b} \qquad \text{Equation IV.2}$$

Avec n le nombre de mole de RDX dans la chambre calculé à partir du rapport de la masse de RDX sur sa masse molaire (23,998 g.mol^{-1}), R la constante des gaz parfait, T la température de réaction adiabatique (2 930 K), V le volume de la chambre de combustion, m

la masse de RDX et b le covolume des gaz de combustion ($0{,}55.10^{-3}$ $m^3.kg^{-1}$). Le Tableau IV.2 donne les pressions estimées pour les différents volumes de chambres conçues et pour une densité de chargement de RDX de 1,4 $g.cm^{-3}$, pour les chambres de combustion instrumentée et non instrumentées.

Tableau IV.2 : Pressions maximale estimées pour les différentes chambres de combustion.

	Chambre instrumentée	Chambres non instrumentée		
Volume Chambre de combustion (mm^3)	84,3 (avec le volume mort du capteur)	19,6	31,9	44,2
Masse de RDX (mg)	86	27,5	44,7	61,9
P_{max} estimée (**kbar**)	**23,6**	**61,9**	**62,0**	**62,0**
	Densité de chargement : 1,4 $g.cm^{-3}$			

Toutes les pressions estimées sont supérieures aux pressions de rupture des paillets qui est ≤ 3 080 bar. Nous partons donc sur une densité de chargement de 1,4 $g.cm^{-3}$ minimum. Dans la suite, nous calibrons la compaction du RDX pour assurer un chargement reproductible.

d. Etalonnage de la compaction du RDX et le chargement

Le chargement du RDX dans les chambres de combustion est effectué à température ambiante dans une pièce dont le taux d'humidité relative est contrôlé entre 20 et 50 %. Cela permet d'éviter que le RDX se charge d'eau et que ses propriétés propulsives soient altérées. D'autre part, l'humidité réduit la sensibilité aux décharges électrostatiques. Notons qu'ensuite, juste avant le chargement, le RDX est séché à 60 °C pour évacuer l'eau contenue dans la poudre.

La zone de chargement du RDX étant située entre la charge d'allumage et le paillet (cf Figure IV.9), il faut donc fermer la chambre au niveau de la zone de chargement de la composition d'allumage et charger le RDX par la partie supérieure.

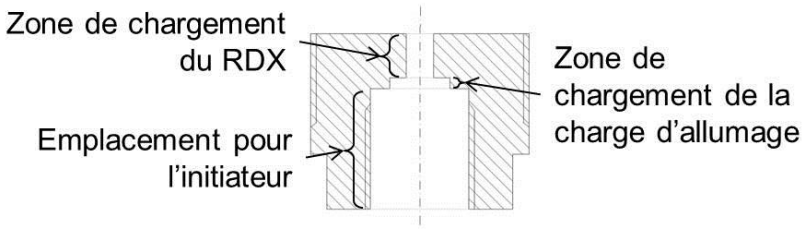
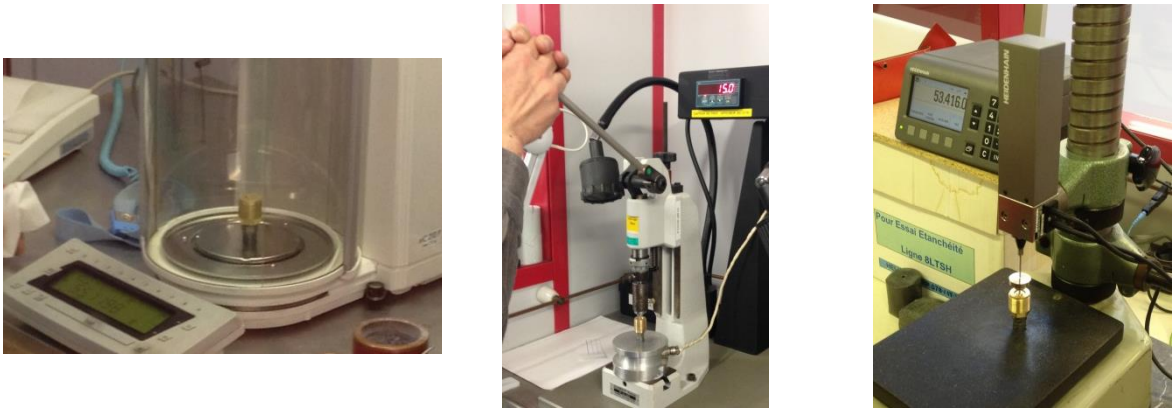


Figure IV.9 : Description de la chambre de combustion et des zones de chargement.

D'abord, avant le chargement, la chambre est pesée, puis le RDX est chargé dans la chambre par pesées successives de 30 mg et compacté à la presse avec l'effort désiré entre les remplissages. Pour obtenir la densité de chargement désirée, la force à appliquer sur la surface de RDX a été étalonnée pour une chambre de diamètre 2,5 mm.

La courbe d'étalonnage de la densité de chargement du RDX en fonction de la force de compaction appliquée est donnée en Figure IV.11.

La procédure d'étalonnage est la suivante : avant le chargement, un corps en appui dans la zone de placement de la charge d'allumage est vissé pour fermer la zone de chargement du RDX (Figure IV.9). Le poinçon de compaction est placé dans la chambre et la hauteur à vide est mesurée par palpeur précis à 1 µm. Le RDX est ensuite chargé avec une précision de 0,01 mg (Figure IV.10 (a)). Le RDX est ensuite compacté (Figure IV.10 (b)) et la hauteur mesurée à nouveau (Figure IV.10 (c)) pour en déduire la variation de volume en fonction des forces de compaction appliquées (2 ; 4 ; 6 ; 10 ; 15 ; 20 ; 30 ; 40 ; 50 ; 60 ; 70 daN).



(a) (b) (c)

Figure IV.10 : Photos illustratives des différentes étapes : (a) pesée du système pour le chargement du RDX ; (b) compaction du RDX avec une presse manuelle à levier ; (c) mesure de la hauteur de compaction par palpeur [IV.1].

Ainsi, pour chaque force appliquée, la densité apparente du chargement est calculée à partir de l'Equation IV.3 :

$$\rho_{chargement\ RDX} = \frac{m_{RDX}}{\pi.r^2.h} \qquad \text{Equation IV.3}$$

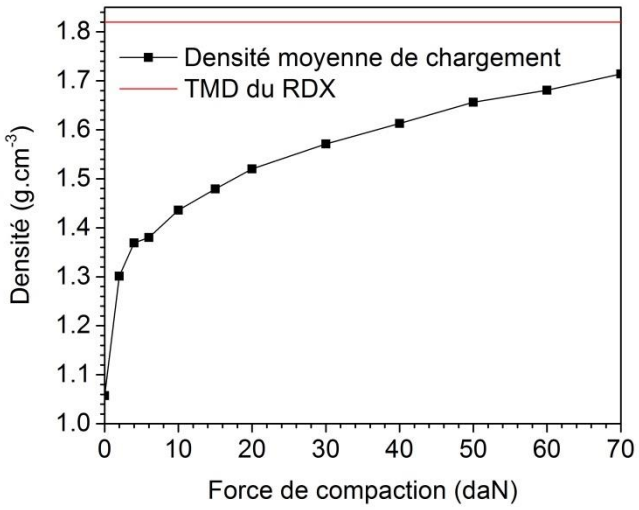


Figure IV.11 : Etalonnage de la compaction du RDX pour un diamètre de 2.5 mm [IV.1].

La courbe de la Figure IV.11 nous montre qu'il faut donc appliquer une force de 6 daN pour obtenir une densité de 1,4 g.cm^{-3} et une force de 70 daN pour obtenir 1,7 g.cm^{-3}.

Enfin, les étapes de chargement du RDX dans la chambre de combustion sont illustrées sur la Figure IV.12. Nous y voyons les différents constituants nécessaires pour cette étape : un cône de chargement qui facilite l'introduction de la poudre dans la chambre de combustion, la chambre de combustion, et un support de chargement qui est un corps ESI sur lequel est sertie une pièce venant en butée au fond de la zone de chargement de la charge d'allumage (cf Figure IV.9). Le but de ce support de chargement est donc de réserver la partie inférieure de la zone de chargement du RDX pour y placer ensuite la rondelle avec la poudre d'allumage.

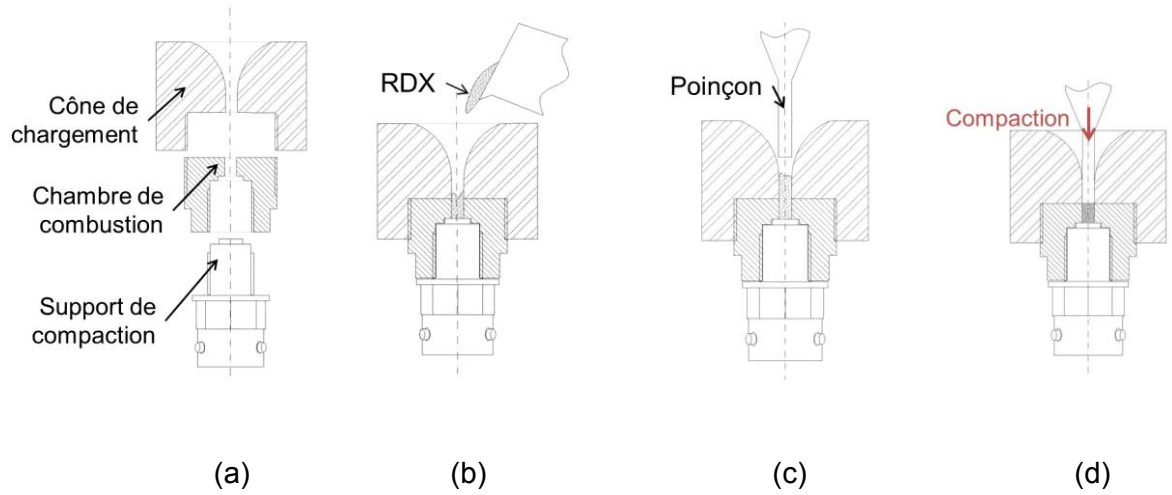


Figure IV.12 : (a) Vue éclatée du dispositif de chargement ; (b) Etape de chargement du RDX ; (c) Après chargement ; (d) L'effort est appliqué sur le RDX par le poinçon.

La densité de chargement influe sur la cinétique de combustion car cela impacte la porosité du lit de poudre. Nous pouvons contrôler la densité de chargement mais nous n'avons pas les moyens d'évaluer la porosité réelle du lit de poudre.

IV.3. Caractérisation de la propulsion de paillets par la combustion de RDX initié par nanothermite

Les essais sont réalisés chez Dassault Aviation au sein du laboratoire de pyrotechnie sous pression atmosphérique et température ambiante.

Un créneau en tension de 30 V est appliqué aux bornes du PyroMEMS avec une compliance en courant de 2 A maximum. Le capteur de pression est connecté sur son amplificateur de charge et l'enregistrement est réalisé pendant 200 ms avec une fréquence d'échantillonnage de 1 MHz.

Le premier test réalisé est l'initiation d'une charge de RDX CH0-100 non graphité et non compacté à partir d'un PyroMEMS sans charge d'allumage en nanothermite ou ZPP. Le résultat est négatif : le RDX ne s'initie pas avec ~ 45 µg de nanothermite déposés sur le PyroMEMS. Pour la suite des essais, une charge d'allumage relais à base de nanothermite ou ZPP est donc ajoutée entre le PyroMEMS et le RDX comme décrit dans la section précédente.

IV.3.1. Pression en fonction de la densité de chargement du RDX et du type de la charge d'allumage

Ici nous caractérisons l'influence de la densité de chargement du RDX sur la pression mesurée dans la chambre de combustion. Cette première série d'essais est donc réalisée avec la chambre de combustion instrumentée et un paillet de section de rupture 0,5 mm. Deux types de chargement de RDX sont testés : une charge de RDX faiblement compactée (1,4 g.cm^{-3}) et une fortement compactée (1,7 g.cm^{-3}). Pour chacune, les trois différentes charges d'allumages ont été testées : Al / Bi_2O_3, Al / CuO et ZPP.

Les Figure IV.13 et Figure IV.14 donnent l'évolution temporelle de la pression dans la chambre pour chacun des chargements, initiés par les trois charges d'allumage.

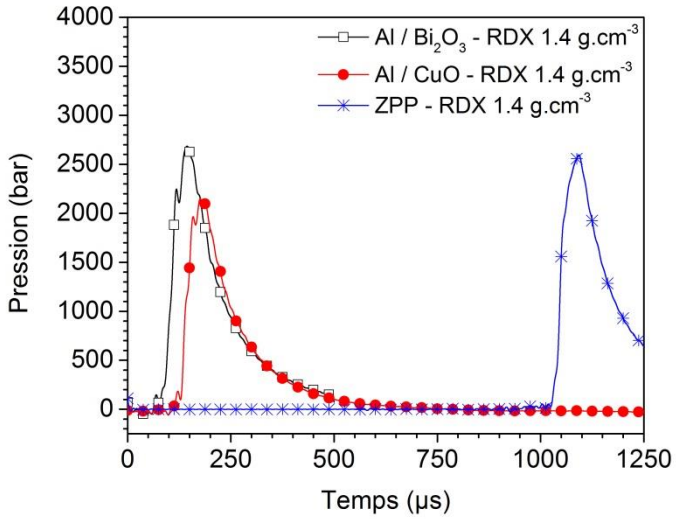


Figure IV.13 : Evolution de la pression en fonction du temps pour le RDX compacté à 1,4 g.cm^{-3} [IV.1].

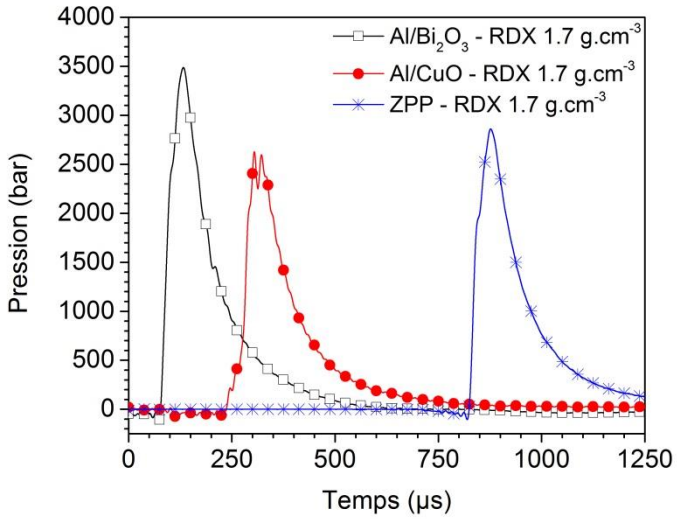


Figure IV.14 : Evolution de la pression en fonction du temps pour le RDX compacté à 1,7 g.cm^{-3} [IV.1].

Les courbes de pression montrent que quel que soit la densité de chargement du RDX (1,4 g.cm^{-3} ou 1,7 g.cm^{-3}), la charge d'allumage influe grandement sur le temps d'initiation de la combustion du RDX et dans une moindre mesure sur le niveau de pression générée dans la chambre. Les meilleurs résultats sont obtenus sans surprise avec la charge Al / Bi_2O_3 puisque c'est la nanothermite la plus réactive. Avec Al / Bi_2O_3, les temps d'initiations obtenus sont les plus faibles et les pressions générées les plus élevées comme le détaille le Tableau IV.3.

Ce résultat conforte l'étude menée sur les nanothermites dans le cadre de cette thèse et publiée sur *Combustion and Flame* en 2015 [IV.3]. La charge d'allumage ZPP est plus longue à transmettre le signal pyrotechnique au RDX. Cela est certainement dû à la granulométrie micrométrique qui réduit l'inflammabilité de la composition par rapport à une composition nanométrique. Cependant, une fois initiée la pastille de ZPP semble avoir une réactivité similaire à la nanothermite Al / Bi_2O_3 puisque les fronts de montées en pression mesurés, sont équivalents pour les deux charges d'allumage ZPP et Al / Bi_2O_3 et ce, quelle que soit la densité du RDX (cf. Tableau IV.3). Cependant, des expérimentations plus approfondies seraient nécessaires pour avoir des données de comparaison quantitatives.

Le Tableau IV.3 détaille pour chacun des essais, les conditions de chargement, les temps d'initiation et les valeurs de pression maximales (Pression max), la rampe de montée en pression et la pression expérimentale à laquelle le paillet s'est détaché. Notons que le détachement du paillet est déterminé par le point d'inflexion sur la courbe de pression déterminé par une mesure par accéléromètre comme décrit dans la section IV.4.3.

Tableau IV.3: Tableau récapitulatif des temps d'initiation du RDX, de la pression max, la rampe de pression entre 500 et 2 000 bar et la pression de rupture du paillet.

Composition pyrotechnique contenue dans la chambre	Al / Bi_2O_3 – RDX 1,4 g.cm^{-3}	Al / CuO – RDX 1,4 g.cm^{-3}	ZPP – RDX 1,4 g.cm^{-3}
Temps d'initiation (µs)	62,65	104,8	1 026,5
Pression max (bar)	2 685	2 147	2 597
Rampe de pression (bar.µs^{-1})	81,4	57,0	89,6
Pression de rupture du paillet (bar)	2 235	1 961	1 941
Composition pyrotechnique contenue dans la chambre	Al / Bi_2O_3 – RDX 1,7 g.cm^{-3}	Al / CuO – RDX 1,7 g.cm^{-3}	ZPP – RDX 1,7 g.cm^{-3}
Temps d'initiation (µs)	76,55	237,1	824,5
Pression max (bar)	3 490	2 630	2 860
Rampe de pression (bar.µs^{-1})	111,5	83,2	110,4
Pression de rupture du paillet (bar)	2 420	1 984	1 911

Nous retiendrons de cette étude que le chargement optimisé semble être le RDX comprimé à 1,7 g.cm^{-3} allumé par une charge d'Al / Bi_2O_3. Cela va être confirmé par le calcul des vitesses du paillet.

IV.3.2. Vitesse du paillet à partir de la pression mesurée

La vitesse du paillet peut être mesurée finement par des méthodes non invasives comme la radiographie éclair ou l'interférométrie laser. La radiographie éclair consiste à prendre des images par rayon X avec une fréquence élevée, de l'ordre de 10^6 images par seconde. Cette méthode ne permet de relever la vitesse qu'à la sortie du canon puisque les images sont prises à la perpendiculaire de la trajectoire. L'avantage de cette méthode est la visualisation du paillet pendant sa course et sa déformation et sa trajectoire peuvent être déterminées. Par interférométrie laser, la vitesse du paillet est mesurable dans le canon puisque la mesure s'effectue par un rayon lumineux parallèle à la trajectoire visant le centre du paillet.

Les moyens de mesure décrits ci-dessus ne sont pas disponibles au LAAS ou chez nos partenaires ; ils sont onéreux et difficiles à mettre en œuvre et nécessitent une expertise non disponible dans notre équipe. Une équipe du CEA Gramat (A. Lefrançois, J. Luc et Y. Barbarin) pouvait réaliser les expérimentations, malheureusement des impératifs industriels chez Dassault Aviation n'ont pas pu faire aboutir le projet, ce que nous trouvons regrettable.

En conséquence, nous avons choisi d'estimer la vitesse par calcul à partir des courbes de pression. Les hypothèses du calcul sont les suivantes :

1. On suppose que le paillet a une trajectoire unidirectionnelle dans un référentiel galiléen.
2. Le système est considéré comme parfaitement étanche.
3. Les frottements sont nuls notamment entre le paillet et les parois du canon.
4. Les forces agissant sur le projectile sont seulement la force propulsive F_p issue de la pression dans la chambre de combustion, et la force de trainée dynamique de l'air F_t (cf Figure IV.15)

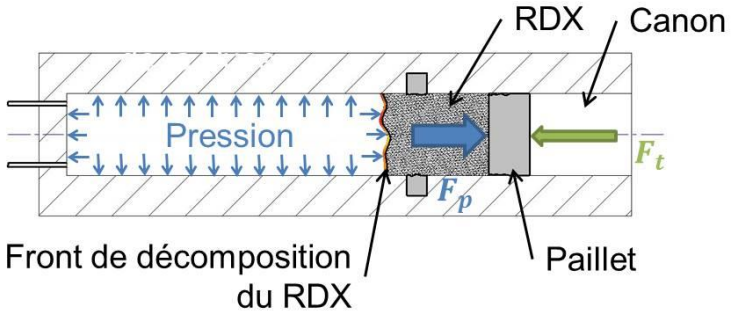


Figure IV.15 : Schéma illustrant les forces agissant sur le paillet durant sa phase de propulsion.

a. Méthode

En appliquant le second principe fondamental de la dynamique, on obtient l'équation suivante :

$$m_p . \frac{d^2 x_p}{dt^2} = F_p + F_t \qquad \text{Equation IV.4}$$

Avec m_p la masse du paillet (40 mg), $\frac{d^2 x_p}{dt^2}$ l'accélération du paillet, F_p la force propulsive et F_t la force de trainée. Or, avec d le diamètre du paillet :

$$F_p = \frac{\pi.d^2}{4}.P(t)$$ Equation IV.5

Et :

$$F_t = -C_x.\frac{1}{2}.\rho.v_p^2.S$$ Equation IV.6

Avec :

C_x le coefficient de trainée en Joule qui dépend de la forme du paillet et du nombre de Mach. On prendra C_x = 1,6 J qui correspond à un coefficient de trainée d'un cylindre à Mach 2 [IV.2].

ρ, la densité de l'air (1,2 kg.m^{-3}).

v_p, la vitesse du paillet. Afin de surestimer cette force, nous supposerons un paillet à Mach 2 soit 680 m.s^{-1}. De plus, cela évite la résolution d'une équation différentielle non linéaire du second ordre par la méthode numérique de Runge-Kutta.

Notons que cette force est négative car elle est opposée au mouvement du paillet. Notons aussi que la force de trainée, est égale au maximum à F_t = 2,73 N alors que la force propulsive à la rupture du paillet (entre 1 300 et 3 000 bar) est comprise entre 640 N et 1 475 N. La force de trainée est donc négligeable et entraine donc au pire une baisse de l'accélération de 0,23 %. Finalement, on obtient la vitesse du paillet v_p et la position du paillet x_p, par intégration successive de l'équation suivante :

$$\frac{d^2x_p}{dt^2} = m_p.S.P(t)$$ Equation IV.7

Ces deux étapes d'intégration successives sont réalisées numériquement par la méthode des trapèzes.

b. Résultats

Le Tableau IV.4 suivant résume pour chacun des essais réalisées présentés dans la section précédente, les vitesses du paillet en sortie du canon de 8 mm de long ($x(t)$ = 8 mm), les énergies cinétiques correspondantes et mentionne aussi les pressions de rupture mesurées et les durées de vol du paillet dans le canon.

Tableau IV.4 : Vitesses de paillet, énergies cinétiques calculées, durées de la phase de vol et pressions de rupture du paillet mesurées en considérant un canon de 8 mm de long.

Composition pyrotechnique contenue dans la chambre	Al / Bi_2O_3 – RDX 1,4 g.cm^{-3}	Al / CuO – RDX 1,4 g.cm^{-3}	ZPP – RDX 1,4 g.cm^{-3}
Vitesse (m.s^{-1})	725	665	709
Energie cinétique (J)	10,5	8,8	10,0
Durée de vol ou de propulsion (µs)	24,60	26,25	25,15
Pression de rupture du paillet mesurée (bar)	2 235	1 961	1 941
Composition pyrotechnique contenue dans la chambre	Al / Bi_2O_3 – RDX 1,7 g.cm^{-3}	Al / CuO – RDX 1,7 g.cm^{-3}	ZPP – RDX 1,7 g.cm^{-3}
Vitesse (m.s^{-1})	810	713	725
Energie cinétique (J)	14,0	10,2	10,5
Durée de vol ou de propulsion (µs)	22,50	24,55	25,15
Pression de rupture du paillet mesurée (bar)	2 420	1 984	1 911

La vitesse maximale est calculée à 810 m.s^{-1} pour l'essai avec la charge d'allumage Al / Bi_2O_3 et le RDX compacté à 1,7 g.cm^{-1}. Elle se réduit à 713 m.s^{-1} et 725 m.s^{-1} pour un allumage réalisé par Al / CuO et par ZPP respectivement. Comme attendu, plus la masse de RDX est élevé (compactage important) plus la pression maximale est haute et la vitesse du paillet importante. Pour une même charge d'allumage, Al / Bi_2O_3, la vitesse du paillet augmente de plus de 10 %, de 725 m.s^{-1} à 810 m.s^{-1} en modifiant la densité de 1,7 g.cm^{-3} à 1,4 g.cm^{-3} c'est-à-dire en augmentant la masse de RDX de 20 %.

A iso masse du projectile, 40 mg, l'énergie cinétique augmente très rapidement en fonction de la vitesse puisqu'elle est proportionnelle au carré de cette dernière. Ainsi, pour le RDX à haute densité (1,7 g.cm^{-3}), l'énergie cinétique obtenue pour Al / Bi_2O_3 est de 14 J, alors qu'elle est de 10,2 J et 10,5 J lorsque le RDX est allumé avec le Al / CuO et ZPP respectivement.

Cette étude permet de conclure que la charge d'allumage Al / Bi_2O_3 permet d'atteindre de meilleures performances en terme de pression dans la chambre et vitesse de paillet, par rapport aux autres charges étudiées pour la réalisation d'un détonateur. Le temps d'initiation de la charge Al / Bi_2O_3 est plus court (76,55 µs) que les autres charges avec 237,1 µs pour Al / CuO et 824,5 µs pour ZPP. De plus, le régime de combustion initié par Al / Bi_2O_3 permet d'atteindre une plus haute vitesse de paillet.

Une densité plus élevée du RDX (1,7 $g.cm^{-3}$) permet d'atteindre des niveaux de pression plus élevés qu'à faible densité (1,4 $g.cm^{-3}$).

La Figure IV.16 représente la pression mesurée et la vitesse calculée en fonction de la longueur du canon en considérant les conditions de l'essai avec Al / Bi_2O_3 – RDX 1,7 $g.cm^{-3}$. La vitesse croît rapidement avec la longueur du canon qui s'avère donc être un paramètre très influent sur la vitesse finale du projectile. Ceci est compréhensible puisque nous avons supposé le canon étanche, et donc les gaz de combustion du RDX poursuivent leur effet sur le paillet jusqu'à sa sortie du canon.

Pour un canon de 5 mm de long, la vitesse maximale est de 635 $m.s^{-1}$ au lieu de 810 $m.s^{-1}$ un canon de 8 mm de long.

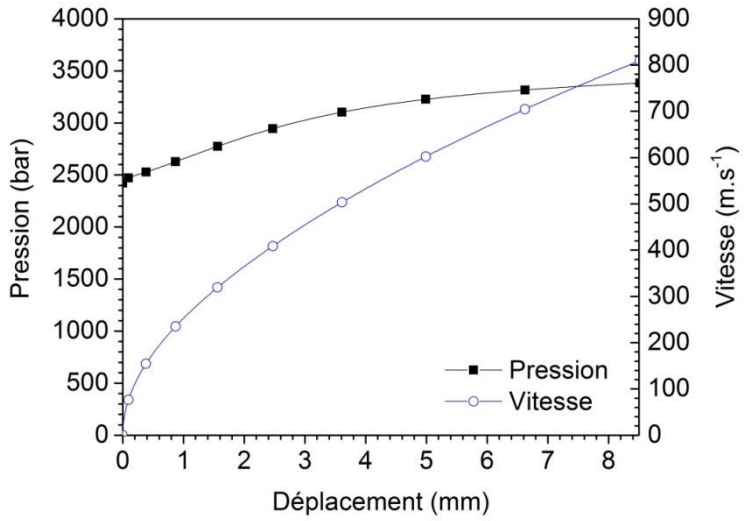


Figure IV.16 : Pression mesurée et vitesse calculée en fonction du déplacement du projectile dans le canon correspondant à l'essai Al / Bi_2O_3 – RDX 1,7 $g.cm^{-3}$.

Le graphe de la Figure IV.17 représente la pression mesurée et la vitesse calculée « recalées temporellement ». La trajectoire du paillet et sa vitesse débutent lorsque la pression atteint la pression de rupture du paillet et se terminent lorsque le projectile quitte le canon. Ce graphe témoigne de l'impact des hypothèses simplificatrices de notre calcul : d'après les prédictions, le projectile quitte le canon avant que la pression ait atteint son maximum puis décroit, signifiant que la pression croît alors que la chambre est

complétement ouverte. Nous estimons donc que le calcul de la vitesse est approximatif à 20 %. Ainsi, une mesure de la vitesse du paillet parait indispensable pour valider ces calculs.

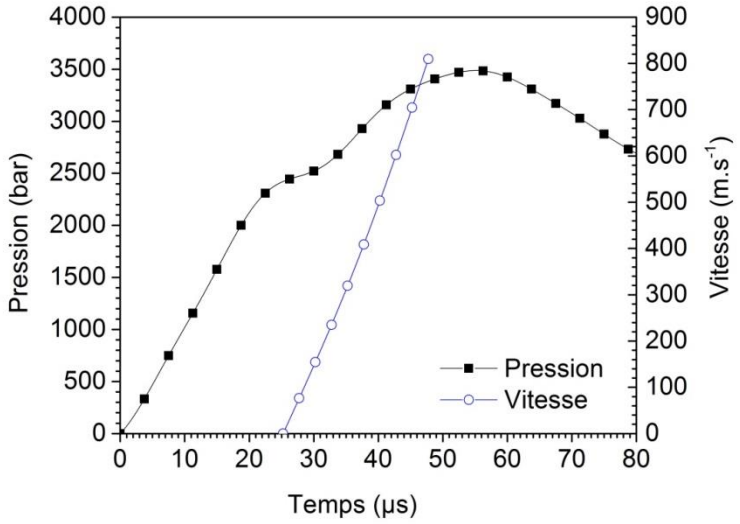


Figure IV.17 : Pression mesurée et vitesse calculée en fonction du temps correspondant à l'essai Al / Bi_2O_3 – RDX 1,7 g.cm^{-3}.

IV.3.3. Pression en fonction de la section de rupture du paillet

Cette section étudie l'influence de l'épaisseur de la section de rupture du paillet sur la pression dans la chambre. Pour ces essais, seule la composition offrant les meilleures performances, c'est-à-dire, Al / Bi_2O_3 - RDX 1,7 g.cm^{-3} est considérée. Trois épaisseurs de section de rupture sont testées : 0,3 mm, 0,5 mm, 0,7 mm. Nous rappelons que le diamètre et l'épaisseur de la section propulsée sont 2,5 mm et 1 mm respectivement.

Les pressions de rupture expérimentales ont été déterminées en positionnant un accéléromètre sur le canon qui détecte les vibrations issues du détachement du paillet et de son impact sur la plaque d'aluminium. La Figure IV.18 donne la pression mesurée et le signal de l'accéléromètre en fonction du temps.

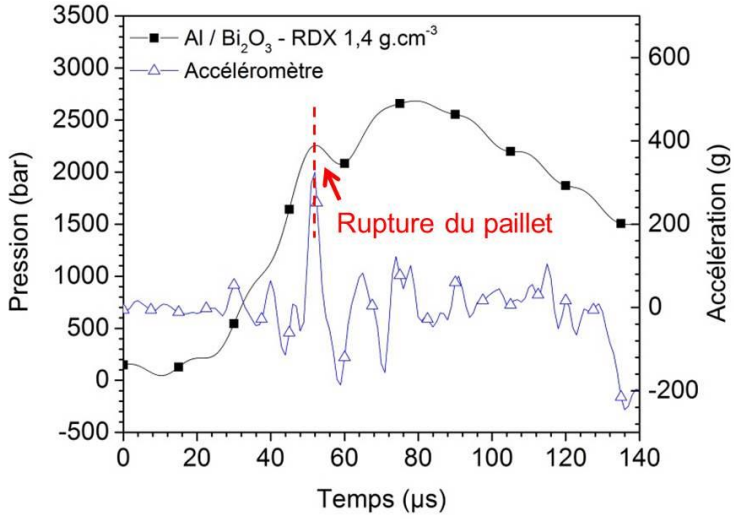


Figure IV.18 : Pression dans la chambre et signal de l'accéléromètre en fonction du temps pour un paillet de 0,5 mm et une composition pyrotechnique Al / Bi_2O_3 - RDX 1,4 g.cm^{-3}.

A l'instant de rupture du paillet, une accélération de 325 g est détectée et on voit une inflexion visible sur le signal de la pression. La pression de rupture est donc fixée au début de cette inflexion (flèche rouge sur le graphique de la Figure IV.18).

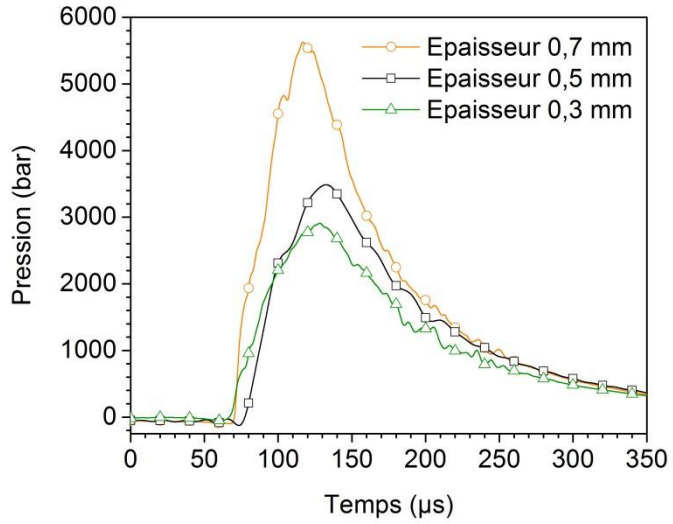


Figure IV.19 : Evolution de la pression en fonction du temps pour des épaisseurs de rupture de paillet différentes : 0,3 mm ; 0,5 mm ; 0,7 mm [IV.1].

Les pressions de rupture expérimentales pour les trois épaisseurs de section de rupture du paillet sont données dans le Tableau IV.5 et comparées avec les valeurs calculées à partir de la contrainte limite de rupture de l'inox (550 MPa). On note une différence entre les deux valeurs potentiellement due au caractère dynamique de la rupture

réelle alors que le calcul suppose une rupture par un effort statique. Notons également que l'épaisseur joue un rôle capital dans la reproductibilité de la propulsion du paillet. La tolérance mécanique pour l'usinage de la section à casser est de 0,1 mm, cela amène une dispersion de pression de rupture (± 160 bar). Une tolérance plus stricte (± 0,05 mm) doit donc être appliquée lors de l'usinage du paillet pour les dispositifs industriels.

La Figure IV.19 donne la pression mesurée en fonction du temps pour les différentes épaisseurs de paillet à rompre. L'influence de cette épaisseur sur les niveaux de pression est clairement visible. Le paillet ayant une section de rupture de 0,7 mm permet d'atteindre une valeur de 5 620 bar dans la chambre. La pression baisse à 3 490 bar pour un paillet ayant une section de rupture de 0,5 mm et à 2 910 bar pour un paillet ayant une section de rupture de 0,3 mm.

Le Tableau IV.5 donne les vitesses du paillet calculées à la sortie du canon pour les trois courbes de pression en fonction du temps. C'est sans surprise que l'on trouve une vitesse supérieure (1 083 $m.s^{-1}$ soit près de Mach 3) pour le paillet ayant une section de rupture de 0,7 mm, alors que les vitesses sont de 810 $m.s^{-1}$ et 711 $m.s^{-1}$ pour les paillets ayant des sections de rupture de 0,5 et 0,3 mm respectivement.

Cependant, l'épaisseur à rompre ne peut pas être augmentée au-delà de 0,7 mm car les niveaux de pression seraient trop élevés et engendreraient des problèmes d'étanchéités et des risques de rupture mécanique de la chambre de combustion. Rappelons ici que l'étanchéité du système est assurée jusqu'à 6 000 bar maximum, limite atteinte pour un paillet ayant une épaisseur à casser de 0,7 mm.

Nous poursuivrons l'étude avec un paillet ayant une section à casser de 0,5 mm pour la configuration bi-canons et 0,7 mm pour la configuration mono-canon afin d'avoir la même pression de rupture théorique (2 200 bar) dans les deux cas.

Notons ici qu'une section à casser de 0,7 mm est proche de l'épaisseur de la partie projetée du paillet (1 mm), pouvant engendrer des déformations du paillet projeté ce qui est absolument à éviter pour transmettre un choc plan sur l'explosif et éviter une contre-performance du détonateur.

Des courbes de la Figure IV.19, il est également possible de conclure que la charge de RDX n'a pas totalement brulée pour les paillets ayant une section de rupture de 0,3 mm et 0,5 mm, car les pressions maximales obtenues sont inférieures à la pression maximale qui est supérieure ou égale à la pression obtenue avec un paillet ayant une section de rupture de 0,7 mm.

Tableau IV.5: Valeurs théoriques et expérimentales des pressions de rupture du paillet en fonction de l'épaisseur à rompre et vitesse correspondante calculée.

Epaisseur à rompre (mm)	Pression de rupture calculée (bar)	Pression mesurée (bar)	Vitesse calculé à la bouche du canon ($m.s^{-1}$)
0,3	1 320	1 740	711
0,5	2 200	2 420	810
0,7	3 080	4 790	1 083

IV.3.4. Résumé des essais avec la chambre instrumentée

Cette première série de tests avait pour objectif d'une part de valider le concept de la propulsion du paillet, et d'autre part, de mettre en évidence le rôle de la compaction du RDX, de la charge d'initiation et de la pression de rupture du paillet.

En résumé, on a mis en évidence que plus la charge d'initiation est réactive, plus rapidement le RDX entre dans un régime de combustion élevé améliorant alors les performances propulsives du paillet, en termes de vitesse de sortie du paillet. Dans cette catégorie les charges Al / Bi_2O_3 et ZPP sont plus réactives. Seulement la granulométrie micrométrique de la ZPP induit un délai d'initiation (800 µs) par rapport à Al / Bi_2O_3. Nous garderons pour la suite Al / Bi_2O_3.

Nous avons aussi caractérisé qu'un paillet avec une épaisseur à rompre de 0,5 mm offre un bon compromis entre pression de chambre élevée et limitation des risques de surpression, qui pourraient pénaliser la fiabilité du dispositif. Un paillet avec une section à casser de 0,7 mm induit des niveaux de pression trop proches du niveau de pression maximum admissible par notre système. Un paillet avec une section à casser de 0,3 mm permet d'atteindre des vitesses en sortie de canon de 711 $m.s^{-1}$, soit 10 % inférieur qu'avec un paillet ayant une épaisseur à casser de 0,5 mm qui donne une vitesse de 810 $m.s^{-1}$.

Pour la suite des essais, la configuration retenue est donc une charge propulsive de RDX comprimé à une densité apparente de 1,7 $g.cm^{-3}$ initiée par une charge de 17 mg d'Al / Bi_2O_3, compactée à 30 % TMD et un paillet ayant 1 mm d'épaisseur à propulser avec une section de rupture de 0,5 mm.

IV.3.5. Mesure des cratères d'impact sur plaque d'indentation

Pour ces tests d'impact du paillet sur plaque d'aluminium, les charges d'Al / Bi_2O_3 et de RDX ont été chargées dans les chambres de combustion non instrumentées de trois longueurs (4 mm, 6,5 mm et 9 mm) operculé par un paillet d'une section de rupture de 0,5 mm. Les plaques d'indentation en aluminium d'épaisseur de 5 mm sont positionnées à 3 mm de la bouche du canon.

L'objectif de cette deuxième série d'essais est double :

(1) Valider le bon fonctionnement des chambres non instrumentées de longueur réduite par rapport à la chambre instrumentée et la rupture du paillet malgré la plus petite masse de RDX contenue dans les chambres (cf Tableau IV.6).

Tableau IV.6 : Volume des chambres de combustion et masse de RDX associée pour une compaction à 1,7 g.cm^{-3}.

Type de chambres non instrumentées	Courte L = 4 mm	Moyenne L = 6,5 mm	Longue L = 9 mm	Chambre instrumentée L = 12,5 mm
Volume chambre (mm^3)	19,6	31,9	44,2	58,9
Masse de RDX (mg) Compacté 1,7 g.cm^{-3}	33,4	54,2	75,1	100,2

(2) Caractériser la forme, la profondeur du cratère et la hauteur de l'impact face arrière après impact du paillet en fonction de la masse de RDX, soit, en fonction de la longueur de la chambre de combustion (Figure IV.20).

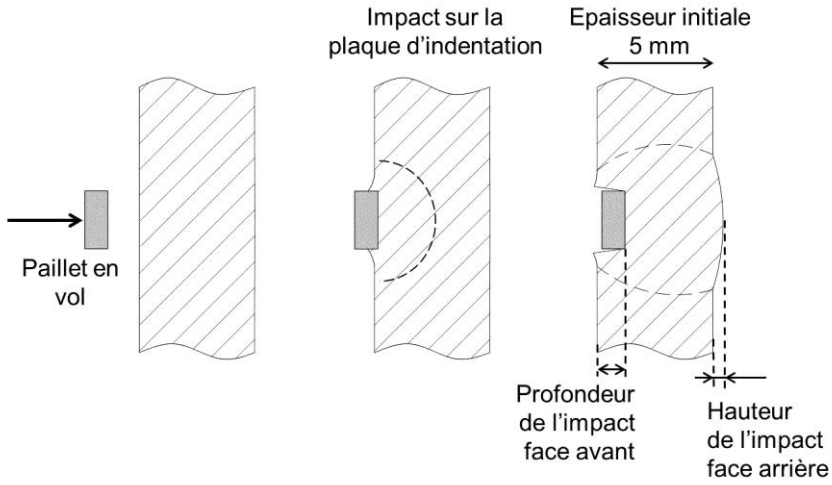
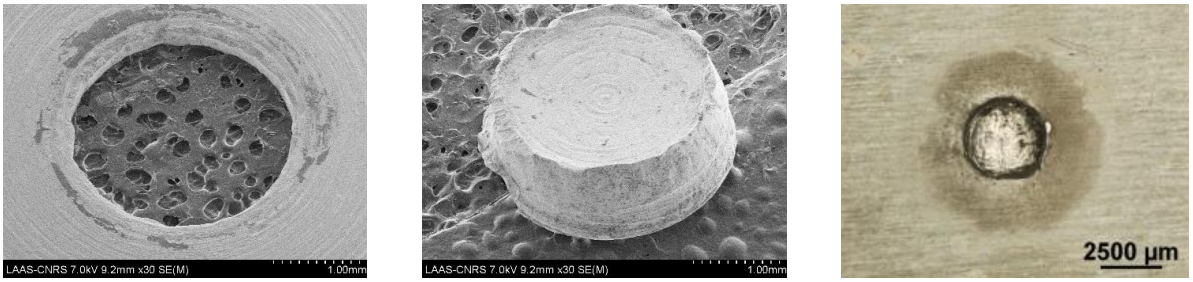


Figure IV.20 : Schématisation de l'impact du paillet sur la plaque d'indentation et figuration des grandeurs mesurées pour quantifier la performance du système étudié [IV.1].

Les mesures sont réalisées à l'aide d'un palpeur de 2 mm de diamètre. Il y a donc une limite dans la mesure de la profondeur car si le fond est incliné, le palpeur ne relèvera que la plus faible profondeur pouvant induire une erreur de mesure.

Nous avons observé des profils d'impact très similaires quelle que soit la longueur de la chambre. La Figure IV.21 donne quelques images caractéristiques du paillet mis en vitesse avec une chambre de longueur L = 6,5 mm : nous voyons la partie restée attaché à la chambre, la section propulsée et son impact dans la plaque d'indentation. Les résultats des mesures sont donnés dans le Tableau IV.7.



(a) (b) (c)

Figure IV.21 : (a) Image MEB de la partie restée immobile du paillet ; (b) image MEB du paillet propulsé face arrière, coté explosif ayant impacté une plaque d'indentation ; (c) Photo de l'impact dans la plaque d'indentation pour la chambre de L = 6,5 mm [IV.1].

La profondeur d'impact face avant ainsi que la hauteur d'impact face arrière sont les plus importantes pour la chambre de longueur 9 mm (75,1 mg de RDX), soit 1,3 mm et 0,30 mm respectivement.

Dans les cas de la chambre courte et moyenne, les relevés de mesure sont plus faibles et proches : les profondeurs d'impact pour les deux chambres sont 1,1 mm et 1,0 mm. Ce faible écart peut être expliqué par la méthode de mesure qui a une limite comme il est décrit précédemment.

Les résultats sont néanmoins conformes aux attentes puisque plus la masse de RDX est élevée, plus la pression attendue dans la chambre est importante induisant une rupture et une mise en vitesse plus efficace.

Les résultats, montrant une profondeur d'impact croissante avec la longueur de la chambre permettent de dire qu'en augmentant la masse de RDX, on augmente la profondeur d'impact sans qu'un pallier de performance soit atteint. La quantité supplémentaire de RDX semble agir sur la vitesse du paillet. Nous n'avons pas atteint le seuil de la masse au-delà duquel le RDX ne sert plus à propulser le paillet.

Tableau IV.7 : Résultats des mesure de profondeur d'impact face avant et hauteur face arrière sur plaque d'indentation.

Longueur de la chambre de combustion (mm)	Courte L = 4 mm	Moyenne L = 6,5 mm	Longue L = 9 mm
Masse de RDX (1,7 g.cm^{-3})	33,4 ± 1,5	54,2 ± 2	75,1 ± 2,5
Profondeur d'impact face avant (mm)	1,1 ± 0,1	1,0 ± 0,1	1,3 ± 0,1
Hauteur d'impact face arrière (mm)	0,20 ± 0,01	0,23 ± 0,01	0,30 ± 0,01

IV.3.6. Tests préliminaires d'amorçage de RDX en détonation

Des essais de mise en détonation avec le système de propulsion utilisé dans le cadre de cette étude ont été réalisés. La configuration est la même que pour les essais réalisés face à une plaque d'indentation en remplaçant la plaque par une charge de RDX CH0-100 graphité comprimé à 1,5 g.cm^{-3} couvert d'un film adhésif en Kapton. Il s'agit d'un embout de minilgne sertie dans une bague de diamètre intérieur 5,4 mm. La Figure IV.24 montre la charge réceptrice avant et après tir en mettant en évidence l'effet du régime de détonation (Figure IV.22). La charge de RDX est donc placée à 3 mm de la bouche du canon comme le montre la Figure IV.23.

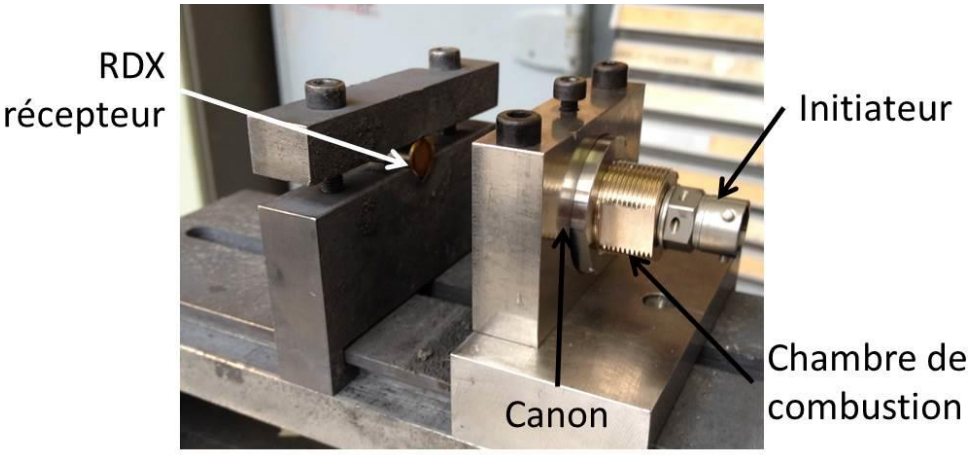


Figure IV.22 : Photo du banc d'essais de mise en détonation d'une charge de RDX.

Une plaque d'indentation est également placée après la charge réceptrice de RDX, à 3 mm pour confirmer la mise en détonation et réceptionner le paillet de la partie réceptrice.

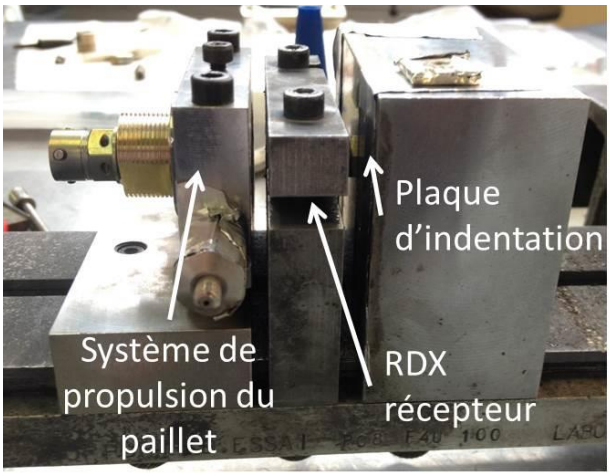


Figure IV.23 : Photo du banc d'essai de mise en détonation avant tir.

On note qu'un essai de mise en détonation a fonctionné avec la chambre de 9 mm de longueur.

Figure IV.24 : Photos de la charge de RDX avant tir (Gauche) ; Après tir sans détonation (déflagration) (Centre) ; avec détonation (Droite) [IV.1].

IV.4. Dispositif de validation d'amorçage en détonation du RDX

Afin de finaliser le choix de la version : bi-canons ou mono-canon, un dernier démonstrateur a été réalisé. La Figure IV.25 et la Figure IV.26 montrent une vue éclatée du démonstrateur constitué d'un embout détonateur chargé de RDX à amorcer permettant de propulser un paillet en ARCAP (ou MONEL) de 0,2 mm d'épaisseur et de 5 mm de diamètre sous l'effet de la détonation du RDX servant à initier la fonction terminale tel qu'il sera dans le détonateur.

Une première version du démonstrateur contient une chaîne de propulsion avec les dimensions de la configuration bi-canons. Le diamètre de la chambre est de 2,5 mm et la longueur du canon de 8 mm. Trois longueurs de chambre de combustion (4 mm ; 6,5 mm ; 9 mm) sont possibles et testées et le paillet de section à propulser de 1 mm et une section de rupture de 0,5 mm (Figure IV.27). On note que dans la version bi-canons, un espace de 3 mm est rajouté entre la bouche du canon et la charge de RDX à impacter permettant d'y insérer à termes la barrière de sécurité.

Une seconde version du démonstrateur a les dimensions de la solution mono-canon afin de valider également cette solution. Le diamètre de la chambre de combustion est de 4 mm, sa longueur de 4,8 mm. Le diamètre du paillet est de 3,5 mm, la section de rupture est de 0,7 mm et la section à propulser est de 1,5 mm et la longueur du canon est de 8 mm. Dans ce démonstrateur, deux configurations sont possibles : avec et sans espace de 3 mm entre la bouche du canon et le RDX à impacter. Car nous avons vu que dans la version bi-canon, l'écran de sécurité mécanique pouvait être positionné en amont. Dans ce cas le paillet ne parcourra pas une distance de 11 mm mais seulement 8 mm. Ainsi les risques d'inclinaison du paillet à la sortie du canon sont quasi inexistants ce qui permet d'assurer un choc plan sur l'explosif.

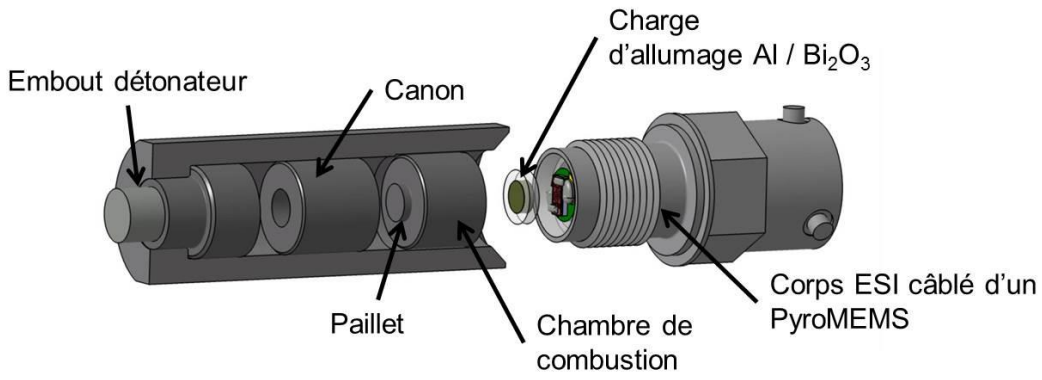


Figure IV.25 : Vue éclatée du démonstrateur montrant le paillet.

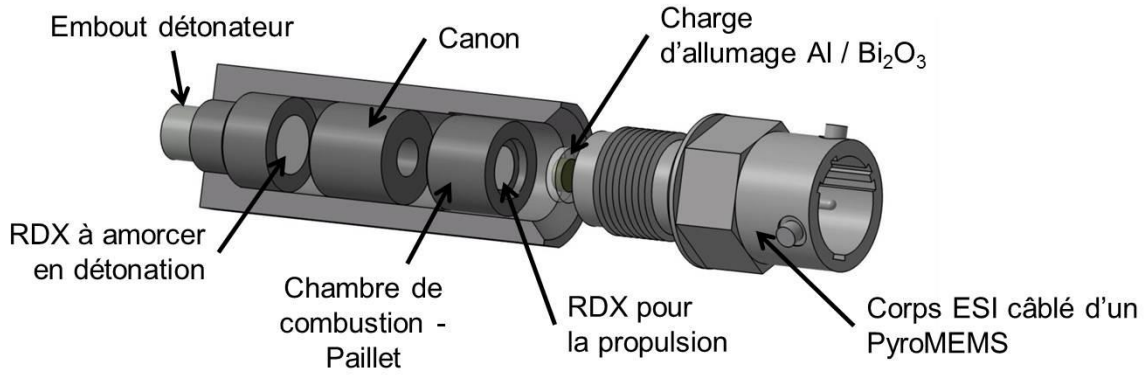


Figure IV.26 : Vue éclatée du démonstrateur montrant le RDX à amorcer en détonation et RDX utilisé pour la propulsion du paillet.

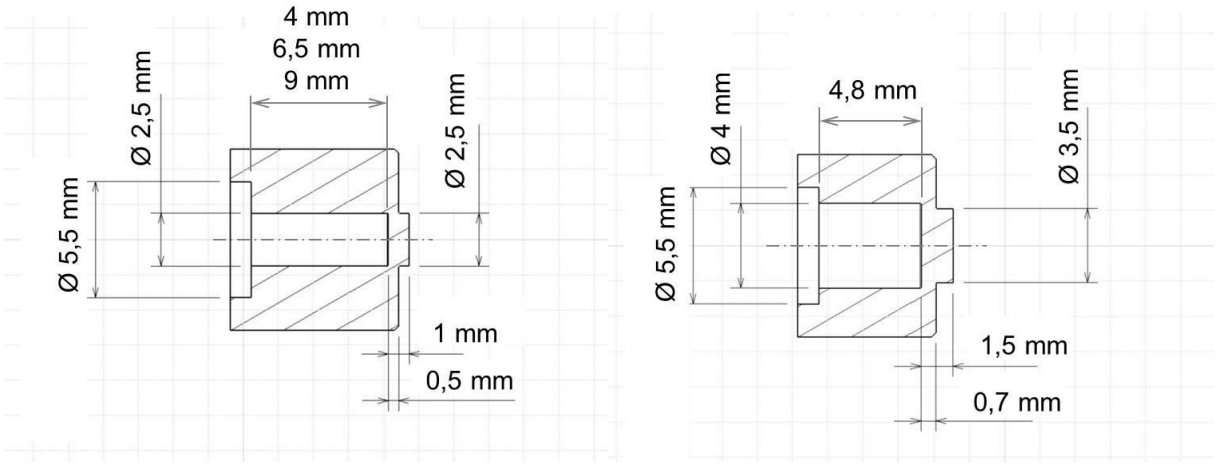


Figure IV.27 : (à gauche) Plan de la Chambre de combustion / Paillet de la configuration bi-canons avec les principales dimensions ; (à droite) Plan de la Chambre de combustion / Paillet de la configuration mono-canon avec les principales dimensions.

Les pièces ont été usinées par la société Vallet, la chambre / paillet est usinée en inox Z2 CN18-10 ; le canon est usiné en inox Z8 CND 17-04 avec un traitement thermique à 1 150 °C ; la charge à amorcer utilise un embout de ligne pour transmettre l'onde de choc par un paillet en ARCAP de 0,2 mm d'épaisseur dont la structure est plus complexe que la charge à amorcer dans le dispositif final (Figure IV.28).

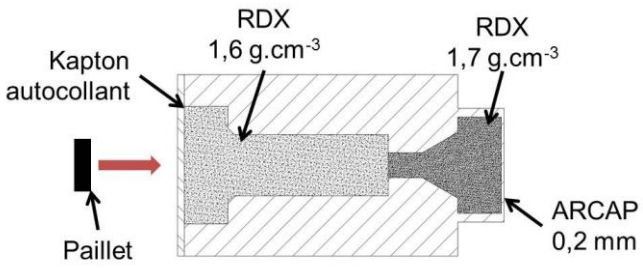


Figure IV.28 : Schéma de la charge de RDX à amorcer en détonation intégrée dans le démonstrateur.

Les essais consistent à placer une ligne de transmission pyrotechnique (LdT) comme celles utilisées sur Ariane 5, et de valider que le démonstrateur permet d'amorcer du RDX et de transmettre la détonation à une autre charge de RDX contenu dans la LdT. La LdT est constituée d'un embout similaire à l'embout détonateur utilisé dans le démonstrateur décrit en section I.3.3 donc une surface de 5,4 mm contenant du RDX comprimé à 1,7 g.cm^{-3} convergent sur une gaine de plomb de 1,5 mm de diamètre chargé de RDX sur une longueur de 30 cm. Au passage de la détonation, la gaine de plomb est vaporisée. Des fils à anodiser sont placés à 25 cm l'un de l'autre permettant de mesurer le décalage temporelle du passage de la détonation. La vitesse de détonation dans un LdT est d'environ 6 500 m.s^{-1}. Un décalage temporel de l'ordre de 3,85 µs validerait la détonation du RDX. Dans le cas d'un échec d'amorçage, le RDX est en régime de déflagration qui ne se propage pas dans la LdT.

IV.5. Résultats des essais d'amorçage du RDX en détonation par le démonstrateur

Les deux configurations, bi-canons et mono-canon, ont été testées face à une charge de RDX à amorcer comme schématisée sur la figure IV.28. La longueur de la chambre (Lc) est fixée à 4 mm, 6,5 mm et 9 mm pour la configuration bi-canons alors qu'elle est de 4,8 mm pour la configuration mono-canon. Il y a donc 6 essais, dont les résultats sont donnés dans le Tableau IV.8.

Tableau IV.8 : Synthèse des essais finaux d'amorçage en détonation de RDX réalisés chez Dassault Aviation pour différentes configurations.

Configuration	Nombre d'essais effectués	Essais positifs (amorçage en détonation du RDX)	Essais négatifs (non amorçage en détonation du RDX)	Essais non fonctionnels à cause d'une fuite
Bi-canons L = 4 mm	1	0	0	1
Bi-canons L = 6,5 mm	1	0	0	1
Bi-canons L = 9 mm	3	1	0	2
Mono-canon Barrière en aval	1	0	0	1
Mono-canon Barrière en amont	3	3	0	0

Le résultat attendu pour chaque essai est binaire (oui / non).

La détonation a été obtenue pour la configuration bi-canons montée avec une chambre de 9 mm de long et trois fois consécutives pour la configuration mono-canon avec la barrière en amont en amorçant une LdT. Les autres tests ont mis en évidence des fuites des gaz de combustion, faute d'une bonne étanchéité entre l'initiateur et la chambre de combustion. **L'amorçabilité du RDX par un système de propulsion composé : nanothermite / RDX par projection d'un paillet de surface 4,9 mm² d'épaisseur 1 mm et pour un paillet de surface 9,6 mm² d'épaisseur 1,5 mm a été validée** malgré des problèmes inhérents à la présence de fuite. Donc les deux configurations bi-canons et mono-canon sont à priori exploitables par Dassault Aviation et le CNES.

Ces tests ont aussi mis en évidence la difficulté de maitriser les fuites de gaz induites par les très forts niveaux de pression dans les chambres de combustion (> 3 500 bar). La poursuite des essais nécessite donc de la prise en compte de ces difficultés et la mise en place d'une étanchéité plus efficace au niveau de la chambre de combustion (joint, soudure).

Ainsi, compte tenu des faibles dimensions du système, nous pensons que la solution mono-canon ayant une barrière de sécurité fixe et en amont de la chaine de propulsion du paillet (entre le PyroMEMS et la charge propulsive) devrait être plus facilement fiabilisable.

IV.6. Conclusion

L'étude expérimentale présentée dans ce chapitre a permis de valider la possibilité de propulser un paillet à partir d'un PyroMEMS qui initie une charge d'allumage qui initie à son tour du RDX CH0-100 graphité à 1 % en masse. Trois compositions ont été étudiées pour la charge d'allumage : Al / Bi_2O_3, Al / CuO et ZPP. L'aspect nanométrique de la composition d'allumage apporte un temps d'initiation par point chaud local plus rapide qu'une composition micrométrique. Al / Bi_2O_3 est une composition plus réactive, de plus grande vivacité que Al / CuO comme l'avait montré l'étude sur les nanothermites [IV.3]. La composition ZPP, une fois initiée semble être aussi réactive que Al / Bi_2O_3 puisque les rampes de pression obtenues sont de 110 bar.μs^{-1} pour les deux compositions. La charge d'allumage de type Al / Bi_2O_3 a été sélectionnée car elle permet une initiation plus rapide (< 250 µs).

Nous avons aussi montré que le RDX compacté à 1,7 g.cm^{-3} permettait une meilleure montée en pression que compacté à 1,4 g.cm^{-3}.

Nous avons aussi montré que la longueur de la chambre de combustion permettait aussi de régler la quantité de RDX embarquée dans notre système et donc l'énergie disponible.

Pour le paillet, l'étude a montré que c'est un paramètre impactant le fonctionnement du détonateur et sa fiabilité car sa section de rupture fixe les niveaux de pression dans la chambre.

Pour la chambre de diamètre 2,5 mm, nous avons choisi une section de rupture de 0,5 mm offrant un bon compromis entre une pression suffisante pour propulser avec une vitesse suffisamment élevé (> 800 m.s^{-1}) tout en gardant une pression admissible par le système (< 4 000 bar). Pour la chambre de 4 mm de diamètre et le paillet de 3,5 mm de diamètre, nous avons choisi une section de rupture de 0,7 mm donnant une pression de rupture théorique équivalente au cas précédent, soit 2 200 bar.

La longueur du canon est aussi déterminante pour atteindre une vitesse maximale du paillet. La courbe de l'évolution de la vitesse du paillet en fonction de son déplacement dans le canon de 8 mm donnée à la Figure IV.16 indique que la vitesse augmente très rapidement en fonction de son déplacement. En réduisant la longueur du canon de 3 mm, la vitesse serait réduite de 175 m.s^{-1} : 635 m.s^{-1} au lieu de 810 m.s^{-1}. Une longueur de canon maximale est donc à privilégier. Nous utiliserons toute la place disponible dans le système final, à savoir 8 mm.

Les essais d'amorçage en détonation de RDX ont permis de démontrer qu'il est possible d'amorcer en détonation du RDX compacté à 1,6 g.cm^{-3} avec un paillet en inox de 2,5 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur, propulsé par 75 mg de RDX et avec

un paillet en inox de 3,5 mm de diamètre et 1,5 mm d'épaisseur, propulsé par 102,5 mg de RDX, initié par un PyroMEMS et 17 mg de nanothermite Al / Bi_2O_3. Ces essais ont également mis en évidence la grande difficulté d'intégration et de miniaturisation du système de propulsion compte tenue des niveaux de pressions agissant dans le système.

Dans une perspective de poursuite de l'étude, la première difficulté qu'il faut surmonter est donc l'étanchéisation du système, plus facilement réalisable avec des pièces immobiles. Par conséquent la solution mono-canon avec la barrière de sécurité en amont, entre les PyroMEMS et la charge pyrotechnique propulsive permettrait de réaliser l'intégration de la fonction détonateur dans le corps IFI sans utiliser d'explosif primaire avec moins de difficulté qu'avec les solutions bi-canons et mono-canon avec une barrière de sécurité en aval, entre la sortie du canon et la charge de RDX à amorcer.

CONCLUSION GENERALE

Nous rappelons que ces travaux de thèse s'inscrivent dans la continuité de travaux de recherche en micropyrotechnie démarrés dès 1995 avec la thèse de C. Rossi. La micropyrotechnie a depuis lors montré son intérêt dans de multiples projets dont les applications sont militaires (armement, drone) et civiles (sécurités, automobile…), spatiale (propulsion et initiation). D'abord illustrée par une technologie simple : un film épais de propergol reporté sur un initiateur de type résistance, il s'est imposé de développer cet axe de recherche en mettant au point des nouveaux matériaux énergétiques spécifiques, compatibles avec les technologies microsystèmes de telle manière que les PYROMEMS puissent être complètement réalisés par des voies de fabrication collective. Parallèlement, un effort de recherche continu dans l'équipe a permis de développer des briques technologiques MEMS et démontrer l'apport de ces technologies pour sécuriser et miniaturiser les systèmes pyrotechniques. Notamment, la thèse de G. Taton a proposé un système d'initiation pyrotechnique miniature, intelligent et sécurisé, appelé micro **I**nitiateurs à **F**onctions **I**ntégrées (IFI), apportant une réduction des tailles et des masses des systèmes pyrotechniques utilisés sur lanceurs, qui a obtenu le prix de l'innovation « Astronautique » de l'A3F en 2014. L'IFI d'une centaine de millimètre cube permet de réaliser les fonctions d'initiateur (génération d'une flamme) et d'étoupille (génération d'un effet mécanique) mais n'assure pas la fonction de détonation très répandue dans un lanceur.

La contribution de ce travail de thèse a permis de concevoir et développer un micro-détonateur compatible avec l'IFI capable de mettre en détonation un explosif secondaire à partir de la combustion de nanothermite à partir d'un signal électrique de faible intensité (15 V, 1 A, 1 ms) et sans explosif primaire. Nous avons proposé un système permettant la mise en vitesse d'un projectile par les gaz de combustion d'une substance pyrotechnique génératrice de gaz initiée par une flamme.

Dans le **Chapitre I**, nous avons détaillé le contexte général du développement des technologies pour les lanceurs spatiaux Européens et les nouveaux enjeux pour Ariane 6. Nous avons présenté les systèmes pyrotechniques utilisés sur le lanceur actuel Ariane 5 et une évolution possible vers l'architecture Pyronumérique proposée par Dassault Aviation reposant sur l'Initiateur à Fonctions Intégrées (IFI). Cette architecture intègre des fonctions de pilotage, de communication, électronique et mécanique (barrières de sécurité requises dans les technologies spatiales). Une innovation importante est l'actionnement pyrotechnique réalisé à partir d'un PyroMEMS.

Après avoir défini le régime de détonation et les substances concernées par ce régime de décomposition, nous avons montré à travers un état de l'art des détonateurs électriques qu'il n'y a pas de solution directement compatible avec l'IFI pour assurer la fonction détonation. L'état de l'art a aussi permis de mettre en évidence que sans utiliser

d'explosif primaire, à partir du faible signal électrique disponible dans l'IFI, seule un fonctionnement de détonateur à élément projeté peut-être intégrable dans l'IFI.

Le **Chapitre II** a déroulé un cahier des charges regroupant les exigences requises par l'application permettant de guider les choix de conception. Ce cahier des charges permet de retenir définitivement la solution d'un détonateur basé sur la propulsion d'un paillet amorçant l'explosif secondaire par impact à partir de la déflagration d'une substance pyrotechnique propulsive. Cela a justifié une brève revue du phénomène de Transition Choc / Détonation permettant de définir le RDX CH0-100 compacté à une densité de chargement supérieure à 1,5 $g.cm^{-3}$ comme explosif secondaire à amorcer dans le détonateur. Ensuite, le système de propulsion du paillet a été défini en proposant deux solutions d'intégration : une solution bi-canons intégrant un système de propulsion du paillet redondé et une solution mono-canon, de construction plus robuste et de dimensions plus importantes. Deux types de charges pyrotechniques propulsives ont été proposés : des nanothermites dont l'étude est consacrée dans le Chapitre III et le RDX dont l'étude est décrite dans le Chapitre IV. Ce deuxième chapitre se termine par la description détaillée du procédé de fabrication du PyroMEMS V1 tel qu'il a été conçu dans la thèse de G. Taton et de la fiabilisation de ce procédé donnant lieu à un PyroMEMS V2 dont les performances ont été confirmées.

Le **Chapitre III** a présenté l'étude du dispositif tout nanothermite en s'appuyant sur les couples Al / CuO, Al / Bi_2O_3, Al / MoO_3 et Al / PTFE mis en forme à partir de nanopoudres commerciales. Après avoir décrit la méthode de préparation des nanothermites, nous les avons caractérisés. Cette première étude a montré que tous les couples sont stables thermiquement avant 400 °C et que le couple Al / Bi_2O_3 apparait être le plus réactif et avoir le meilleur rendement gazeux. Un modèle de balistique intérieure implémenté sous MATLAB considérant les gaz générés lors de la réaction du couple Al / Bi_2O_3 dopé avec du PTFE a permis d'estimer le niveau de pression et la vitesse de propulsion du paillet en fonction de l'épaisseur du paillet, après validation expérimentale. Nous avons mis en évidence qu'il est possible de propulser un paillet en inox dont la section de rupture est de 0,2 mm avec le couple Al / Bi_2O_3 + 5 % de la masse de PTFE mais à une vitesse trop faible pour amorcer en détonation du RDX par impact. Bien que l'issue de cette étude soit défavorable pour amorcer en détonation du RDX, elle a permis d'analyser la combustion de nanothermite en milieu confiné. D'une part, on constate que la nanothermite ne transforme qu'une infime partie de ses réactifs en produits gazeux (< 6 %), nous en déduisons que les produits métalliques ou oxydes se condensent rapidement. Nous avons mis en évidence aussi que la vitesse de combustion semble diminuer lorsque la pression augmente et que le chargement se densifie.

Le **Chapitre IV** a été consacré à l'étude expérimentale de la propulsion du paillet par la déflagration de RDX CH0-100 chargé à 1 % en masse de carbone graphite initié par différentes compositions d'allumage Al / Bi_2O_3 et Al / CuO et ZPP micrométrique pour comparaisons. La composition d'allumage, initiée par un PyroMEMS, a un temps d'initiation inférieur à 300 µs pour les nano thermites et supérieur à 750 µs pour la ZPP. Après initiation

nous avons montré que la vivacité de la composition, jouait un rôle important sur le régime de déflagration du RDX. On a noté que les compositions Al / Bi_2O_3 et ZPP provoque une déflagration plus rapide du RDX avec une rampe de montée en pression de 110 bar.μs^{-1}, alors qu'elle est de 83 bar.μs^{-1} lorsque le RDX est initié par la charge d'Al / CuO. La densité de chargement du RDX influe également sur ses propriétés propulsives, les niveaux de pression et la vitesse de déflagration sont plus importantes pour du RDX chargé à 1,7 g.cm^{-3} qu'à 1,4 g.cm^{-3}.

L'amorçage en détonation du RDX compacté à 1,6 g.cm^{-3} avec un paillet en inox de 2,5 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur, propulsé par 75 mg de RDX et avec un paillet en inox de 3,5 mm de diamètre et 1,5 mm d'épaisseur, propulsé par 102,5 mg de RDX, le RDX étant initié en déflagration par un PyroMEMS et 17 mg de nanothermite Al / Bi_2O_3 a été démontré. Cependant la poursuite de l'étude est nécessaire pour pouvoir tirer de meilleures conclusions sur l'amorçabilité du RDX par le système de propulsion conçu et développer dans le cadre de ces travaux de thèse.

A travers les difficultés d'intégration et de miniaturisation dues aux hautes pressions générées dans le système, la solution la plus sécure et facilement intégrable dans le corps IFI semble être la solution mono-canon avec la barrière de sécurité situé entre le PyroMEMS et la charge propulsive.

A notre grand regret, la mesure de vitesse du paillet est un point manquant dans ces travaux de thèse. Nous avions établi les contacts nécessaires avec le CEA – Gramat (M. Lefrançois) ayant le matériel pour effectuer la mesure mais un empêchement de la part de l'industriel n'a pas permis au projet d'aboutir.

***

En résumé, ce travail co-financé par le CNES, Dassault Aviation et LAAS a permis le développement et la démonstration d'un système d'amorçage en détonation d'explosifs secondaires, innovant, miniature et à partir d'une faible énergie électrique. Les travaux d'intégration de ce dispositif seront poursuivis par Dassault Aviation.

ANNEXE 1 : Le dépôt de nanothermite multicouches par pulvérisation cathodique.

A1.1. Le dépôt de CuO

Le dépôt d'oxyde de cuivre est réalisé sous plasma d'argon à partir d'une cible de cuivre, de l'oxygène est diffusée dans la chambre également pour réaliser l'oxydation. Le gaz introduit dans la chambre est donc un mélange d'argon et d'oxygène, le débit d'argon est de 100 sccm et de 25 sccm pour l'oxygène pour obtenir du CuO. Un appauvrissement ou un enrichissement en oxygène causerait d'autres oxydes comme le Cu_4O_3 ou du Cu_2O.

Un champ électromagnétique ($\vec{B}$) est créé dans la chambre proche de la cathode (la cible de cuivre) créant un nuage d'électrons (e^-). Un mélange d'argon (Ar) et d'oxygène (O_2) est introduit dans la chambre. La collision des électrons avec le gaz arrache un électron à l'atome de gaz l'ionisant pour en faire un cation attiré par la cathode. L'ion impact la cible, des atomes de cuivre (Cu) situé en surface de la cible sont éjectés lors de la collision. Ils se retrouvent sous la forme d'un gaz neutre et atteint le substrat avec de l'énergie cinétique. Les dépôts réalisés par pulvérisation cathodique ont en générale une meilleure accroche sur le substrat que les dépôts par PVD pour cette raison. Cependant la densité des matériaux déposés par cette méthode est généralement moins élevée car ils sont déposés sous plasma, donc avec une pression dans la chambre qui est plus élevée que par PVD avec une pression de dépôt de 5.10^{-3} mbar en pulvérisation cathodique contre 5.10^{-6} mbar en PVD. De l'argon se retrouve piégé dans le matériau final. La puissance utilisée dans la cible est de 400 W en continu (DC power) durant ~ 4 min[1] pour obtenir 200 nm. L'oxydation du cuivre est réalisée durant la trajectoire entre la cible et le substrat et / ou sur le substrat lors de la condensation. La couche de CuO est rugueuse en surface avec une structure très colonnaire. La densité mesurée par la mesure de la masse du dépôt et l'épaisseur, la surface du wafer étant connue, est de ~ 4,7 $g.cm^{-3}$. Le substrat est en rotation afin d'obtenir une épaisseur de couche uniforme sur le wafer à une fréquence de 20 $tr.min^{-1}$.Le schéma de la Figure 29 représente le dépôt d'oxyde de cuivre par pulvérisation cathodique.

Ce procédé est sensible aux pollutions pouvant être contenues dans la chambre de dépôt, la pression initiale avant introduction du wafer dans la chambre de dépôt renseigne sur la quantité potentielle de polluant et doit être inférieur à 1.10^{-7} mbar. On note également que le wafer ne doit pas dégazer de substances lors de sa mise sous vide afin de ne pas introduire d'éléments polluants dans la chambre et une régénération de la pompe cryogénique, permettant de nettoyer les filtres de la pompe et ainsi améliorer le

[1] Le temps de dépôt peut être sujet à variations suivant l'état d'usure de la cible pour des paramètres de dépôt fixés.

fonctionnement de la pompe, est à réaliser entre chaque dépôt de multicouches. Si la chambre est polluée, l'oxyde de cuivre résultant aura une structure cristalline différente et / ou une stœchiométrie différente. Les molécules polluantes peuvent interagir chimiquement avec le matériau de dépôt, ce qui entrainerait soit une modification de la structure cristalline, de la nature chimique ou la densité du matériau et altérer la performance finale. Le libre parcours moyen des particules pendant le dépôt sera modifié par la présence d'autres espèce ce qui diminue la vitesse de dépôt.

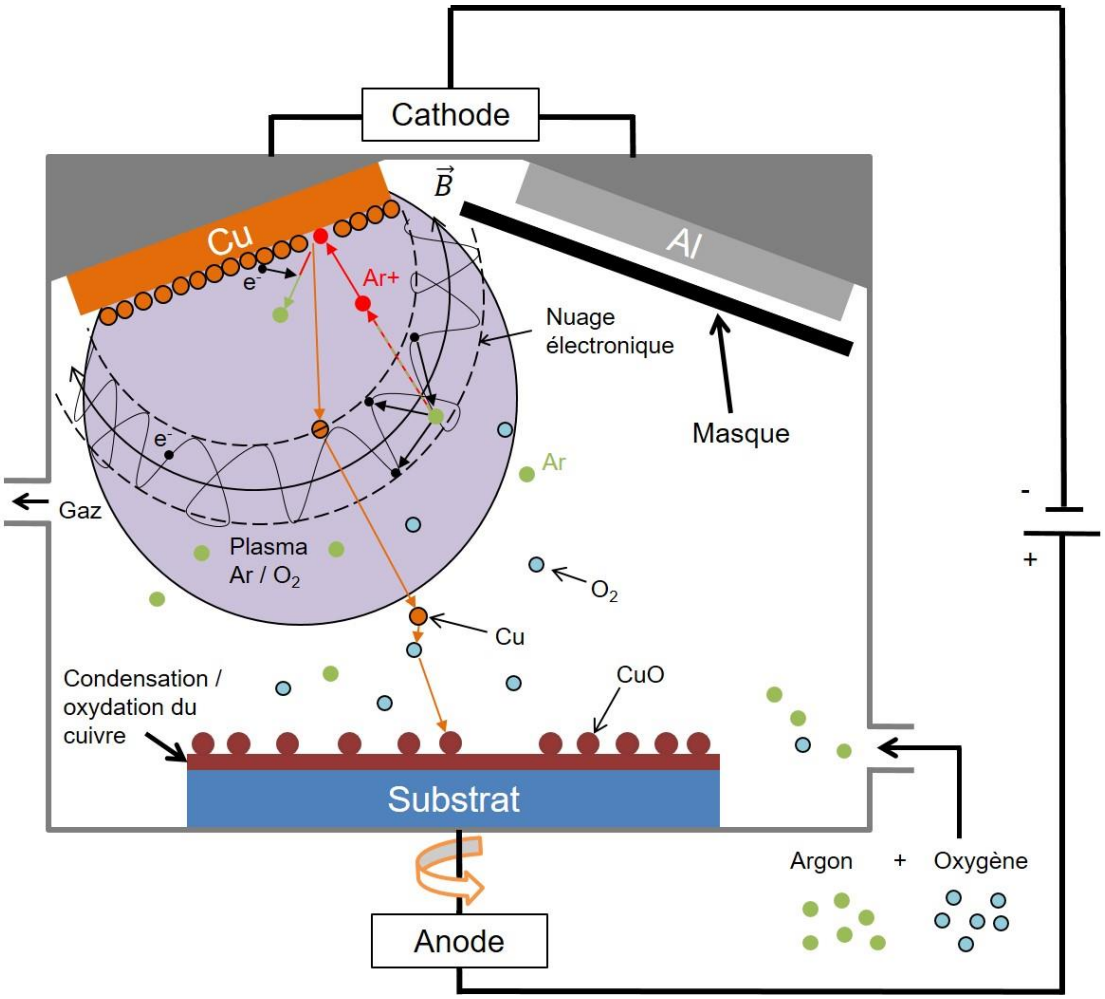


Figure 29 : Schématisation du dépôt de CuO par pulvérisation cathodique.

A1.2. Le dépôt d'Al

Le dépôt d'aluminium est réalisé dans la même chambre que l'oxyde de cuivre. Les conditions de dépôt diffèrent légèrement, il n'y a pas d'oxygène dans la chambre lors de ce dépôt et seul de l'argon est utilisé dans le plasma. La puissance électrique imposée sur la

cathode est de 800 W, le flux d'argon est de 50 sccm et la durée du dépôt est de 3 min 06 s[2] pour une épaisseur de 100 nm. La Figure 30 illustre le dépôt d'Al par pulvérisation cathodique.

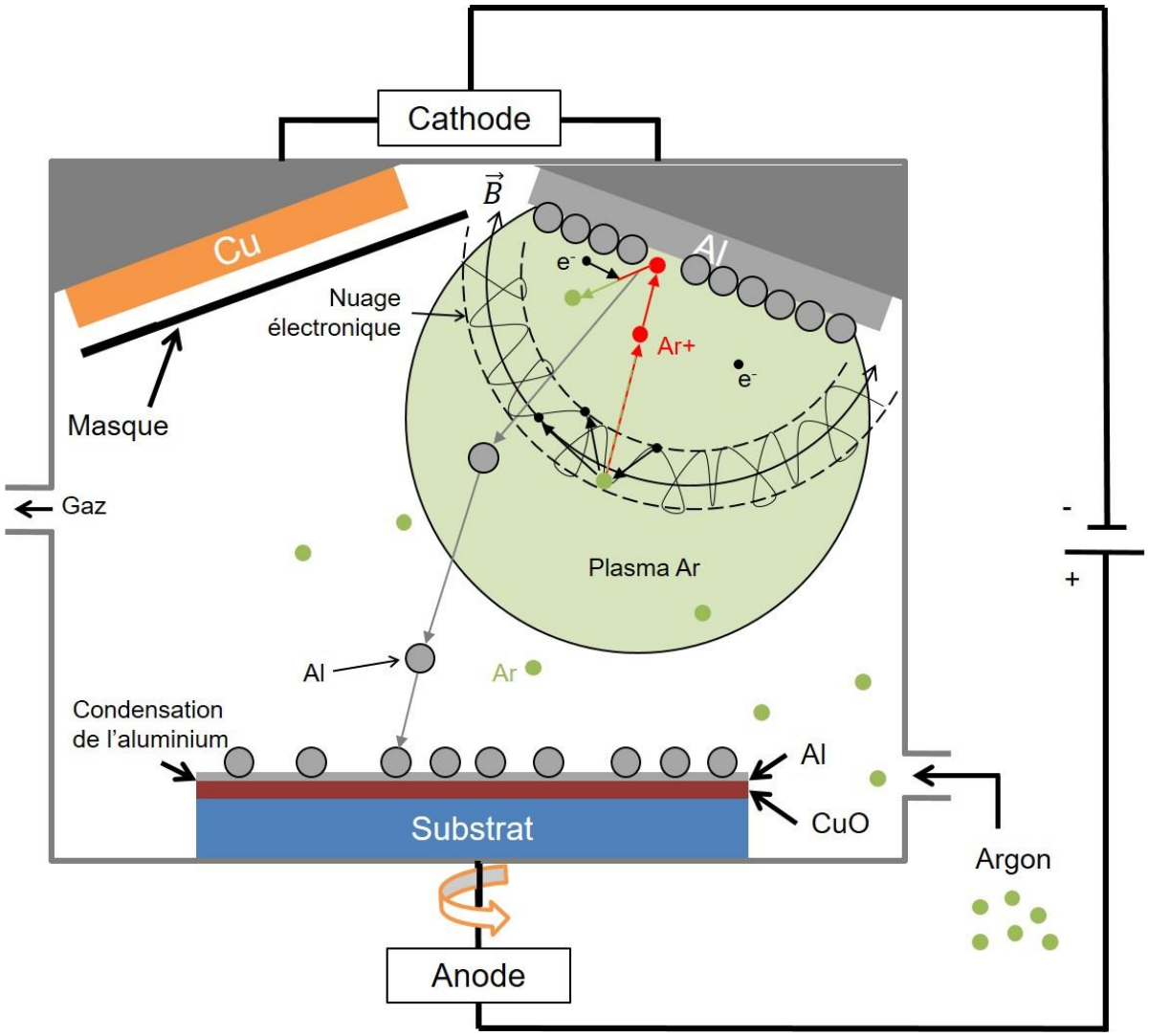


Figure 30 : Schématisation du dépôt d'Al par pulvérisation cathodique.

[2] Le temps de dépôt peut être sujet à variations suivant l'état d'usure de la cible pour des paramètres de dépôt fixés.

ANNEXE 2. Détermination des efforts admissibles par la chambre de combustion

Dans les calculs mécaniques d'assemblage vissé, on dimensionne les vis pour les sollicitations qu'elles devront subir et si elles respectent une condition dimensionnelle c'est la vis qui cassera avant le filetage. On peut faire l'approximation que si la longueur utile de filetage en prise L_u est inférieure à 0,7 fois le diamètre de la vis D_v, soit :

$$L_u < 0{,}7.D_v \qquad \text{Equation A2.1}$$

Alors dans ce cas le filetage risque de rompre avant la vis. Dans le cas étudié, le filetage utile en prise est de 7,5 mm et le diamètre est de 20 mm, donc $L_u < 0{,}7.D_v$. Un calcul de tenue à l'arrachement du filetage est nécessaire pour choisir au mieux le matériau que l'on utilisera pour faire les chambres de combustion.

Le canon est réalisé en acier inoxydable Z8 CND 17 04 T1150 qui présente une résistance à la rupture élevée (entre 900 et 1 050 MPa) et une haute limite élastique ≥ 700 MPa. Le calcul concerne le choix du matériau de la chambre de combustion.

On commence par calculer la surface de filetage en prise dans le canon par la relation suivante :

$$A_{sv} = \frac{L_u}{p}.\left[\frac{p}{2} + (d_2 - d_1).\tan\theta\right].\pi.d_1 \qquad \text{Equation A2.2}$$

Avec θ = 30° pour un filetage ISO, d_2 le diamètre sur les flancs, d_1 le diamètre intérieur de l'écrou et p le pas de vis. On calcul ces grandeurs à partir du diamètre nominal de la vis d = 20 mm et du pas p = 1mm. Les relations sont :

$$d_1 = d - 1{,}0825.p = 18{,}9175 \text{ mm}$$

$$d_2 = d - 0{,}6495.p = 19{,}3515 \text{ mm}$$

La charge d'arrachement des filets de la vis et donc du canon est :

$$F_{av} = \tau_{mv}.A_{sv}.C_1.C_2 \qquad \text{Equation A2.3}$$

Avec τ_{mv} la résistance au cisaillement de la vis et donc de la chambre de combustion. C_1 est un facteur de réduction due à la dilation de l'écrou. Dans notre cas on

considère la déformation du canon négligeable car l'inox Z8 CND 17 04 T1150 est très raide, son module d'Young est de 211 GPa, on prendra ce coefficient est égal à 1. C_2 est une second facteur de réduction de résistance des filets de la vis due à la flexion des filets. Pour déterminer ce facteur, il faut prendre en compte la valeur du paramètre R_s :

$$R_s = \frac{\tau_{me}.A_{se}}{\tau_{mv}.A_{sv}} \qquad \text{Equation A2.4}$$

Avec τ_{mv} la résistance au cisaillement de la vis et donc du canon. Et la surface de chargement de l'écrou A_{se} est calculée par l'équation :

$$A_{se} = \frac{L_u}{p}.\left[\frac{p}{2} + (d - d_2).\tan\theta\right].\pi.d \qquad \text{Equation A2.5}$$

Pour $R_s \leq 1$: C_2 = 0,897.

Pour $1 < R_s < 2{,}2$: $C_2 = 5{,}594 - 13{,}682.R_s + 14{,}107.{R_s}^2 - 6{,}057.{R_s}^3 + 0{,}9353.{R_s}^4$

Pour une chambre en laiton R_s = 2,56 > 2,2 et il n'y a pas de formule pour cette valeur donc nous prendrons donc C_2 = 0,9, une valeur usuelle pour ce genre de dimensionnement.

Pour une chambre en Z8 CND 17 04 T1150 R_s = 1 et donc C_2 = 0,897.

La charge d'arrachement pour notre système est calculée pour différents matériaux avec des valeurs de résistances au cisaillement différents, les résultats sont répertoriés dans le Tableau A2.1 :

Tableau A2.1 : Résistance au cisaillement et force d'arrachement du filetage calculée pour différents matériaux

Matériau	τ_{mv} résistance au cisaillement (MPa)	Force d'arrachement du filetage (N)
Laiton	125	37 637
Bronze K5	135	40 648
Z8 CND 17 04 T1150	350	105 385

On note que l'effort presseur maximum admissible pour une vis M20 de faible classe de basse qualité (classe 3,6 : métaux mou comme le laiton ou acier de pauvre qualité) à pas normal (p = 2,5, l'effort max est plus faible à pas normal qu'à pas fin) est d'environ 33 100 N.

La pression maximale mesurée durant les essais est de 6 000 bar. Cette pression peut être appliquée sur la surface au milieu du joint torique qui assure l'étanchéité sur le plan du paillet S_p d'un diamètre de 8 mm. La force maximale due à la pression est de :

$$F_{pmax} = S.P_{max} = 30\,160 \text{ N} \qquad \text{Equation A2.6}$$

Ensuite un couple de serrage important est appliqué pour visser la chambre dans le canon. Le couple de serrage est appliqué avec une clé dynamométrique réglé avec un couple de serrage C = 40 N.m.

Le couple de serrage est appliqué sur le diamètre résistant dont l'expression est :

$$d_s = \frac{d_2 + d_3}{2} \qquad \text{Equation A2.7}$$

Avec d_3 le diamètre du noyau de la vis dont l'expression est

$$d_3 = d - 1{,}2268.p = 18{,}7732 \text{ mm.}$$

L'effort associé au couple de serrage est donné par l'expression suivant :

$$F_c = \frac{16.C}{\pi.{d_s}^3}.A_{sv} = 9\,840 \text{ N} \qquad \text{Equation A2.8}$$

La somme totale des efforts est de $F_{pmax} + F_c$ = **39 998 N**

Le Tableau A2.2 suivant récapitule les efforts admissibles et les efforts appliqués suivant le matériau utilisé pour la chambre de combustion :

Tableau A2.2 : Synthèse de l'arrachement calculé du filetage pour différents matériaux

Matériau	τ_{mv} résistance au cisaillement (MPa)	Force d'arrachement du filetage (N)	Effort appliqué (N)	Arrachement du filetage
Laiton	125	37 637,3	39 998	Oui
Bronze K5	135	40 648,3		Critique
Z8 CND 17 04 T1150	350	105 385		Non

Afin d'avoir une marge de sécurité pour les essais, les chambres de combustion seront réalisée en Z8 CND 17 04 T1150.

BIBLIOGRAPHIE

Références du Chapitre I

[I.1] « Site web SFEPA ». Disponible sur:: http://www.sfepa.com/.

[I.2] C. Rossi, « Conception et réalisation d'un système de réhydratation pour patch transdermique à partir de micro actionneurs pyrotechniques », Thèse de l'INSA Toulouse, 1997.

[I.3] C. Rossi, D. Estève, « Micropyrotechnics, a new technology for making energetic microsystems: review and prospective », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 120, n° 2, p.297‑310, 2005.

[I.4] A. Chaalane, « Microsystème de propulsion à propergol solide sur silicium : application au contrôle d'assiete de micro-drone », Université de Toulouse, 2008.

[I.5] P. Pennarun, C. Rossi, D. Estève, D. Bourrier, « Design, fabrication and characterization of a MEMS safe pyrotechnical igniter integrating arming, disarming and sterilization functions », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 16, n° 1, p.92, 2006.

[I.6] H. Pezous, « Conception et intégration en technologie MEMS d'une micro amorce sécurisée », Thèse de l'Université de Toulouse, 2009.

[I.7] B. Larangot, *Conception, fabrication et caractérisation de matrices de micropulseurs pyrotechniques sur silicium*. Thèse de l'Université de Toulouse, 2004.

[I.8] « 100km Altitude Boundary for Astronautics ». Disponible sur:: http://www.fai.org/icare-records/100km-altitude-boundary-for-astronautics.

[I.9] A. Patureau de Mirand, « Introduction to launch staging and performance concepts », présenté à Techniques et développement de transports spatiaux, CNES Paris Daumesnil, 2015.

[I.10] « Il y a 50 ans, Diamant lançait Astérix, premier satellite français ». Disponible sur: https://cnes.fr/fr/50-ans-diamant.

[I.11] « Ariane 5 », *Arianespace*. Disponible sur: http://www.arianespace.com/vehicle/ariane-5/.

[I.12] Lamigeon, « Les sérieux doutes d'Arianespace sur la fusée réutilisable de SpaceX », *Challenges*. Disponible sur: http://www.challenges.fr/entreprise/aeronautique/20151222.CHA3140/le-lanceur-spatial-reutilisable-de-spacex-une-equation-economique-incertaine-pour-arianespace.html.

[I13] Site web d'Airbus Safran Launchers Disponible sur: http://www.airbusafran-launchers.com.

[I.14] G. Taton, « Conception et réalisation d'un microsystème d'initiation pyrotechnique intelligent et sécurisé pour applications spatiales », Thèse de l'Université de Toulouse, 2013.

[I.15] M. Bahrami, G. Taton, V. Conédéra, L. Salvagnac, C. Tenailleau, P. Alphonse, et C. Rossi, « Magnetron Sputtered Al-CuO Nanolaminates: Effect of Stoichiometry and Layers Thickness on Energy Release and Burning Rate », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 39, n° 3, p.365‑373, 2014.

[I.16] G. Taton, D. Lagrange, V. Conedera, L. Renaud, et C. Rossi, « Micro-chip initiator realized by integrating Al/CuO multilayer nanothermite on polymeric membrane », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 23, n° 10, p.105009, 2013.

[I.17] M. Petrantoni, C. Rossi, L. Salvagnac, V. Conédéra, A. Estève, C. Tenailleau, P. Alphonse, et Y. J. Chabal, « Multilayered Al/CuO thermite formation by reactive magnetron sputtering: Nano versus micro », *J. Appl. Phys.*, vol. 108, n° 8, p. 84323, 2010.

[I.18] L. Glavier, G. Taton, J.-M. Ducéré, V. Baijot, S. Pinon, T. Calais, A. Estève, M. Djafari Rouhani, C. Rossi, « Nanoenergetics as pressure generator for nontoxic impact primers: Comparison of Al/Bi_2O_3, Al/CuO, Al/MoO_3 nanothermites and Al/PTFE », *Combust. Flame*, vol. 162, n° 5, p.1813‑1820, 2015.

[I.19] *Dictionnaire de Pyrotechnie*, 4ème Edition. GTPS, 1994.

[I.20] D. R. Lide, *Handbook of Chemistry and Physics 84th Edition*. CRC Press, 2003.

[I.21] S. F. Son, M. A. Hiskey, D. L. Naud, J. R. Busse, et B. W. Asay, « Lead-free electric matches », *Los Alamos report*, LA-UR-02-2955, 2002.

[I.22] F. Roeske, J. Benterou, R. Lee, et E. Roos, « Transition to Detonation in Exploding Bridgewire Detonators », Lawrence Livermore National Lab., CA (USA), 2003.

[I.23] P. W. Cooper, *Explosives Engineering*. Wiley, 1996.

[I.24] E. A. Lee, R. C. Drake, et J. Richardson, « A view on the functioning mechanism of EBW detonators-part 3: explosive initiation characterisation », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 500, n° 18, p.182023, 2014.

[I.25] D. A. Benson, R. W. Bickes Jr, et R. S. Blewer, « Tungsten bridge for the low energy ignition of explosive and energetic materials », Patent US 4 976 200, 1990.

[I.26] R. W. Bickes Jr et M. C. Grubelich, « Semiconductor bridge (SCB) detonator », *Patent US5861570 A*, 1999.

[I.27] C. Riviere, « The slapper detonator : Principle. Measurements. Applications », *24/1*, p. 125‑141, 1992.

[I.28] J. R. Stroud, « The Slapper: A new kind of Detonator », *Lawrence Livermore Laboratory report*, UCRL-7739, 1976.

[I.29] J. R. Stroud et D. L. Ornellas, « Flying-plate detonator using a high-density high explosive », Patent US 4 788 913, 1988.

[I.30] B. Rice, « Explosive foil initiator and method of making », Patent US 8,281,718 B2, 2012.

[I.31] R. Mendes, J. Campos, I. Plaksin, et J. Ribeiro, « Shock initiation of explosives by micro slapper », in *12th International Detonation Symposium*, p.330, 2002.

[I.32] R. W. Davis, « Silver bridge element slapper detonator », Patent US 20130284043 A1, 2012.

[I.33] L. Napper, « An exploding foil initiator system ». Defence Research Establishment, 1996.

[I.34] Q.-C. Chen, Q.-B. Fu, L. Chen, et Z.-F. Han, « Parametric Influences on the Sensitivity of Exploding Foil Initiators », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 39, n° 4, p.558‑562, 2014.

[I.35] H. R. Davies, T. A. Vine, et D. M. Williamson, *Velocity measurements of exploding foil initiators (EFIs) using high speed photography*. New Trends in Research of Energetic Materials, Czech Republic, 2010.

[I.36] V. F. Lemley, G. E. Seay, et P. B. Ritter, « Secondary explosive detonator device », Patent US3978791 A, 1976.

[I.37] M. Held, « Flying plate detonator », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 21, n° 3, p.134–138, 1996.

[I.38] A. Stepanski, « Paillet et détonateur sans explosif primaire comprenant un tel paillet », Patent EP2103896 B1, 2012.

[I.39] L. J. Currano et W. A. Churaman, « Energetic Nanoporous Silicon Devices », *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 18, n° 4, p. 799‑807, 2009.

[I.40] S. Apperson, S. Bhattacharya, Y. Gao, S. Senthil, S. Hasan, M. Hossain, R. Shende, P. Redner, D. Kapoor, S. Nicolich, K. Gangopadhyay, et S. Gangopadhyay, « On-Chip Initiation and Burn Rate Measurements of Thermite Energetic Reactions », in *Symposium H – Multifunctional Energetic Materials*, vol. 896, p.0896‑H03‑02, 2005.

[I.41] C. L. Becker, S. Apperson, C. J. Morris, S. Gangopadhyay, L. J. Currano, W. A. Churaman, et C. R. Stoldt, « Galvanic Porous Silicon Composites for High-Velocity Nanoenergetics », *Nano Lettrers*, vol. 11, n° 2, p.803‑807, 2011.

Références du Chapitre II

[II.1] D. Price, « Critical parameters for detonation propagation and initiation of solid explosives », DTIC Document, 1981.

[II.2] R. Belmas, « La transition choc-détonation dans les explosifs solides hétérogènes », CEA Saclay, Direction des technologies de l'information, 2003.

[II.3] H. Moulard, « Etude de l'amorçage d'un cordeau découpeur par un paillet », ISL CR1208-96, ISL CR1208-96, 1996.

[II.4] H. Moulard, « Particular aspect of the explosive particule size effect on shock sensitivity of cast PBX formulation », présenté à Ninth Symposium (International) on Detonation, Portland, USA, 1989.

[II.5] B.A. Khasainov *et al.*, « On the effect of grain size on shock sensitivity of heterogeneous high explosives », *Sock Waves*, vol. 7, p. 89-105, 1997.

[II.6] S. H. Fischer et M. C. Grubelich, « Theoretical energy release of thermites, intermetallics, and combustible metals », présenté à 24th International Pyrotechnics Seminar, Monterey, CA, USA, 1998.

[II.7] G. Taton, « Conception et réalisation d'un microsystème d'initiation pyrotechnique intelligent et sécurisé pour applications spatiales », Thèse de l'Université de Toulouse, 2013.

[II.8] M. Bahrami *et al.*, « Magnetron Sputtered Al-CuO Nanolaminates: Effect of Stoichiometry and Layers Thickness on Energy Release and Burning Rate », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 39, n° 3, p.365-373, 2014.

[II.9] R. Fulcrand *et al.*, « On chip magnetic actuator for batch-mode dynamic manipulation of magnetic particles in compact lab-on-chip », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 160, n° 1, p.1520-1528, 2011.

[II.10] S. Cargou, M. Fouet, A. Montrose, D. Bourrier, K. Reybier, et A.-M. Gué, « An integrated magnetic planar acutator redefining multilevel (3D) microfluidic strategies », in *10th International Conference on the Scientific and Clinical Applications of Magnetic Cerriers*, Dresden, Germany, p.63, 2014.

[II.11] M. Petrantoni, C. Rossi, V. Conédéra, D. Bourrier, P. Alphonse, et C. Tenailleau, « Synthesis process of nanowired Al/CuO thermite », *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 71, n° 2, p 80-83, 2010.

[II.12] G. Taton, D. Lagrange, V. Conedera, L. Renaud, et C. Rossi, « Micro-chip initiator realized by integrating Al/CuO multilayer nanothermite on polymeric membrane », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 23, n° 10, p.105009, 2013.

[II.13] L. Marín *et al.*, « Enhancing the Reactivity of Al/CuO Nanolaminates by Cu Incorporation at the Interfaces », *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 7, n° 22, p.11713-11718, 2015.

Références du Chapitre III

[III.1] H. Goldschmidt, « Iron Age », vol. 82, p. 232, 1908.

[III.2] S. Singh, G. Singh, N. Kulkarni, V. L. Mathe, et S. V. Bhoraskar, « Synthesis, characterization and catalytic activity of Al/Fe2O3 nanothermite », *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 119, n° 1, p.309‑317, 2014.

[III.3] J. L. Cheng, H. H. Hng, Y. W. Lee, S. W. Du, et N. N. Thadhani, « Kinetic study of thermal- and impact-initiated reactions in Al–Fe2O3 nanothermite », *Combust. Flame*, vol. 157, n° 12, p.2241‑2249, 2010.

[III.4] K. T. Sullivan, J. D. Kuntz, et A. E. Gash, « Electrophoretic deposition and mechanistic studies of nano-Al/CuO thermites », *J. Appl. Phys.*, vol. 112, p.0243316, 2012

[III.5] K. T. Sullivan, M. A. Worsley, J. D. Kuntz, et A. E. Gash, « Electrophoretic deposition of binary energetic composites », *Combust. Flame*, vol. 159, p. 2210-2218, 2012.

[III.6] B. D. Shaw, M. L. Pantoya, et B. Dikici, « Detonation models of fast combustion waves in nanoscale Al-MoO3 bulk power media », *Combust. Theory Model.*, vol. 17, n° 1, p.25‑39, 2013.

[III.7] B. S. Bockmon, M. L. Pantoya, S. F. Son, B. W. Asay, et J. T. Mang, « Combustion velocities and propagation mechanisms of metastable interstitial composites », *J. Appl. Phys.*, vol. 98, n° 6, p.064903, 2005.

[III.8] D. S. Moore, S. F. Son, et B. W. Asay, « Time-Resolved Spectral Emission of Deflagrating Nano-Al and Nano-MoO3 Metastable Interstitial Composites », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 29, n° 2, p.106‑111, 2004.

[III.9] S. Apperson, R. V. Shende, S. Subramanian, D. Tappmeyer, et S. Gangopadhyay, « Generation of fast propagating combustion and shock waves with copper oxide/aluminum nanothermite composites », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, n° 243109, 2007.

[III.10] M. Petrantoni, C. Rossi, V. Conédéra, D. Bourrier, P. Alphonse, et C. Tenailleau, « Synthesis process of nanowired Al/CuO thermite », *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 71, n° 2, p.80‑83, 2010.

[III.11] K. S. Martirosyan, « Nanoenergetic Gas-Generators: principles and applications », *J. Mater. Chem.*, vol. 21, n° 26, p.9400, 2011.

[III.12] K. S. Martirosyan, L. Wang, A. Vicent, et D. Luss, « Synthesis and performance of bismuth trioxide nanoparticles for high energy gas generator use », *Nanotechnology*, vol. 20, n° 40, p.405609, 2009.

[III.13] K. S. Martirosyan, L. Wang, et D. Luss, « Development of nanoenergetic materials based on Al/I2O5 system », *Nanotechnol. Electron. Devices Fabr.*

MEMS Fluid. Comput., vol. 2 Nanostructured Materials & Devices, p.137‑140, 2010.

[III.14] G. Jian, S. Chowdhury, J. Feng, et M. R. Zachariah, « The ignition and combustion study of nano-Al and iodine pentoxide thermite », in *8th US National Combustion Meeting, Park City, UT*, 2013, p.1287–1299.

[III.15] E. K. Eckert, *In War and Peace: An American Military History Anthology*, Wadsworth Pub Co. 1989.

[III.16] M. Petrantoni, « Nanomatériaux énergétiques sur puce: élaboration, modélisation et caractérisation », Thèse de l'Université de Toulouse, 2010.

[III.17] R. Shende *et al.*, « Nanoenergetic Composites of CuO Nanorods, Nanowires, and Al-Nanoparticles », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 33, n° 2, p.122‑130, 2008.

[III.18] K. Zhang, C. Rossi, G. A. Ardila Rodriguez, C. Tenailleau, et P. Alphonse, « Development of a nano-Al/CuO based energetic material on silicon substrate », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, n° 11, p.113117, 2007.

[III.19] M. Petrantoni *et al.*, « Multilayered Al/CuO thermite formation by reactive magnetron sputtering: Nano versus micro », *J. Appl. Phys.*, vol. 108, n° 8, p.084323, 2010.

[III.20] M. Bahrami *et al.*, « Magnetron Sputtered Al-CuO Nanolaminates: Effect of Stoichiometry and Layers Thickness on Energy Release and Burning Rate », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 39, n° 3, p.365‑373, 2014.

[III.21] M. M. Bahrami, « Nanothermites multicouches Al/CuO : caractérisation et application », Thèse de l'Université de Toulouse, 2013.

[III.22] C. E. Aumann, G. L. Skofronick, et J. A. Martin, « Oxidation behavior of aluminum nanopowders », *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 13, n° 3, p.1178‑1183, 1995.

[III.23] M. L. Pantoya et J. J. Granier, « Combustion Behavior of Highly Energetic Thermites: Nano versus Micron Composites », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 30, n° 1, p.53‑62, 2005.

[III.24] M. R. Weismiller, J. Y. Malchi, J. G. Lee, R. A. Yetter, et T. J. Foley, « Effects of fuel and oxidizer particle dimensions on the propagation of aluminum containing thermites », *Proc. Combust. Inst.*, vol. 33, p.1989‑1996, 2011.

[III.25] J. A. Martin, A. S. Murray, et J. R. Busse, « Metastable Intermolecular Composites », *Warhead Technol.*, p.179‑191, 1998.

[III.26] G. C. Egan, E. J. Mily, J.-P. Maria, et M. R. Zachariah, « Probing the Reaction Dynamics of Thermite Nanolaminates », *J. Phys. Chem. C*, vol. 119, n° 35, p.20401‑20408, 2015.

[III.27] K. K. Kuo et K. Hori, « Ignition characteristics of nanothermite systems », *Advancements in Energetic Materials and Chemical Propulsion*, New York, NY, USA, p.73‑86, 2008.

[III.28] C. Weir, M. L. Pantoya, et M. A. Daniels, « The role of aluminum particle size in electrostatic ignition sensitivity of composite energetic materials », *Combust. Flame*, vol. 160, n° 10, p.2279‑2281, 2013.

[III.29] S. H. Fischer et M. C. Grubelich, « Theoretical energy release of thermites, intermetallics, and combustible metals », présenté à 24th International Pyrotechnics Seminar, Monterey, CA, USA, 1998.

[III.30] T. R. Sippel, S. F. Son, et L. J. Groven, « Altering Reactivity of Aluminum with Selective Inclusion of Polytetrafluoroethylene through Mechanical Activation », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 38, p.286‑295, 2013.

[III.31] C. D. Yarrington, S. F. Son, T. J. Foley, S. J. Obrey, et A. N. Pacheco, « Nano Aluminum Energetics: The Effect of Synthesis Method on Morphology and Combustion Performance », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 36, p.551‑557, 2011.

[III.32] K. W. Watson, M. L. Pantoya, et V. I. Levitas, « Fast Reactions with Nano- and Micrometer Aluminum: A Study on Oxidation vs. Fluorination », *Combust. Flame*, vol. 155, p. 619, 2008.

[III.33] S. F. Son, B. W. Asay, T. J. Foley, R. A. Yetter, M. H. Wu, et G. A. Risha, « Combustion of Nanoscale Al/MoO3 Thermite in Microchannels », *J. Propuls. Power*, vol. 23, n° 4, p.715‑721, 2007.

[III.34] R. Thiruvengadathan *et al.*, « Combustion characteristics of novel hybrid nanoenergetic formulations », *Combust. Flame*, vol. 158, p.964‑978, 2011.

[III.35] V. Baijot, L. Glavier, J.-M. Ducéré, M. Djafari Rouhani, C. Rossi, et A. Estève, « Modeling the Pressure Generation in Aluminum-Based Thermites », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 40, n° 3, p.402‑412, 2015.

[III.36] H. Moulard, « Etude de l'amorçage d'un cordeau découpeur par un paillet », ISL CR1208-96, 1996.

Références du Chapitre IV

[IV.1] L. Glavier, A. Nicollet, F. Jouot, B. Martin, J. Barberon, L. Renaud, C. Rossi, « Nanothermite/RDX-Based Miniature Device for Impact Ignition of High Explosives », *Propellants Explos. Pyrotech., 2017. DOI: 10.1002/pep.201600154*.

[IV.2] A. Gallusser, *Traces d'armes à feu, Expertise des armes et des éléments de munitiondans l'investigation criminelle*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes., 2nde édition revue et argumentée, 2014.

[IV.3] L. Glavier, G. Taton, J.-M. Ducéré, V. Baijot, S. Pinon, T. Calais, A. Estève, M. Djafari Rouhani, C. Rossi, « Nanoenergetics as pressure generator for nontoxic impact primers: Comparison of Al/Bi_2O_3, Al/CuO, Al/MoO_3 nanothermites and Al/PTFE », *Combust. Flame*, vol. 162, n° 5, p.1813‑1820, 2015.

[IV.4] A. G. S. Pillai, C. R. Dayanandan, M. M. Joshi, S. S. Patgaonkar, et J. S. Karir, « Studies on the effects of RDX particle size on the burning rate of gun propellants », *Def. Sci. J.*, vol. 46, n° 2, p.83–86, 2013.

[IV.5] D. Mueller, « New Gun Propellant with CL-20 », *Propellants Explos. Pyrotech.*, vol. 24, n° 3, p.176‑181, 1999.