

Marie Dabos

**Caractérisation thermodynamique des
produits de déflagration de mélanges
gas-aluminium**

Résumé de la thèse en français

Table des matières

Introduction	1
1 Obtention des données thermodynamiques	3
2 Mise en oeuvre experimentale	5
2.1 Historique du développement du dispositif expérimental	5
2.2 Méthode expérimentale	6
2.3 Vérifications expérimentales par spectroscopie	6
2.4 Résumé	9
3 Etude expérimentale	12
3.1 Résultats des propriétés thermodynamiques obtenues	12
3.2 Confrontation and analysis of the data	16
3.3 Résumé	17
Conclusion and perspectives	19
References	22

Introduction

SIAME (Simulation Aéro-thermochimique de la Mécanique des Explosifs), est un code thermo-chimique développé par le Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA), par le centre de Gramat au profit de la Direction Générale de l'Armement (DGA). Il permet, entre autres, de restituer les données expérimentales des états stationnaires de détonation et des explosions en volume fermé des explosifs de type $C_xH_yO_zN_tAl_u$. La validation des modèles thermo-chimiques n'a été que partiellement entreprise avec des compositions contenant des particules d'aluminium. Pourtant, ces compositions sont largement utilisées pour obtenir d'importants effets de souffle, avec une relative insensibilité aux chocs. Les travaux de validation actuels de SIAME, principalement menés sur des compositions $C_xH_yO_zN_t$ contenant des particules d'aluminium, sont en cours et doit être étendu aux compositions contenant des particules d'aluminium.

L'objectif de la thèse est de caractériser les états de l'aluminium qui a réagi (alumine) et des autres gaz, qui sont dans des états similaires à ceux que l'on trouve dans la phase post-combustion d'une détonation. Pour obtenir de tels états, des mélanges $H_2/O_2/N_2/CO_2/Al_{(s)}$ sont étudiés avec des déflagrations. Les principaux produits, H_2O , CO_2 , CO , N_2 et Al_2O_3 , sont les mêmes que ceux obtenus en détonation solide. L'accent est plus particulièrement mis sur l'état thermo-chimique de l'alumine. Son état est défini par la pression, la température, la fraction volumique et la taille des particules. Ce travail est mené dans une chambre de déflagration avec un dispositif expérimental au Laboratoire d'Energétique, de Mécanique et d'Electromagnétisme (LEME) de l'Université Paris Nanterre. L'objectif est également de disposer d'une méthode expérimentale de mesure de pression et de spectroscopie qui puisse être utilisée dans des études ultérieures sur l'état des produits post-détonation de la matière condensée (explosifs solides et liquides).

L'un des principaux défis est de mettre en œuvre un dispositif expérimental pour effectuer des mesures du phénomène qui concerne certains capteurs, et d'analyser correctement les données obtenues. La recherche effectuée dans le cadre de cette thèse est illustrée dans la Figure 1. La déflagration de mélanges gaz-aluminium est utilisée comme un moyen pour atteindre des états proches de ceux obtenus dans les détonations. La déflagration des mélanges gaz-aluminium est étudiée dans une chambre de déflagration à volume fermé. Les propriétés thermodynamiques du mélange résultant sont déterminées à l'aide de deux diagnostics : la spectroscopie, et un capteur piézoélectrique. A partir de ces mesures, les données obtenues sont la température des gaz, la température, le diamètre et la fraction volumique des particules d'alumine, la pression et la vitesse du son. Dans l'état final de la déflagration, le volume et la masse sont connus car elle se produit dans un volume fermé. Enfin, en utilisant les relations thermodynamiques, la quantité de matière, la masse molaire et l'indice adiabatique peuvent être calculés à partir des mesures expérimentales. La méthodologie pour obtenir toutes ces données est présentée dans le chapitre 1, qui détaille également les modèles utilisés, en particulier celui à partir duquel une inversion est appliquée pour obtenir l'état de l'aluminium.

Le chapitre 2 présente le dispositif expérimental permettant de réaliser les mesures,

avec les améliorations et les méthodes d'étalonnage étudiées, ainsi qu'une validation expérimentale des longueurs d'onde choisies pour étudier l'état de l'alumine par spectroscopie.

Le chapitre 3 porte sur l'analyse des résultats avec les propriétés thermodynamiques obtenues, et l'interprétation des résultats une fois ces données confrontées. Des réflexions sont menées pour améliorer la compréhension de la physique des déflagrations étudiées, afin de comparer plus précisément les données expérimentales aux calculs SIAME.

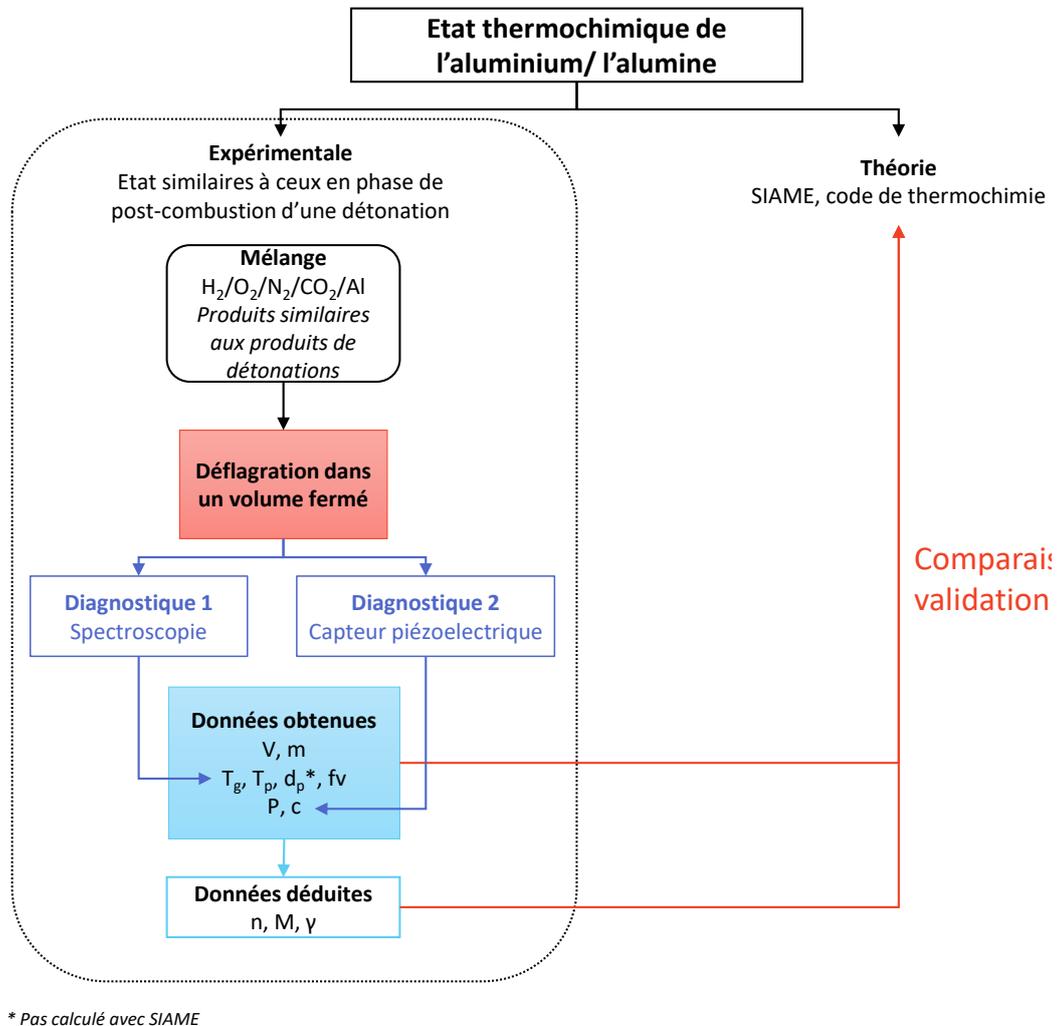


Figure 1 – Comparaison entre l'expérience et le code de calcul SIAME

Chapitre 1

Obtention des données thermodynamiques

Ce chapitre présente les modèles de déflagration et de rayonnement utilisés, ainsi que les méthodes appliquées pour extraire les propriétés thermodynamiques déterminées à partir des systèmes de métrologie. La première section définit les concepts thermodynamiques nécessaires à l'étude. Dans la deuxième section, un modèle de base du phénomène de déflagration dans un volume fermé est décrit pour expliquer comment l'état visé est atteint. Les troisième et dernière sections présentent les propriétés thermodynamiques extraites respectivement des mesures de rayonnement par spectroscopie et de la variation de pression par un capteur piézoélectrique.

En résumé, l'étude des déflagrations dans un cylindre fermé est un moyen intéressant d'atteindre des états similaires à ceux observés dans la phase post-combustion d'une détonation. Le processus est supposé adiabatique, donc lorsque le front de flamme atteint l'extrémité de la chambre, l'énergie est connue. Comme la déflagration a lieu dans un volume fermé, la masse est également connue. La mesure du rayonnement par spectroscopie peut être utilisée dans trois gammes qui ont été identifiées, comme le résume la Figure 1.1 0,8–0,9 μm , 2,1–2,3 μm , et 4,17–4,19 μm . Les mesures peuvent être utilisées pour déterminer la fraction volumique, la taille et la température des particules d'alumine par inversion, et la température du gaz à l'aide de la loi de Planck. La variation de pression mesurée par un capteur piézoélectrique donne des informations sur la pression et sur la vitesse du son. En utilisant la loi des gaz parfaits ($PV = nRT$), la relation de la masse molaire ($M = m/n$), et la relation entre la vitesse du son et la température ($c^2 = \gamma \cdot R/T \cdot M$), avec n , M et γ peuvent être calculés à partir des propriétés thermodynamiques mesurées. Un résumé des données obtenues est donné dans la Figure 1.2.

Longueurs d'onde préférentielles

Sensible à la taille des particules

Sensible à la fraction volumique

Sensible à la température

Longueurs d'onde à éviter

Rayonnement des gaz (sans Al)

Rayonnement de la réaction de l'aluminium

Chimiluminescence

Longueurs d'onde retenues

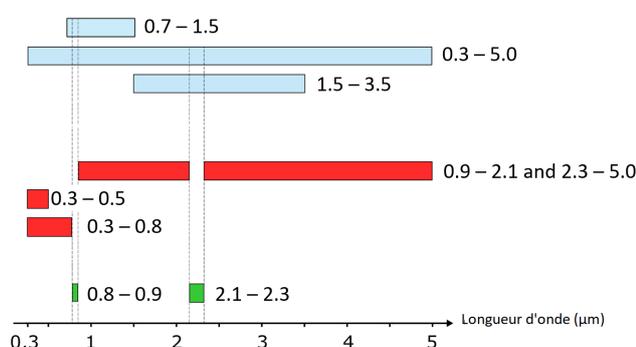


Figure 1.1 – Résumé des longueurs d'onde retenues pour l'étude

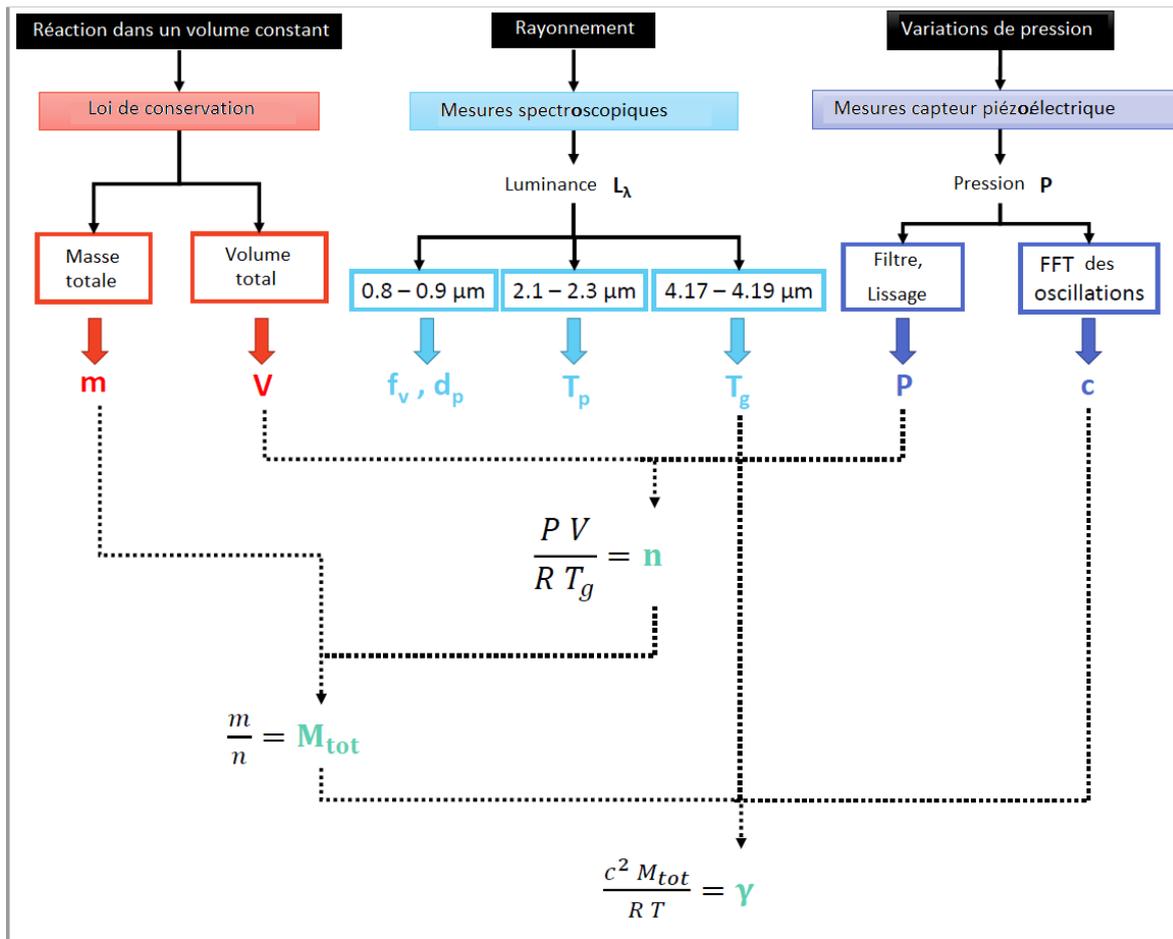


Figure 1.2 – Résumé des données obtenues avec le dispositif expérimental pour l'étude des déflagrations dans un volume fermé

La méthode expérimentale utilisée pour obtenir les propriétés thermodynamiques est présentée dans le chapitre 2.

Chapitre 2

Mise en oeuvre experimentale

Une présentation des travaux précédents est donnée afin d'introduire les défis et la raison du choix de certains des matériaux. Une étude sur les méthodes d'injection de particules est discutée dans la deuxième section. Ensuite, le matériau et la configuration utilisés sont présentés dans la troisième section. Enfin, la dernière section montre deux études expérimentales réalisées avant l'étude des mélanges de gaz aluminisés. Leur but est d'étudier l'émission éventuelle de chimioluminescences, un rayonnement non pris en compte dans les études précédentes. Si elle se produit, elle peut ajouter des incorrrections dans le rayonnement mesuré considéré. Une autre étude consiste à vérifier les gammes de longueurs d'onde choisies pour étudier le rayonnement de l'alumine.

2.1 Historique du développement du dispositif expérimental

Le matériel et les méthodes utilisés dans les travaux précédents sont résumés dans le tableau 2.1. Dans le présent travail, l'accent est mis sur la détermination de la température du gaz et la mesure du rayonnement dans deux gammes de longueurs d'onde ($0,8-0,9\ \mu\text{m}$ et $2,1-2,3\ \mu\text{m}$). La méthode de spectroscopie développée précédemment pour déterminer la température est utilisée pour ce travail. Une méthode permettant de corriger la distorsion du spectre observée dans les mesures dans l'infrarouge moyen doit être étudiée.

Un autre problème signalé était que la chronologie des mesures de spectre, de température et de pression n'était pas toujours sur la même base. Les déclenchements des éléments n'étaient pas toujours synchronisés, parfois il n'était pas possible d'envoyer un signal à la caméra à cause d'un défaut de refroidissement (CEDIP ORION) ou parce que l'option n'était pas disponible (CEDIP JADE). La plupart du temps, le spectre avec une radiance maximale a été considéré comme celui obtenu à la fin de la déflagration. Une révision du système de synchronisation est nécessaire afin que tous les matériels puissent être déclenchés sur la même base de temps, et que les mesures soient analysées correctement. Dans le présent travail, l'ensemble des mesures sera examiné. Une meilleure connaissance du phénomène permettrait de confirmer l'hypothèse retenue : la pression et la température sont toutes deux maximales en fin de déflagration, le processus est adiabatique. Il serait utile de considérer les données à d'autres phases de la déflagration (propagation de la flamme, refroidissement). De plus, une caméra plus rapide est nécessaire pour analyser plus précisément l'évolution du rayonnement pendant et après la déflagration. L'installation doit être adaptée pour que les mesures puissent être effectuées dans le visible, le proche infrarouge et le moyen infrarouge.

Enfin, comme les études sur les mélanges contiennent de l'aluminium, une méthode pour insérer les particules dans la chambre est étudiée. Celle utilisée précédemment n'a

pas pu être réutilisée, et une méthode permettant de mieux contrôler la quantité de particules injectées est nécessaire. Une revue des méthodes et le choix de l'une d'entre elles sont présentés dans la section Matériel. Les matériaux sélectionnés pour répondre aux exigences de l'installation sont présentés dans la section Matériel.

2.2 Méthode expérimentale

Comme expliqué au chapitre 1, deux diagnostics sont utilisés pour déterminer l'état des produits : la spectroscopie et un capteur piézoélectrique. Comme indiqué dans la section de l'historique des études expérimentales, des systèmes de spectroscopie ont été développés dans des travaux antérieurs pour des mesures dans le visible (0,5–0,6 μm), le proche infrarouge (0,81–0,83 μm) et l'infrarouge (4,17–4,19 μm). Dans ce travail, un système d'enregistrement rapide avec une résolution adaptée est nécessaire, ainsi que la synchronisation de tous les signaux. Pour ce faire, les anciennes caméras infrarouges utilisées sont remplacées par une caméra plus rapide. Pour les études dans le domaine du visible et du proche infrarouge, le remplacement de la caméra infrarouge par une caméra visible n'était pas une solution, car la résolution spectrale du SOPRA était trop élevée. La taille du spectre obtenu à la fente de sortie n'est que de 0,02–0,03 microm, alors que la taille visée est d'au moins 0,08 μm pour le domaine visible. Par conséquent, un autre spectroscope et une autre caméra sont choisis. Pour couvrir les gammes de longueurs d'onde sélectionnées, deux configurations sont nécessaires : une pour les mesures dans le visible et le proche infrarouge, et une autre pour les mesures dans l'infrarouge moyen.

Le dispositif expérimental peut être divisé en deux parties : l'une comprenant la chambre de déflagration, l'autre le système de spectroscopie. Dans cette section, les matériaux utilisés et la configuration du dispositif pour les mesures dans le visible et l'infrarouge sont présentés. Dans une seconde sous-section sont présentées les méthodes de calibration spectrale pour le traitement des images acquises par la caméra en spectres.

2.3 Vérifications expérimentales par spectroscopie

Avant de commencer les études sur les mélanges gaz-aluminium, quelques études expérimentales préliminaires sont réalisées avec deux objectifs :

1. rechercher s'il existe des radiations de chimioluminescence pendant la déflagration, qui n'ont pas été prises en compte dans les travaux précédents, et voir si elles ont un impact sur les mesures,
2. en vérifiant qu'aucun produit gazeux ne rayonne aux longueurs d'onde visées pour étudier le rayonnement de l'alumine, à 0,8–0,9 μm and 2,1–2,3 μm .

Les études sont réalisées avec des mélanges de gaz R16 et R19. Ils sont choisis pour représenter les deux catégories de mélanges, la première avec une pression maximale autour de 8 bar, et la seconde avec une pression maximale autour de 17 bar. Pour le premier objectif de l'étude, les mesures des mélanges R16 et R19 sont comparées respectivement aux mélanges N16 et N19, qui sont des mélanges équivalents où CO_2 a été remplacé par N_2 additionnel. Si la chimioluminescence se produit effectivement aux longueurs d'onde infrarouges à la fin d'une déflagration, cela pourrait impliquer que les niveaux de radiance mesurés pour la détermination des gaz sont surestimés. Pour le second objectif, une étude est réalisée pour valider l'absence de rayonnement dans les gammes spectrales sélectionnées lors de la déflagration de mélanges $\text{H}_2/\text{O}_2/\text{CO}_2/\text{N}_2$. Si cela est confirmé, toute raie

Table 2.1 – Résumé du matériel et des méthodes utilisés dans les travaux précédents

Source	Chelin 2003	Ramel 2008	Legrand 2008	Lebedinsky 2013	Poeuf 2018
Spectroscopie	SOPRA UHRS F1150	JOBIN YVON TRIAX 180	-	SOPRA UHRS F1150	SOPRA UHRS F1150 Ocean Optics HR200
Système de détectio	Princeton Instruments Spec-10:400B	CEDIP ORION + filtre passe-haut 3,2 µm	Pyromètre	Princeton Instruments Spec-10:400B	CEDIP ORION + fibre optique
Capteur	CCD	InSb	Photodiodes	CCD	InSb CCD
Plage spectrale (µm)	0,2 - 0,8	1 - 1,5	0,521; 0,660; 0,850; 1,083; 1,260; 1,481	0,2 - 0,8	1 - 1,5 0,4 - 0,8
Fenêtrage (pixel x pixel)	1340 x 400	320 x 240	320 x 256	1340 x 400	192 x 24 2048 x 1
F. d'acq. – Temps d'intég.	183 Hz - 3,5 ms; 272 Hz - 2 ms	2 kHz - 0,160 ms	NC	125 Hz-3,5 ms	2 kHz - 0,300 ms 50 Hz - 1ms
P statique, capteur	Kristal SAG25R20BC1H (0-20 bar); Kristal RAG25A2BC1H (1-2 bar)	Kristal pour 1-2 bar	Kristal pour 1-2 bar	Kristal pour 1-2 bar	Kristal pour 0-20 bar
P dynamique, capteur	Kistler 6061B + amplificateur 5011B	Idem	Idem	Idem	Idem
Capteur optique	Optoschmitt SDP8600-002	None	None	None	None
Système de control	Nicolet MultiPro 120 pour le piezo	Texas Instruments (not specified)	National instruments USB 6341	National instruments 6221	National instruments USB 6341
Mélange	Air/H ₂ ; H ₂ /O ₂ /N ₂	H ₂ /O ₂ /N ₂ /CO ₂ ; H ₂ /O ₂ /N ₂ /CO ₂ /Al or Al ₂ O ₃	H ₂ /O ₂ /N ₂ /CO ₂ ; H ₂ /O ₂ /N ₂ /CO ₂ /Al or Al ₂ O ₃	H ₂ /O ₂ /N ₂	C ₂ H ₄ / H ₂ /O ₂ /N ₂ /CO ₂
Durée de déflagration (ms)	50	10-15	10-15	50	200 - 300
Plages de P max (bar)	2 à 60	8 à 18	8 à 18	1,3 à 20	15 à 25
Plages de T max (K)	2600-3000	1100-3665	2500-3665	2300-3000	2100-2200
Molécule(s) étudiés	H ₂ O	CO ₂ ; CO	Al ₂ O ₃	H ₂ O	Carbon soots CO ₂
Propriétés étudiés	Concentration	Elargissement de spectre	Rayonnement Al et Al ₂ O ₃	Spectre	Température Rayonnement Du carbone
Longueurs d'onde (µm)	0,812-0,828 0,953-0,968	4,17 - 4,19	0,521 - 1,481	0,812 - 0,828	4,17 - 4,19 0,200 - 0,800
Détermination de la T	Modélisation de la propagation de la flamme avec la courbe de P	Loi de Planck pour le rayonnement du CO ₂	Loi de Planck pour le rayonnement du CO ₂	Modélisation avec GASEQ	Loi de Planck pour le rayonnement du CO ₂
Identification de la chronologie	Temps initial: première montée de pression; fin : maximum de luminance	Temps initial: première montée de pression; fin : maximum de luminance	End : maximum de luminance; mesures du pyrometer ajustée en coincident les maxima	Identification du temps de luminance maximum comme temps finale seulement	Identification du temps de luminance maximum comme temps finale seulement

détectée pour le même type de mélanges avec des particules d'aluminium peut être identifiée comme résultant de la réaction entre les particules et les composés gazeux. Le résumé des déflagrations effectuées pour chaque gamme de longueur d'onde étudiée est donné dans le tableau 2.2. Lorsque cela est possible, les tirs sont effectués plusieurs fois afin d'assurer la répétabilité. Pour ce type de mélange, le front de flamme se propage en quelques dizaines de mètres par seconde, ce qui correspond à une déflagration d'environ 20 ms dans la chambre.

Table 2.2 – Résumé des tirs effectués pour l'étude préliminaire de spectroscopie

Plage spectrale (μm)	0,350–0,750 μm Chimiluminescence de CO-CO ₂	0,8–0,9 μm Vérification pour l'étude d'alumine	2,1–2,3 μm Vérification pour l'étude d'alumine	4,5–4,6 μm Chimiluminescence de CO-CO ₂
R16	2	3	1	1
R19	2	3	1	1
N16	3	-	-	-
N19	2	-	-	-

En résumé, en supposant que le temps a été correctement synchronisé, l'étude de la chimiluminescence dans le domaine visible pendant la déflagration montre qu'aucun rayonnement n'est détecté pendant cette phase. Cependant, cela ne signifie pas qu'aucune chimiluminescence ne se produit, il se peut que le niveau de rayonnement soit trop faible pour être détecté. Pendant la phase de refroidissement, un large continuum est observé, mais la comparaison des spectres avec ceux de mélanges sans CO₂, il semble qu'il ne provienne pas de la chimiluminescence. Dans le domaine infrarouge, un large continuum est observé en plus des raies d'émission du CO, qui pourrait être identifié comme la chimiluminescence du CO₂. Malheureusement, aucune mesure avec un mélange ne contenant pas d'CO₂ n'a été faite pour soutenir cette hypothèse.

Enfin, la vérification des gammes pour l'étude de l'alumine a montré qu'aucune émission ne se produit lors de la déflagration dans le domaine du proche infrarouge, mais qu'un rayonnement est mesuré dans le moyen infrarouge. Le changement de gamme de longueur d'onde n'étant pas possible, la solution retenue est de comparer l'émission entre les mélanges avec aluminium et sans aluminium.

2.4 Résumé

Dans ce chapitre, une revue des travaux effectués précédemment a permis de donner un aperçu des différentes approches explorées pour l'amélioration du dispositif expérimental, ainsi que des problèmes à résoudre. Il s'agissait essentiellement de la réimplémentation d'un système de synchronisation des éléments de mesure, et de l'utilisation d'un système de mesure plus rapide pour étudier plus précisément la chronologie des changements de pression et de température mesurés. Il fallait également trouver une méthode pour corriger la distorsion des spectres dans les mesures infrarouges. A partir de ces différents éléments, le dispositif expérimental a été adapté pour ce travail de thèse. De plus, une méthode pour insérer des particules d'aluminium dans les mélanges gazeux pour la présente configuration a été étudiée dans la littérature et expérimentalement avec des prototypes. La méthode finalement retenue consiste à déposer les particules dans la chambre avant de la sceller. Elle donne un nuage d'aluminium assez homogène et la quantité impliquée pour chaque déflagration est connue. Les matériaux utilisés pour l'adaptation du montage en fonction des gammes de longueurs d'onde étudiées sont présentés dans la Figure 2.1. Une caméra infrarouge plus rapide et un système de spectroscopie visible ont été mis en place.

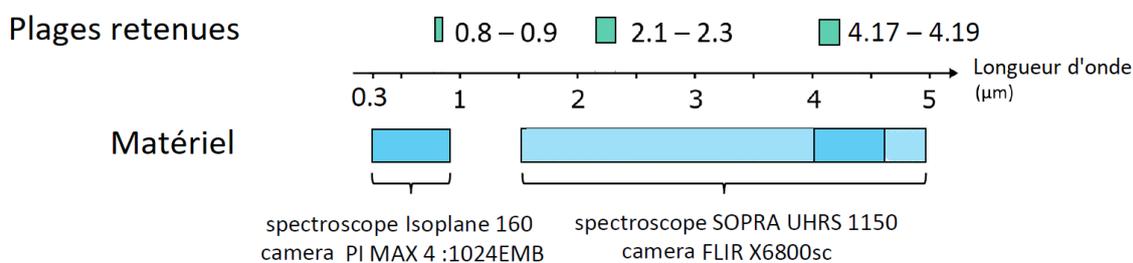


Figure 2.1 – Systèmes de spectroscopie utilisés pour les gammes de longueurs d'onde sélectionnées

En ce qui concerne la méthode d'étalonnage, un résumé de la méthodologie utilisée avec le dispositif expérimental est présenté à la Figure 2.2. Une solution est proposée pour corriger la distorsion spectrale observée, en utilisant un ajustement polynomial avec un spectre de flamme connu. Pour la calibration spectrale, l'incertitude de la radiance dans une gamme où il n'y a pas de source de calibration a été considérée. L'étude a montré que, sur la base des réglages du spectroscopie, il n'est pas nécessaire de connaître précisément la position de la longueur d'onde pour les mesures d'intensité de rayonnement, l'incertitude étant de 2.3% à 2,12 μm. Une méthode d'étalonnage radiométrique a également été proposée lorsqu'il n'est pas possible d'utiliser la méthode classique. Pour l'étalonnage radiométrique, une méthode est présentée pour l'étalonnage à des signaux proches du niveau de bruit lorsque la réponse du détecteur n'est plus linéaire. L'étalonnage de la spectroscopie infrarouge peut être difficile, surtout lorsque la source d'étalonnage disponible n'est pas adéquate. Dans notre cas, la température maximale des déflagrations dépasse 2900 K, alors que la température maximale du corps noir disponible ne dépasse pas 1773 K. En outre, il est possible que la température indiquée du corps noir devienne moins précise lorsque la température augmente, car les espèces présentes dans la cavité peuvent émettre des radiations non thermiques. La méthode proposée utilise les mesures de déflagrations dont la température maximale est connue. La déflagration de ces mélanges connus peut être considérée comme une source de référence de corps noir à 4,17–4,19 μm. Avec ces nouvelles références, le résultat obtenu est un ajustement affine et logarithmique de la calibration. La méthode est validée pour des mesures avec un mélange dont la température maximale est connue, et

un mélange dont la température maximale n'était pas connue. Les perspectives possibles de l'utilisation d'une telle méthode de calibration sont d'enregistrer des spectres avec des fréquences d'images plus élevées dans des circonstances où aucune source de calibration appropriée n'est disponible. Cela pourrait être intéressant pour obtenir une plus grande résolution du spectre dans la détermination de la température, ou pour étudier des phénomènes plus courts.

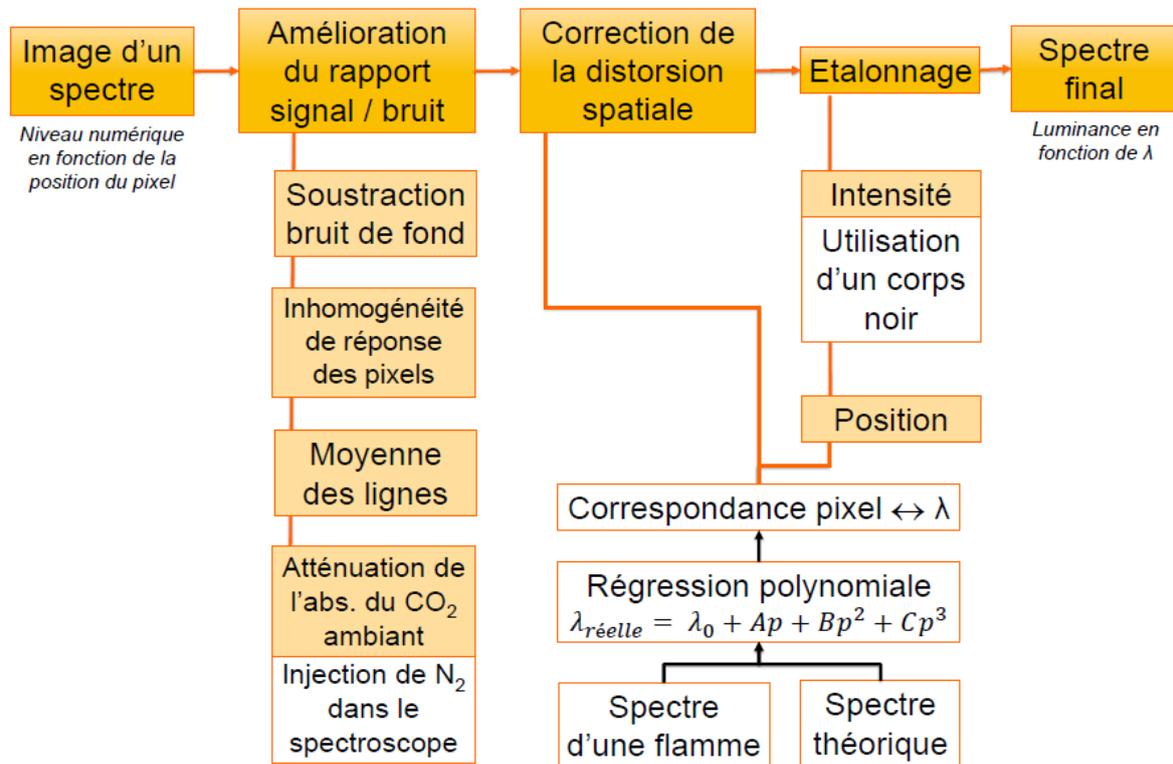


Figure 2.2 – Résumé de l'étape permettant d'obtenir un spectre à partir des mesures de la caméra

Pour finir, une étude expérimentale a été réalisée aux longueurs d'onde visées pour voir s'il y avait des rayonnements provenant de la chimiluminescence, une source de rayonnement jamais prise en compte dans les études précédentes, et pour vérifier qu'il n'y a pas de rayonnements provenant d'espèces gazeuses aux longueurs d'onde visées pour étudier le rayonnement de l'alumine. En conséquence, aucune chimiluminescence n'est détectée lors d'une déflagration. Cependant, cette étude a montré la présence de radiations provenant d'impuretés, ce qui peut être un problème pour les études dans ces domaines. Les raies d'émission des impuretés sont observées ainsi qu'une large bande continue. En perspective, l'origine de la large bande observée pourrait être étudiée pour voir si l'élargissement des raies est dû à l'augmentation de la pression et de la température, et pourquoi il ne se produit que pendant la phase de refroidissement et non depuis le début de la déflagration. L'étude du rayonnement du CO aux longueurs d'onde de l'infrarouge moyen (4,56–4,58 μm) a montré qu'il pouvait y avoir de la chimiluminescence à des longueurs d'onde infrarouges. La comparaison des mesures avec des mélanges ne contenant pas de CO₂ pourrait conforter cette hypothèse. Concernant la validation des gammes spectrales choisies pour étudier l'émission de l'alumine, dans le domaine du proche infrarouge (0,8–0,9 μm) une forte raie d'émission et un fond continu sont observés dans la phase de refroidissement, en raison du rayonnement d'une impureté pour la raie d'émission, tout comme cela a été observé dans le

domaine visible. Les spectres ont montré que cela ne devrait pas perturber les mesures pendant et à la fin de la déflagration. Dans le domaine de l'infrarouge moyen ($2,1\text{--}2,3\ \mu\text{m}$), il y a un rayonnement dès le début de la déflagration, provenant probablement des produits gazeux. Malheureusement, il n'a pas été possible de changer la gamme de longueurs d'onde étudiée, la solution qui sera adoptée est donc de comparer les mesures des mélanges avec aluminium à celles des mélanges sans aluminium. De cette façon, la contribution de l'alumine pourra être identifiée. En perspective, une idée serait d'utiliser un spectroscopie à large bande pour mesurer les spectres à l'ensemble des longueurs d'onde possibles des mesures ($0,3\text{--}5,0\ \mu\text{m}$) pendant une déflagration, afin de vérifier et de sélectionner avec précision les longueurs d'onde où il n'y a pas d'émissions de gaz.

Chapitre 3

Etude expérimentale

Dans ce chapitre, les résultats expérimentaux sont examinés. La première section traite des propriétés thermodynamiques obtenues et les compare avec SIAME lorsque cela est pertinent. La deuxième section confronte les propriétés pour discuter du phénomène de déflagration dans la chambre, de l'effet de l'aluminium et des propriétés de l'état de l'alumine déterminées à l'aide du modèle d'inversion.

Pour rappel, les relations entre les mélanges considérés sont données dans la Figure 3.1.

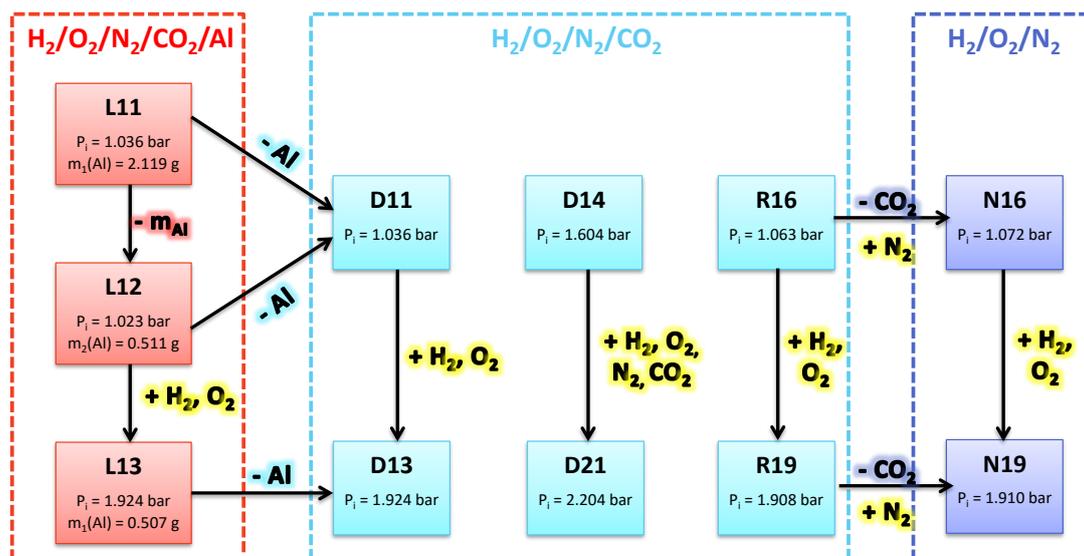


Figure 3.1 – Relations entre les mélanges étudiés

3.1 Résultats des propriétés thermodynamiques obtenues

Cette section présente les résultats et les compare aux calculs SIAME lorsque cela est pertinent. La répétabilité des résultats est également discutée. SIAME calcule l'état final d'une déflagration, les mesures expérimentales à ce moment sont donc comparées aux calculs. Le moment de l'état final est identifié expérimentalement comme le moment où la pression est maximale.

Les mélanges considérés sont L11, L12 et L13, ainsi que les mélanges équivalents sans aluminium, D11 et D13. Pour comparer les données expérimentales avec le SIAME, les résultats des autres mélanges gazeux (D14, D21, R16, R19, N16, N19) sont également pris

en compte. Certains tirs ont été réalisés plusieurs fois afin d'évaluer la répétabilité des expériences. Pour l'étude des mélanges gaz-aluminium, les déflagrations ont été réalisées en alternant les mélanges avec et sans aluminium. Un total de 75 tirs est considéré, le résumé est donné dans le Tableau 3.1. Les paramètres d'acquisition utilisés pour les instruments du montage sont listés dans l'Annexe de la thèse. D14 et D21 ont été étudiés avant que la méthode de calibration en conditions non linéaires ne soit appliquée, et leurs paramètres d'acquisition sont différents.

Table 3.1 – Nombre de tirs effectués pour chaque mélange

Mélange	0,350–0,750 μm Chimiluminescence de (CO-CO ₂)	0,8–0,9 μm Etude de l'alumine : diamètre de par- ticles, fraction volumique	2,1–2,3 μm Etude de l'alumine : température des par- ticles	4,17–4,19 μm Température des gaz
L11	-	3 (25 μm), 3 (60 μm)	3 (25 μm), 3 (60 μm)	1 (25 μm), 1 (60 μm)
L12	-	3 (25 μm), 3 (60 μm)	1 (60 μm)	1 (60 μm)
L13	-	3 (25 μm), 3 (60 μm)	1 (60 μm)	1 (60 μm)
D11	-	8	4	2
D13	-	2	1	1
D14	-	-	-	3
D21	-	-	-	3
R16	2	3	1	1
R19	2	3	1	1
N16	3	-	-	1
N19	2	-	-	1

Pour une première approche, l'inversion du modèle décrit dans la section ?? est appliquée pour 3 longueurs d'onde afin de déterminer la température, le diamètre et la fraction volumique des particules d'alumine. Les longueurs d'onde et le tir utilisé sont répertoriés dans le Tableau 3.2. Le tir L11 est étudié avec des particules d'aluminium de 25 μm et 60 μm . Le tir L13 n°7, le seul effectué à 2,1–2,15 μm pour ce mélange, n'a pas été utilisé pour l'inversion car il semblait être une aberration. Les propriétés de l'alumine ont été déterminées au moment initial et au moment final, qui correspond au point de pression maximale.

Table 3.2 – Longueurs d'onde et tirs utilisés pour la méthode d'inversion

Mixture	d_{Al} (μm)	Longueurs d'onde 1	Longueurs d'onde 2	Longueurs d'onde 3
L11	25	0,86 μm L11 n°3	0,88 μm L11 n°3	2,12 μm L11 n°7
L11	60	0,86 μm L11 n°6	0,88 μm L11 n°6	2,12 μm L11 n°8
L12	60	0,86 μm L12 n°5	0,88 μm L12 n°5	2,12 μm L12 n°7
L13	60	0,86 μm L13 n°4	0,87 μm L13 n°4	0,88 μm L13 n°4

Globalement, les pressions expérimentales et les calculs sont en bon accord. Les tempé-

ratures calculées avec SIAME ont des déviations plus importantes par rapport aux mesures expérimentales, mais restent inférieures à 10%, sauf pour D14 et D21. Les répétitions de la déflagration de chaque mélange montrent que les mesures expérimentales sont répétables. Les valeurs aberrantes ont été étudiées, le récapitulatif des tirs identifiés comme tels est donné dans le Tableau 3.3.

Table 3.3 – Résumé des tirs identifiés comme aberrants

Tir	Valeur aberrante pour P	Valeur aberrante pour T	Source probable
L11 n°2	X		Erreurs de manip.
L13 n°7	X		Erreurs de manip.
D11 n°5, 11	X	X	La quantité initiale de ces tirs est plus élevée que prévu. Il est préférable de les exclure.
D14 and D21 (tous les tirs)		X	L'étalonnage radiométrique n'a pas été effectué avec la méthode appropriée, ce qui entraîne des erreurs de température.
N19 n°2	X		Erreurs de manip.

L'identification des valeurs aberrantes met en évidence l'importance de répéter les mesures afin d'avoir une incertitude précise pour les valeurs obtenues, et d'éviter d'avoir des mesures qui ne seraient pas représentatives du mélange. C'est le cas par exemple du tir L13 n°7, pour lequel une seule mesure a été effectuée au 2,12 μ . Cela pose problème car c'est la seule mesure de spectroscopie effectuée à cette distance pour ce mélange afin de déterminer la température des particules. Les résultats semblent montrer qu'il y a eu des erreurs de manipulation. Cependant, ce n'est pas un problème pour étudier la pression puisque les mesures des 7 autres tirs sont valides.

En ce qui concerne la température, dans les mélanges sans CO₂, le CO₂ restant dans le gaz résiduel rayonne assez fortement pour que la température puisse être déterminée, même si le vide est réalisé avant l'introduction des gaz. Il est important de le savoir pour les études futures impliquant des mélanges sans CO₂. La solution pourrait être d'atteindre un vide plus élevé et de s'assurer que les gaz utilisés sont aussi purs que possible.

Si des manipulations supplémentaires étaient possibles, au moins une mesure supplémentaire d'un mélange dont la température est supérieure à 2900 K serait utile, afin d'avoir une meilleure correction du fonctionnement de l'appareil. Par exemple, R16 pourrait être utilisé puisqu'il a une température expérimentale de 3241 K, ou R19 également puisque sa température finale est de 3261 K. Il serait également utile de faire plus de mesures pour déterminer la température, afin d'avoir plus de précision sur les données.

En outre, un problème a été soulevé concernant les mesures par spectroscopie pour les mélanges contenant des particules. Elles ont tendance à couvrir la fenêtre par laquelle passe le rayonnement, de sorte que le niveau de rayonnement mesuré est inférieur à la réalité, ce qui entraîne une baisse de la température déterminée. Il semble préférable d'étudier des mélanges ne contenant pas trop d'aluminium, comme L12 et L13.

Les images des spectres utilisés pour déterminer la température, à 4,17–4,19 μ m, ont montré un phénomène de vibration qui se produirait pendant la phase de refroidissement. L'origine de cette vibration n'est pas étudiée dans ce travail, mais provient probablement de vibrations mécaniques. Pour toute étude future en phase de refroidissement, il est important de s'intéresser à ce phénomène qui peut entraîner des erreurs dans la radiance associée à chaque longueur d'onde.

La vitesse du son est déterminée avec précision et SIAME est en bon accord avec les

résultats expérimentaux. Cette propriété thermodynamique n'a pas été déterminée dans les travaux précédents avec la chambre de déflagration, sa connaissance est un élément supplémentaire qui peut être utilisé pour valider SIAME.

La quantité de substance, la masse molaire et l'indice adiabatique sont des propriétés thermodynamiques supplémentaires qui peuvent être calculées à partir des mesures expérimentales. Leur connaissance donne des indices supplémentaires sur les propriétés du mélange, et donc sur l'état des espèces trouvées.

Les propriétés calculées à la fin de la déflagration à partir de l'inversion du modèle ne semblent pas satisfaisantes. La température des particules T_p et leur diamètre ne semblent pas exacts. Cela pourrait être dû au rayonnement supplémentaire observé dans le domaine spectral choisi à 2 μm . Il faudrait peut-être étudier une autre gamme pour déterminer la température. En ce qui concerne le diamètre des particules d'alumine, il n'a pas pu être déterminé avec précision, que ce soit par le modèle d'inversion ou par l'utilisation de la courbe TGA. La raison pour laquelle cela n'a pas été possible doit être explorée davantage. Peut-être que si l'agglomération des particules était réduite, l'utilisation de cette méthode pourrait être intéressante pour comparer le diamètre des particules obtenues à celui calculé à partir du modèle d'inversion. En ce qui concerne la fraction volumique, une évolution de la quantité a été observée et semble exacte. La raison pour laquelle les mesures ne semblent pas être correctes avec l'inversion du modèle pourrait être qu'à la fin de la déflagration, les particules n'ont pas encore réagi ou ont seulement commencé. Cette question est étudiée dans la section suivante.

3.2 Confrontation and analysis of the data

Les données expérimentales recueillies constituent une base de données riche à étudier. Comme montré dans la section précédente, il y a de nombreux points à examiner pour l'analyse et la confrontation des données. Une première analyse des données expérimentales est présentée avec l'étude des mélanges avec et sans aluminium, ainsi que des perspectives pour des études futures. Comme indiqué dans la section précédente, l'application de la méthode CIRT (Cloud Inversion of Radiative Transfer) pour caractériser l'état de l'alumine a été abordée mais pas complètement explorée.

Dans cette section, les propriétés expérimentales obtenues sont confrontées les unes aux autres pour analyser les phénomènes de déflagration, ce qui est important pour comprendre quel est l'état considéré à la fin de la déflagration. Des discussions sont également exposées pour savoir si l'aluminium a réellement réagi pendant la déflagration, l'effet de l'aluminium et d'autres paramètres sur les mesures de rayonnement, et la méthode CIRT pour obtenir l'état thermodynamique de l'alumine.

En résumé, les moments initiaux et finaux de la déflagration ont été définis en comparant les courbes de pression et de température, qui étaient affichées sur la même base de temps. La durée de la déflagration a pu être définie comme le temps entre la première augmentation de la température et le moment où la pression atteint son maximum. L'étude a montré que des échanges thermiques pouvaient avoir lieu avec les parois de la chambre avant la fin de la déflagration, puisque la température commence à diminuer avant que la pression maximale soit atteinte. Il serait intéressant d'acquérir des images du front de flamme à travers les fenêtres latérales, afin de voir à quels événements correspondent les variations observées sur les courbes de pression et de température au cours de la déflagration. Cela permettrait également de confirmer les valeurs mesurées à chaque position de la flamme, avant qu'elle n'atteigne l'extrémité de la chambre.

L'analyse des échantillons de particules prélevés en fin de réaction par TGA a montré qu'il reste une quantité assez importante d'aluminium en fin de réaction et après refroidissement du mélange, ce qui suppose qu'une grande partie n'a pas brûlé. Ceci expliquerait pourquoi des écarts plus importants ont été observés avec L11, le mélange qui contient la plus grande quantité d'aluminium, que pour les autres mélanges. En perspective, il serait intéressant d'analyser des échantillons des autres mélanges d'aluminium, L12 et L13, pour discuter de la réactivité de l'aluminium. Pour la suite des études, la déflagration ne doit pas être trop courte afin de laisser le temps aux particules de réagir d'ici la fin de la déflagration. Sinon, elles commenceront à brûler pendant la phase de refroidissement, jusqu'à ce que le mélange tombe en dessous de la température de fusion.

La comparaison des spectres avec la variation de différents paramètres (présence d'aluminium, quantité de particules, pression initiale, diamètre des particules) a montré que le rayonnement est plus important avec les mélanges contenant de l'aluminium, ce qui confirme qu'une partie de l'aluminium réagit en aluminium. Cependant, il existe d'autres sources qui rayonnent dans les deux domaines choisis pour déterminer l'état de l'alumine avec la méthode CIRT. Dans le domaine du proche infrarouge, le rayonnement des impuretés pourrait couvrir le rayonnement de l'alumine, qui commence généralement après la déflagration. Dans l'infrarouge à 2,11–2,15 μm , la source additionnelle de rayonnement n'a pas été identifiée. Ces radiations additionnelles sont problématiques car elles entraînent la saisie de radiances incorrectes pour la méthode CIRT, ce qui a pour conséquence de fournir une température, un diamètre et une fraction volumique de particules non pertinents.

L'une des solutions pourrait être qu'à 2,11–2,15 μm , la lumiance en entrée est la différence entre le rayonnement d'un mélange gaz-aluminium et le rayonnement du même mélange sans aluminium. Une autre solution pourrait être d'étudier une autre gamme de

longueurs d'onde.

3.3 Résumé

Dans ce travail, un grand nombre de tirs ont été effectués avec des mélanges gazeux et gaz-aluminium dans la chambre de déflagration, fournissant une base de données pour l'étude. Avec les instrumentations mises en œuvre, un ensemble de propriétés thermodynamiques a été déterminé pour la déflagration de chaque mélange. Elles ont été prises à la fin de la déflagration, qui est considérée comme le moment où la pression est maximale.

La pression et la vitesse du son ont été obtenues à partir des mesures du capteur piézo-électrique. A partir des mesures de rayonnement par spectroscopie, la température du gaz a été obtenue en utilisant la méthode InfraRed Planck Inversion (IRPI), et une détermination des propriétés de l'alumine (température, diamètre et fraction volumique des particules) a été faite en utilisant la méthode Cloud's Radiative Transfer Inversion (CIRT). Sur la base de ces propriétés, la quantité totale de substance, la masse molaire et l'indice adiabatique ont été déduits à l'aide de relations thermodynamiques.

Les valeurs obtenues ont été comparées aux calculs du SIAME. La pression était la donnée la plus importante, car elle a été mesurée pour chaque tir. La répétabilité des mesures a été vérifiée. Une étude des valeurs aberrantes a été réalisée à l'aide du test Q de Dixon et de la représentation par boxplot de Tukey, aboutissant à l'exclusion de 5 tirs probablement différents en raison d'erreurs de manipulation. Elle a montré que la répétition des mesures est essentielle pour obtenir des valeurs avec une incertitude précise. En ce qui concerne la température, une seule mesure a été effectuée pour représenter la température expérimentale de chaque mélange.

Les résultats globaux montrent que la pression et la vitesse du son calculées ont été déterminées avec une grande précision, et que SIAME était cohérent avec les valeurs mesurées. Pour la température, l'accord est plutôt bon pour les mélanges gaz-seulement, à l'exception de D14 et D21, pour lesquels la méthode de calibration radiométrique utilisée n'était pas adaptée. Pour les mélanges gaz-aluminium, il n'y a pas de tendance générale, mais le peu de données disponibles ne permet pas de tirer des conclusions définitives. Les plus grandes différences ont été observées avec le mélange contenant le plus de particules d'aluminium, L11. La déviation de la pression est de 19%, pour la température elle est de 10%, et pour l'indice adiabatique calculé elle monte jusqu'à 20%. Les mesures de radiance pour les mélanges avec des particules d'aluminium peuvent sous-estimer le niveau réel de radiation, parce que les particules couvrent la fenêtre en saphir et absorbent une partie de la radiation. Il semble préférable d'utiliser des mélanges qui ont de plus petites quantités d'aluminium comme L12 et L13. La méthode CIRT appliquée aux mesures de rayonnement des mélanges gaz-aluminium a permis de déterminer la température, la taille et la fraction volumique des particules. Cependant, les résultats semblaient imprécis.

Des échantillons de particules ont été prélevés pour certains des tirs. L'analyse par TGA a révélé qu'il restait de l'aluminium. L'allumage des particules d'aluminium a été étudié dans la littérature, suggérant que les particules d'aluminium ne s'enflamment pas en dessous de 2200 K, avec un certain retard. La température des particules en fonction de la température du gaz a été calculée en résolvant l'équation de la chaleur par une méthode de quadripôle thermique. Les résultats ont montré que la particule pourrait ne pas commencer à brûler avant la fin de la déflagration, ce qui expliquerait pourquoi aucun résultat significatif n'a été donné par le CIRT. Il est également possible que seule une fraction des particules brûle, ce qui explique pourquoi de l'aluminium est détecté dans les échantillons collectés. Ainsi, les données ne sont pas comparables à celles de SIAME, car ce dernier calcule un état où toutes les particules réagissent. Une autre raison qui pourrait expliquer pourquoi toutes

les particules ne brûlent pas est que la plupart d'entre elles pourraient avoir sédimenté au moment de l'allumage de la réaction. Ceci peut influencer la réactivité réelle du mélange, certaines particules ne brûleraient pas avant que la flamme n'ait atteint les parois de la chambre. Il est également possible que certaines particules commencent à réagir avant la fin de la déflagration, mais leur rayonnement est trop faible pour être détecté par les caméras utilisées.

La méthode CIRT a ensuite été appliquée à l'ensemble des mesures de la déflagration pour deux mélanges, et les données obtenues ont été représentées sur des graphiques. Ils ont montré un diamètre de particule et une température improbables. Cela peut être dû aux gammes de longueurs d'onde choisies, qui ne sont pas adéquates. Par exemple, un rayonnement supplémentaire est mesuré à 2,1–2,3 μm , la gamme choisie pour la détermination de la température des particules. Ce rayonnement provenant d'autres sources constitue une information erronée dans la méthode CIRT. D'autres longueurs d'onde doivent être étudiées.

La confrontation des courbes de pression et de température pour un même mélange a montré que la pression était mesurée avec un retard lors de la déflagration, qui est dû au temps nécessaire aux ondes de pression pour atteindre le capteur. La pression est donc mesurée pour le bon état à partir du moment où la flamme a atteint l'extrémité de la chambre, c'est-à-dire lorsque la pression est maximale. Par ailleurs, la température commence à diminuer avant la fin de la déflagration, qui correspond au moment où la pression est maximale. Ceci impliquerait que les échanges thermiques se produisent avant la fin de la déflagration. Cela confirmerait qu'il faut utiliser le moment de la pression maximale, et non celui de la température maximale. Une meilleure compréhension des phénomènes physiques permettrait d'obtenir davantage de données expérimentales sur les états pendant la propagation de la flamme et la phase de refroidissement. Cela serait utile pour étudier le rayonnement de l'alumine, car son rayonnement est plutôt détecté après la déflagration.

Conclusion et perspectives

Conclusion

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de la validation du code thermochimique SIAME, qui restitue les données expérimentales des états stationnaires de détonation et des explosions en volume fermé. L'objectif est de poursuivre le travail de validation pour les compositions contenant de l'aluminium, en déterminant l'état des particules d'alumine produites. Les états thermodynamiques visés sont atteints par l'étude de la déflagration de mélanges $H_2/O_2/N_2/CO_2/Al_{(s)}$ mélangés dans une chambre fermée. L'un des principaux défis est l'enregistrement des données à un rythme élevé.

Un total de 50 déflagrations de mélanges gazeux avec et sans particules d'aluminium a été étudié. L'installation expérimentale du LEME a été améliorée et optimisée. Le déclenchement des différents diagnostics a été synchronisé afin de comparer correctement les mesures sur la même base de temps. Les propriétés thermodynamiques ont été déterminées à partir de la variation de la pression, mesurée à l'aide d'un capteur piézoélectrique, et des mesures de rayonnement à l'aide de systèmes de spectroscopie rapide dans le visible et les longueurs d'onde infrarouges moyennes. Les données ont été obtenues à partir de l'inversion des mesures de rayonnement basées sur deux modèles, ce qui a donné lieu à deux méthodes : la méthode IRPI (InfraRed Planck Inversion), utilisée dans une gamme où CO_2 rayonne comme un corps noir, et la méthode CIRT (Cloud's Radiative Transfer Inversion), basée sur le modèle de rayonnement gaz-particules de [Ranc-Darbord et al. \(2016\)](#). Par rapport aux travaux précédents, une nouvelle propriété a été déterminée à partir du signal d'oscillation observé sur les courbes de pression : la vitesse du son.

Une méthode pour introduire des particules dans un mélange gazeux a été étudiée. Cette méthode doit permettre de délivrer une quantité contrôlée de particules dans le mélange, de manière homogène. La méthode qui a été finalement choisie consiste à déposer les particules au fond de la chambre de déflagration, dans une position opposée à l'orifice par lequel les gaz injectés sont délivrés. Avec cette méthode, la quantité de particules d'aluminium ajoutée est contrôlée avec précision. De plus, la suspension créée lors de l'addition des gaz est assez homogène. Cette méthode a également l'avantage d'être très facile à mettre en œuvre.

Une étude des plages de spectroscopie a été réalisée afin d'identifier les longueurs d'onde où le rayonnement de l'alumine pourrait être mesuré pour l'application de la méthode CIRT, afin d'obtenir les propriétés thermodynamiques de l'alumine. Deux plages ont été déterminées, l'une dans le proche infrarouge à $0,8-0,9\ \mu m$, et l'autre dans l'infrarouge moyen à $2,1-2,3\ \mu m$. La validation expérimentale de ces gammes de longueurs d'onde a montré que pendant la déflagration, il n'y a pas d'émission dans le proche infrarouge, mais qu'il y en a une à $2,1-2,3\ \mu m$, qui se poursuit pendant la phase de refroidissement. Au stade d'avancement des travaux à cette époque, d'autres gammes de longueurs d'onde n'auraient pas pu être étudiées. L'option choisie est de continuer à utiliser cette gamme de longueur d'onde et de comparer l'émission entre les mélanges avec aluminium et ceux sans alumi-

nium, afin d'identifier la contribution de l'alumine dans cette gamme de longueur d'onde. Pendant la phase de refroidissement, l'émission du potassium, une impureté, a été identifiée dans le domaine du proche infrarouge. Son rayonnement peut être problématique pour les études en phase de post-déflagration.

Pour calibrer les images spectrales obtenues par spectroscopie, trois sujets ont été abordés pour le domaine infrarouge, avec recherche d'une solution. Le premier concerne la calibration spectrale : une déformation de l'image a été observée, ce qui a entraîné des incertitudes dans l'identification des longueurs d'onde. La solution proposée utilise l'application d'une régression polynomiale pour connaître la correspondance entre la longueur d'onde et la position du pixel. Pour ce faire, le spectre d'émission d'un gaz connu (ici, CO_2) est comparé au spectre théorique. La deuxième question concerne la calibration spectrale à 2,1–2,3 μm , où aucune source de calibration ne peut être utilisée. Une étude de l'incertitude sur le rayonnement en fonction de la précision sur la longueur d'onde a été réalisée dans ce domaine. Les résultats montrent que l'écart observé est acceptable (2,3%). Les mesures ont donc été effectuées en réglant le spectroscopie à la longueur d'onde visée (2,12 μm), et en utilisant les images du spectre sans connaître la position exacte de la longueur d'onde. Le dernier sujet abordé concernait la calibration radiométrique. Avec l'utilisation d'une caméra à cadence rapide, le temps d'intégration diminue et le seuil de détection des radiations est plus élevé. L'étalonnage à l'aide d'un corps noir n'était pas possible, car celui utilisé n'avait pas des températures assez élevées pour que le signal sorte du niveau de bruit. La solution a été d'utiliser comme source d'étalonnage le rayonnement mesuré lors de la déflagration de mélanges dont la température maximale est connue.

Enfin, les propriétés thermodynamiques expérimentales obtenues ont été discutées. La pression et la vitesse du son ont été obtenues à partir des mesures d'un capteur piézo-électrique, et la spectroscopie a donné accès à d'autres propriétés par des mesures de rayonnement aux longueurs d'onde suivantes :

- 0,80–0,90 μm , pour déterminer le diamètre et la fraction volumique des particules d'alumine par la méthode CIRT,
- 2,1–2,3 μm pour déterminer la température des particules d'alumine en utilisant la méthode CIRT,
- 4,17–4,19 μm pour déterminer la température du gaz en utilisant la méthode IRPI.

À partir de ces propriétés, les relations thermodynamiques des gaz idéaux ont été utilisées pour calculer la quantité totale de substance, la masse molaire et l'indice adiabatique.

Les résultats globaux montrent que les pressions expérimentales et les calculs SIAME concordent jusqu'à 8 % pour les mélanges de gaz seuls. De la même manière, les données de vitesse du son concordent jusqu'à 1,8 % pour tous les mélanges et les températures des gaz jusqu'à 12 %. Il a été observé que pour les mélanges supposés être sans CO_2 , la quantité dans le gaz résiduel après mise sous vide était suffisante pour appliquer la méthode IRPI afin de déterminer la température du gaz. Cette température expérimentale du gaz et SIAME concordent jusqu'à 1%. Les calculs SIAME de la quantité de substance, de la masse molaire et de l'indice adiabatique, concordent respectivement à 11 %, 14 % et 10 %. En ce qui concerne les mélanges gaz-aluminium, une plus grande divergence est observée, surtout avec le mélange contenant le plus de particules d'aluminium. Les différences vont de 8 à 20 %.

Les propriétés de l'alumine (température, diamètre et fraction volumique) déterminées par la méthode CIRT n'étaient pas pertinentes, seule la fraction volumique semblait appropriée. En conséquence, les valeurs n'étaient pas comparables à celles de SIAME. Il semble que ce soit parce que l'état calculé n'est pas le même que l'état à la fin de la déflagration. Les causes identifiées sont les suivantes :

- les particules peuvent ne pas encore s'enflammer lorsque la déflagration commence,

- les particules s'enflamment à la fin de la déflagration,
- toutes les particules ne brûlent pas.

Il y a donc des différences car dans l'état expérimental, seule une fraction de l'alumine est considérée alors que dans l'état calculé par SIAME, toutes les particules ont brûlé. Dans ce cas, les bons moments pour déterminer l'état de l'alumine dans ces conditions expérimentales seraient pendant la phase de refroidissement. Dans cette phase, il serait nécessaire d'évaluer l'état en considérant les échanges thermiques qui se produisent. Une autre idée serait d'étudier des mélanges avec des durées de déflagration plus longues, pour donner le temps aux particules de s'enflammer, mais l'inconvénient serait que l'échange thermique se produirait avant la fin de la déflagration.

Perspectives

Un des objectifs du présent travail est également de développer une métrologie qui puisse être utilisée pour étudier les produits de la phase post-détonation pour les explosifs liquides et solides. Les diagnostics présentés ici pour une déflagration (capteur piézoélectrique et systèmes de spectroscopie) pourraient être utilisés, car ils acquièrent des données à des vitesses acceptables. En effet, la durée d'une détonation est de l'ordre de quelques microsecondes, mais la phase post-détonation est plus proche d'une déflagration (quelques dizaines de ms). Ainsi, l'acquisition de points de données à 3000 Hz (ou une image toutes les 333 μ s) pour la spectroscopie, et 10 000 Hz (ou une image tous les 100 μ s) pour la pression, est raisonnable.

La méthode expérimentale peut être améliorée en mettant en place un système permettant d'enflammer le mélange dès l'injection des particules, afin que la flamme se propage dans un milieu contenant le maximum de particules en suspension. L'injection de gaz peut également être améliorée en utilisant un système qui injecte exactement les quantités ciblées, ce qui limiterait les erreurs de manipulation et améliorerait la répétabilité. Pour l'étude de la phase de déflagration, il serait également intéressant d'ajouter un capteur piézoélectrique supplémentaire du même côté que la bougie, afin d'avoir deux mesures de pression. Ceci serait utile pour étudier le retard observé sur la courbe de pression lors de la phase de déflagration. Un enregistrement de la progression du front de flamme serait également utile pour comparer les valeurs de pression et de température à la position de la flamme.

En ce qui concerne les mesures spectroscopiques, il serait intéressant d'adapter le dispositif expérimental pour obtenir des mesures simultanées de la température et du spectre à d'autres longueurs d'onde. Ainsi, à chaque tir pourrait être associée une mesure de température en plus de la pression. L'origine du large continuum dans le visible et le proche infrarouge doit être étudiée afin de limiter son rayonnement, ce qui pourrait être problématique pour étudier le rayonnement des particules d'alumine. De plus, les images du spectre à 4,18–4,19 μ m ont montré une oscillation des raies en phase de refroidissement, comme s'il y avait des vibrations mécaniques. Elles pourraient être dues à l'arrivée de l'onde de déflagration sur l'extrémité de la chambre. Ce point doit être étudié en déterminant la fréquence de ces oscillations.

Enfin, l'étude de la méthode CIRT peut être revue en identifiant d'autres longueurs d'onde d'étude, où aucun autre rayonnement que celui de l'alumine ne se produit. Puisqu'il a été question de la possibilité que seule une fraction des particules brûle, il serait également intéressant de mesurer les spectres d'émission de l'AIO dans le domaine visible : la ([Parigger et al., 2013](#)), qui est un intermédiaire de la réaction Al/Al_2O_3 . Il pourrait être utilisé pour suivre la réaction et confirmer le moment où elle commence par rapport à la progression de la déflagration.

References

- Parigger, C., Surmick, D.M., Woods, A.C., Donaldson, A., and Height, J.L., 2013. Measurement and analysis of aluminum monoxide flame emission spectra, *in* : *8th US National Combustion Meeting*.
- Ranc-Darbord, I., Serio, B., Baudin, G., Tran, K.H., Neuville, E., and Lebedinsky, J., 2016. Modélisation de l'émission totale de produits gazeux issus de détonations, *in* : *Congrès Français de Thermique, Toulouse*.