



HAL
open science

Transition Combustion-Déflagration-Détonation d'un explosif secondaire poreux confiné. Influence de la microstructure

Thomas Bouchet

► To cite this version:

Thomas Bouchet. Transition Combustion-Déflagration-Détonation d'un explosif secondaire poreux confiné. Influence de la microstructure. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2021. Français. NNT : 2021ESMA0013 . tel-04634445

HAL Id: tel-04634445

<https://theses.hal.science/tel-04634445v1>

Submitted on 4 Jul 2024

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

Pour l'obtention du Grade de
**DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE
MECANIQUE ET D'AÉROTECHNIQUE**
(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale :
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique

Secteur de Recherche : Energétique

Présentée par :
Thomas BOUCHET

**Transition Combustion-Déflagration-Détonation d'un
explosif secondaire poreux confiné, influence de la
microstructure**

Directeurs de thèse : A. CHINNAYYA
Co-encadrant : E. FOUSSON

Soutenue le 19 octobre 2021

devant la Commission d'Examen

JURY

Président :

M. Éric Goncalves

Professeur des Universités

ISAE-ENSMA

Rapporteurs :

M. Gérard Baudin

Directeur de recherche CEA

CEA DAM/Gramat

Mme Isabelle Sochet

Professeur des Universités

INSA Centre Val de Loire

Membres du jury :

M. Maxime Reynaud

Ingénieur de recherche

CEA DAM/DIF

M. Ashwin Chinnayya

Professeur des Universités

ISAE-ENSMA

M. Éric Fousson

Chercheur

ISL

Table des matières

Table des figures	5
Table des tableaux	10
Remerciements	11
Introduction	13
I. Partie Bibliographique	17
Introduction	18
I.1. Généralités sur les matériaux énergétiques et le HMX	19
I.2. Etat de l'art sur la Transition Combustion-Déflagration-Détonation (TCoDD)	24
I.2.a. Historique des études du phénomène de TCoDD.....	24
I.2.b. Dispositifs expérimentaux	39
I.3. Etat de l'art sur les modélisations numériques	47
Conclusion	60
II. Etude Expérimentale	63
Introduction	64
II.1. Présentation de l'explosif pulvérulent	64
II.2. Caractérisation de l'explosif comprimé	69
II.2.a. Dispositif de compression	69
II.2.b. Vérification de la présence éventuelle d'un gradient de densité initial	72
II.2.c. Courbes de Compression.....	74
II.2.d. Granulométries	76
II.2.e. Physisorption Gazeuse.....	81
II.2.f. Porosimétrie Mercure	83
II.2.g. Pycnométries sur comprimés.....	90
II.2.h. Résumé	92
II.3. Tests de déflagration	94
a. Observation avec caméra à fente de tubes de déflagration transparents	94
b. Première campagne de tirs avec tubes pleins	97
c. Deuxième campagne de tirs.....	108
d. Troisième campagne de tirs.....	113
e. Quatrième campagne de tirs	117
f. Observation avec caméra à fente de tube de déflagration en laiton	121
g. Résumé des différentes campagnes expérimentales.....	126
Résumé et conclusion	131

III. Modélisation numérique	139
Introduction	140
III.1. Modèle multiphasique	140
III.2. Energie de configuration	143
III.3. Cas d'un tube à choc non réactif	145
III.4. Modélisation de l'état de Chapman-Jouguet	146
III.5. Modélisation de la transition de la déflagration à la détonation	150
Conclusion.....	162
Conclusion et perspectives	165
Bibliographie	169

Table des figures

Figure I.1 - Structure de la molécule d'octogène tirée de Gibbs et Popolato [9].....	21
Figure I.2 - Structure de la molécule d'hexogène tirée de Gibbs et Popolato [9].....	21
Figure I.3 – Diagramme $x-t$ de la TCoDD dans un matériau solide tiré dans travaux de Macek [19] et présenté dans le livre de Asay par McAfee [22]	25
Figure I.4 - Distance de transition en fonction de la perméabilité dans du HMX tiré de Griffiths et Grocock [23].....	25
Figure I.5 - Distance de TCoDD en fonction de la perméabilité pour différentes tailles de grain de HMX [23]	26
Figure I.6 - Image de TCoDD obtenue par Griffiths et Grocock avec caméra à fente.....	27
Figure I.7 - Schéma de différentes étapes de la TCoDD selon Belyaev et Bobolev [35].....	29
Figure I.8 - Expérience de Campbell [38] sur du HMX initié avec un piston.....	31
Figure I.9 - Diagramme $x - t$ illustrant les différents phénomènes de la TCoDD	32
Figure I.10 - Schéma des expériences mettant en évidence la prépondérance du rôle de la combustion compressive sur la combustion convective dans l'accélération de la déflagration	33
Figure I.11 - Influence de la température sur la TCD (Transition Choc-Détonation) du LX-17, tiré de Urtiew et Tarver [48].....	36
Figure I.12 - Compilation de données de longueurs de transition en fonction de la porosité pour du β -HMX dans des tubes à température ambiante. Tailles des grains de HMX et diamètre interne (ID). (a) 3:1 bimodale, moyenne = 170:44 μm , ID = 6.35 mm [37]; (b) 0–100 μm , ID = 1.2 mm [52]; (c) moyenne = 170 μm , ID = 16.3 mm [53]; (d) very coarse, ID = 25.4 mm [50]; (e) moyenne = 170 μm , ID = 6.35 mm [38]; (f) < 44 μm , ID = 6.35 mm [38]; (g) longueur estimée en pondérant par 3:1 des longueurs à partir de e and f [38]; (h) moyenne = 170 μm , ID = 12.7 mm [40]; (i) moyenne = 170 μm , ID = 6.35 mm [54]; (j) 124–251 μm , ID = 12.8 mm [23].....	37
Figure I.13 - Distance de transition de pour du CP à différents taux de chargement [55] [56].....	38
Figure I.14 - Distance de transition adimensionnée pour du CP par le diamètre interne à différents chargements du même lot.....	38
Figure I.15 - Confinement avec fenêtre d'observation utilisé par Luebcke et al. [61] [62].....	40
Figure I.16 - Résultat d'un tir de CP comprimé à 67% de la TMD, observé avec une caméra à fente par Luebcke et al. [56].....	41
Figure I.17 - Dispositif général de mesure intrusif tiré de Leuret [66].....	42
Figure I.18 - Rupture du confinement le long des intrusions de sondes [68].....	43
Figure I.19 - Exemple de dispositif mettant en œuvre des capteurs de pression, tiré de Sandusky et al. [59]	44
Figure I.20 - Mise en place des sondes court-circuit, tiré de Nicoloso [76].....	45
Figure I.21 - Schéma explicatif de la méthode de mesure de Hill et al. [78]	46
Figure I.22 - Comparaison des résultats du modèle de Baer et Nunziato [80] avec des données issues des expériences de Price et Bernecker [94]	50

Figure I.23 - Variation de la distance de TCoDD en fonction de la fraction volumique initiale de solide selon le modèle de Baer et Nunziato [80]	50
Figure I.24 - Comparaison de la fraction volumique solide calculée avec les modèles BN et BKS, issue du rapport de Bdzil et Son [84]	51
Figure I.25 - Schéma des différentes phases du modèle SVG, tiré de Xu et al. [85]	53
Figure I.26 - Comparatif des différents modèles étudiés dans Xu et al. [85]	53
Figure I.27 - Comparaison de diagrammes x-t des résultats de McAfee (A) et des résultats du modèle SPA (B)	54
Figure I.28 - Courbe de compression (en vert) comparée avec une courbe de compression expérimentale (en rouge)	56
Figure I.29 - Exemple de résultat donné par le modèle de Saurel comparé avec des données expérimentales, tiré de Saurel et al. [87]	58
<i>Figure I.30 - Evolution de la pression de gaz lors de la transition d'un PBX9501 donné par le modèle de Saurel et al [87]</i>	<i>58</i>
Figure II.1 - Populations de tailles de grains des lots de HMX M3c, Classe E et 150-200 pulvérulents	65
Figure II.2 - Clichés MEB des différents lots de HMX.....	66
Figure II.3 - Microscopies optiques de lots de HMX a) M3c b) Classe E c) 150-200	68
Figure II.4 - Presse utilisée pour les compressions. La partie en rouge représente l'endroit où va se situer l'échantillon qui va subir la compression.	70
Figure II.5 - Schéma cinématique de la presse	71
Figure II.6 - Vérification de l'absence de gradient de densité dans un tube en verre, cales espacées de 4 mm.....	73
Figure II.7 - Courbes de compression pour les trois lots de HMX.....	74
Figure II.8- Populations granulométriques des différents lots comprimés à 80% de la TMD	77
Figure II.9 - Populations granulométriques des différents lots comprimés à 85% de la TMD	77
Figure II.10 - Populations granulométriques des différents lots comprimés à 90% de la TMD	78
Figure II.11 - Populations granulométriques des lots de M3c et de Classe E pulvérulents et soumis à un bain d'ultrasons de 2 h	79
Figure II.12 - Clichés MEB des lots comprimés à 90% puis déconsolidés par un bain d'ultrasons : a. M3c ×1000, b. M3c ×5000, c. Classe E ×1000 d. Classe E ×5000, e. 150-200 ×500, f. 150-200 ×2500	80
Figure II.13 - Surfaces spécifiques déterminées par BET	82
Figure II.14 - Intrusion cumulée de mercure dans les pores des différents lots à 80% de la TMD.....	84
Figure II.15- Intrusion cumulée de mercure dans les pores des différents lots à 85% de la TMD.....	84
Figure II.16 - Intrusion cumulée de mercure dans les pores des différents lots à 90% de la TMD.....	85
Figure II.17- Population de tailles de pore des différents lots à 80% de la TMD	86
Figure II.18- Population de tailles de pore des différents lots à 85% de la TMD	86
Figure II.19 - Population de tailles de pore des différents lots à 90% de la TMD	87
Figure II.20 - Exemple de courbe expérimentale approchée par une courbe normale	88

Figure II.21 - Comparaison des tailles moyennes de pores de chaque lot comprimé	89
Figure II.22 - Illustration du montage du tube pour les tirs avec caméra à fente	95
Figure II.23 - Schéma du montage des tubes pour les tirs avec caméra à fente	95
Figure II.24 - Schéma du dispositif expérimental pour les tirs avec caméra à fente	96
Figure II.25 - Cible utilisée à la fois comme échelle spatiale (40 mm entre le haut et le bas des deux bandes noires) et pour régler l'alignement de la fente avec le tube	96
Figure II.26 - Cliché pris avec la caméra à fente présenté sous forme de diagramme x-t.....	97
Figure II.27 - Schéma de principe du montage de tir des tubes métalliques avec caméra rapide	98
Figure II.28 - Schéma du dispositif de mesure des tirs de tubes pleins avec caméra rapide	99
Figure II.29 - Illustration mettant en évidence le phénomène de TCODD avec du HMX 150-200 comprimé à 83% de la TMD à a) t_0 , b) $t_0 + 30 \mu s$, c) $t_0 + 32 \mu s$, d) $t_0 + 44 \mu s$	101
Figure II.30 - Résultat des aiguilles court-circuit pour le HMX 150-200 à 83% de la TMD.....	101
Figure II.31 - Comparaison de deux tirs de deux lots identiques comprimés avec la même pression	103
Figure II.32 - Illustration de la reproductibilité des tirs – HMX 150-200 à 83%	104
Figure II.33 - Rupture de confinement pour du HMX Classe E comprimé à 83% de la TMD.....	106
Figure II.34 - Résultat des aiguilles court-circuit pour le HMX Classe E à 75% de la TMD	110
Figure II.35 - Transition Déflagration-Détonation pour du HMX M3c à 59% de la TMD.....	111
Figure II.36 - Résultat des aiguilles court-circuit pour le HMX M3c à 59% de la TMD.....	112
Figure II.37 - Variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial pour le HMX M3c	115
Figure II.38 - Variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial pour le HMX Classe E.....	116
Figure II.39 - Résultats aiguilles à court-circuit pour HMX 150-200 à 86% de la TMD (tir #5)	119
Figure II.40 - Cliché de la transition de HMX 150-200 comprimé à 86% de la TMD obtenu à la caméra rapide (tir #5).....	120
Figure II.41 - Variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial pour le HMX 150-200. Diamètre intérieur de 4 mm. Epaisseur de 2 mm, sauf pour le tir à 74% de la TMD où l'épaisseur est de 1 mm. Tube en laiton haute résistance.	120
Figure II.42 - Dispositif du tir utilisant la caméra à fente CORDIN model 131 TM	122
Figure II.43 - Résultats des aiguilles court-circuit du tir Cordin pour HMX 150-200 à 81% de la TMD	123
Figure II.44 - Cliché caméra à fente Cordin.....	123
Figure II.45 - Mise en évidence du caractère non stationnaire de la déflagration.....	124
Figure II.46 - Exploitation du cliché de la caméra rapide Cordin. Le tube fait 80 mm de longueur. La vitesse de détonation est de 7.634 km/s et la vitesse de déflagration est de 2.524 km/s.	125
Figure II.47 - Illustration des distances de transition en fonction du taux de compression de tous les tirs	129
Figure II.48 – Distance de transition à la détonation en fonction du taux de compression pour l'ensemble des tirs	133

Figure II.49 - Vitesses de déflagration en fonction du taux de compression initial pour du HMX 150-200.....	135
Figure II.50 - Vitesses de détonation en fonction du taux de compression initial pour le HMX 150-200	135
Figure II.51 - Comparaison des vitesses de détonation expérimentales et issues de calculs thermochimiques en fonction de la masse volumique initiale.....	136
Figure II.52 - Rapport de la vitesse de déflagration sur la vitesse de détonation	137
Figure II.53 : Longueur de transition de la déflagration à la détonation adimensionnée par le diamètre intérieur en fonction du taux de compression. ▲ Griffiths & Grocock, ■ Parker et al., ◆Burnside, ▲ Campbell	138
Figure III.1 - Exemple de courbe de compression, entre la pression de configuration β_s et le taux de compression pour du M3c	144
Figure III.2 - Calibration de la courbe de pression intergranulaire β_s avec les points expérimentaux du HMX M3c	144
Figure III.3 - Schéma de principe du tube à choc.....	145
Figure III.4 - Comparaison du profil de pression obtenu avec celui obtenu par Saurel et al. [96] à $t = 38 \mu s$	146
Figure III.5 - Comparaison des DCJ entre les codes de thermochimie SIAME et QUERCY, et le modèle multiphasique	149
Figure III.6 - Différents profils de pression d'un calcul avec HMX à 85% - profils obtenus à $t = 12,5 \mu s$ en violet, $t = 20 \mu s$ en vert, $t = 30 \mu s$ en cyan, $t = 45 \mu s$ en jaune, $t = 60 \mu s$ en bleu foncé et $t = 75 \mu s$ en rouge. La pression CJ est de 28 GPa.....	150
Figure III.7 - Schéma de la configuration pour les simulations de la transition.....	150
Figure III.8 – Comparaison des résultats de la modélisation (traits pleins) avec les résultats expérimentaux (symboles) pour le lot HMX 150-200 à 83% de la TMD.....	152
Figure III.9 - Diagramme $x - t$ à 83% avec la présence d'un bouchon. Vitesses mesurées : front de détonation 7980 m/s, premier front de déflagration 1125 m/s et deuxième front de déflagration 4050 m/s	153
Figure III.10 - Diagramme $x - t$ expérimental tiré de Asay & al. [22]	153
Figure III.11 - Diagramme $x - t$ à 83 % avec la présence d'un bouchon et d'un front de déflagration	154
Figure III.12 - Propagation d'un front précurseur. Profils de pression et du taux de compression de 6.5 μs jusqu'à 11.5 μs avec un intervalle de 1 μs entre chaque profil.....	155
Figure III.13 - Profil de pression enregistré par une sonde de pression lors d'une expérience menée par McAfee et Campbell [40].....	155
Figure III.14 - Profils de pression et de taux de compression du HMX 150-200 à 83% de 11.5 μs à 14.5 μs avec un intervalle de 0.5 μs	156
Figure III.15 - Profils de taux de compression au moment de la transition en détonation de HMX 150-200 à 83% de 14 μs à 16 μs avec un intervalle de 0.5 μs	156

Figure III.16 - Fraction volumique du solide durant la deuxième phase de déflagration entre 11.5 et 14.5 μ s, avec un intervalle de 0.5 μ s	157
Figure III.17 - Fraction volumique du solide entre 14 μ s et 16 μ s, avec un intervalle de 0.5 μ s	157
Figure III.18 – gauche : Vitesses de la phase solide (violet) et de la phase gazeuse (vert) issue de la simulation pour du HMX 150-200 à 83%. Droite : profil de pression –de 0 à 6 μ s, avec un intervalle de 1.5 μ s	158
Figure III.19 - Distances de transition issues des tirs de HMX 150-200 et des simulations après calibration du paramètre αSW	160
Figure III.20- Diagramme de marche $x - t$ pour les taux de compression de 65% (haut gauche) 74 % (haut droite), 81 % (milieu gauche), 86 % (milieu droite), 88 % (bas gauche).....	161

Table des tableaux

Tableau I.1 - Paramètres du HMX et RDX	23
Tableau I.2 - Comparaison de la distance de transition pour des confinements ouverts ou fermés tiré de Griffiths et Grocock [23]	27
Tableau I.3- Phénomènes jouant un rôle dans les différents types de TCoDD tiré de McAfee [22]	29
Tableau II.1 - Masse volumique apparente des différents lots de HMX obtenue par pycnométrie Hélium	67
Tableau II.2 - Moyennes des tailles de grain des différents lots en μm	76
Tableau II.3 - Résultats de la physisorption au Krypton	83
Tableau II.4 - Résultats des porosimétries mercure	88
Tableau II.5 - Résultats des pycnométries Hélium sur comprimés.	90
Tableau II.6 - Résumé des tirs de la première campagne. <input checked="" type="checkbox"/> transition effective, <input type="checkbox"/> pas de transition observée par les aiguilles et la caméra vers la détonation. Zone en orange : transition observée uniquement par la caméra. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 2 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).....	105
Tableau II.7 - Résumé des tirs de la deuxième campagne <input checked="" type="checkbox"/> transition effective, <input type="checkbox"/> pas de transition observée par les aiguilles et la caméra vers la détonation. Zone en orange : transition observée uniquement par la caméra, zone en rouge : anomalie obtenue lors de la phase de compression. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 6 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).	109
Tableau II.8 - Résumé des tirs de la troisième campagne. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 6 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).....	114
Tableau II.9 - Résumé des tirs de la quatrième campagne Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 1 mm pour les tirs #1-#4 et de 2 mm pour les tirs #5-#6. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).....	118
Tableau II.10 - Paramètres du tir Cordin.....	122
Tableau II.11 - Résumé de tous les tirs.	128
Tableau III.1 - Paramètres de l'équation Stiffened Gas	146
Tableau III.2 - Paramètres de l'équation JWL pour les produits de détonation	148
Tableau III.3 - Paramètres pour la simulation de TCoDD à 83%	151
Tableau III.4 – Détermination de αSW pour la longueur de transition. Vitesses de déflagration des phases 1 et 2	160

Remerciements

Je tiens ici à remercier l'ensemble des personnes m'ayant accompagné et épaulé tout au long de ces années de thèse. Celle-ci a été réalisée pour la plus grande partie à l'Institut franco-allemand de recherches de Saint-Louis (ISL) en Alsace, et pour la seconde partie à l'Institut Pprime à l'ENSMA.

Je tiens en premier lieu à remercier mon directeur de thèse M. Ashwin Chinnayya, tout d'abord pour l'opportunité qu'il m'a fournie de travailler sur un sujet si passionnant. Mais j'aimerais surtout lui faire part ici de ma profonde gratitude pour son encadrement, son aide technique, son soutien lorsque j'en avais besoin, et surtout le temps considérable qu'il a consacré à cette thèse.

Je remercie également M. Éric Fousson, co-encadrant de cette thèse, qui m'a accompagné tout au long de mes travaux à l'ISL. Grâce à sa grande expertise dans le domaine, il a su me mettre le pied à l'étrier puis m'a aidé à mettre en place et à réfléchir aux campagnes expérimentales successives afin d'obtenir des résultats pertinents vis-à-vis du sujet de thèse.

Concernant le temps que j'ai passé à l'ISL, je tiens tout d'abord à remercier Messieurs Thomas Arnold et Stephan Schmitt, à la fois pour leur amitié, leur aide qui m'a permis de découvrir facilement le fonctionnement de l'ISL, les différents services et d'entrer en contact avec les personnes qui pouvaient m'aider, mais également pour leur aide technique ce qui m'a permis d'appréhender les moyens expérimentaux dont je disposais dans le bunker de tir.

Je tiens également à remercier Messieurs Alain Schmitt et Sébastien Peter, travaillant à l'atelier, pour leurs précieux conseils et la réalisation et l'ajustement des différentes pièces mécaniques dont j'ai eu besoin, et toujours dans les meilleurs délais.

Je remercie le personnel du bâtiment E1 où j'ai réalisé les compressions de HMX ainsi que quelques caractérisations, et plus particulièrement M. Julien Mory pour son aide et ses conseils en matière de dispositifs de caractérisation et de sécurité pyrotechnique. J'ai pu grâce à lui découvrir les moyens de compression et de caractérisation qui étaient disponibles ainsi que leur principe de fonctionnement et les protocoles d'utilisation. Je remercie également M. Pierre Gibot du groupe PCN qui a réalisé les mesures de physisorption gazeuse et de porosimétrie Mercure.

Enfin, et de façon plus générale, je remercie l'ensemble des membres du groupe PCD, et notamment le chef de groupe M. Lionel Borne, pour l'aide technique ou administrative qu'ils ont pu m'apporter durant ces années.

Concernant les travaux que j'ai effectués à l'Institut Pprime, j'aimerais tout particulièrement remercier M. Saïd Taïleb qui y réalisait sa thèse et qui m'a très amicalement accueilli lors de mes séjours à l'institut en me guidant dans les différents bâtiments et en me présentant aux autres thésards.

Concernant les travaux de modélisation numérique qui ont été effectués, je remercie Mme Maryse Vaullerin qui travaille au CEA Gramat pour l'aide qu'elle m'a apporté en prenant de son temps pour réaliser les calculs et me fournir les résultats du code de thermochimie du CEA SIAME pour les compositions que j'ai étudiées.

Je tiens enfin à remercier l'ensemble de mes amis et ma famille dont l'aide et le soutien ont été si précieux, indispensables même :

Je remercie James qui a commencé sa thèse en même temps que moi et avec qui j'ai partagé mon bureau à l'ISL. Un grand merci pour nos soutiens réciproques lors des moments les plus difficiles, nos pauses cafés sacrées, nos voyages ou simplement nos sorties qui représentent des souvenirs inoubliables.

Je remercie également Clément qui a réalisé sa thèse à l'ISL en même temps que James et moi mais dans le groupe STC et qui est devenu mon voisin à Mulhouse avec Anaïs. Nos réunions entre thésards et leur proximité durant les confinements successifs dus à la pandémie m'ont été d'une très grande aide, ainsi que leur soutien jusqu'à la toute fin de la rédaction de ce mémoire.

Je tiens également à remercier l'ensemble du groupe des chevaliers teutoniques pour leur amitié, leur soutien et toutes les soirées inoubliables que nous avons passées ensemble. J'aurais voulu tout particulièrement remercier Gabriel Clamote qui m'a écouté inlassablement me plaindre durant des heures. Il nous a quittés beaucoup trop tôt, laissant un vide immense.

Pour finir, je tiens à remercier les personnes qui m'ont le plus aidé et soutenu. Tout d'abord, je remercie du fond du cœur Salomé pour son affection, son soutien, sa patience. Je n'aurais pas pu finir ce projet de thèse sans elle.

Enfin, je remercie mes parents et ma sœur pour leur soutien indéfectible. Je n'imagine pas la possibilité de mener à bien ce projet sans la base solide et invariablement présente qu'ils représentent.

Introduction

Les matériaux dits énergétiques sont capables, sous l'effet d'une sollicitation adaptée de type thermique ou mécanique, de libérer par réaction chimique auto-entretenu une quantité importante de gaz et de chaleur en un laps de temps très court. Ils sont utilisés à ces fins pour de nombreuses applications tant civiles que militaires. La durée des processus réactionnels exothermiques peut varier de manière importante selon les régimes de décomposition qui sont mis en œuvre. On distingue trois régimes principaux de décomposition qui sont : la combustion, qui se caractérise par un front réactif se propageant à une vitesse inférieure à celle de la propagation du son dans l'air, la déflagration caractérisée par une vitesse de propagation initialement comprise entre la vitesse du son dans l'air et la vitesse du son dans le matériau, ainsi que par la génération de fortes ondes de pression par les produits de réaction, et la détonation qui se propage à une vitesse supérieure à la vitesse du son dans le milieu et qui génère des ondes de choc entretenant la réaction. Une transition entre ces régimes est possible *via* différents mécanismes comme la génération de points chauds en amont du front réactif permettant de préchauffer le milieu non réagi et d'ainsi accélérer une combustion en déflagration, ou bien comme la forte compaction du milieu non réagi par les ondes de pression générées par la déflagration, permettant à ces dernières d'accélérer et de provoquer une détonation.

Cette transition peut être recherchée si l'on souhaite par exemple générer la détonation d'un explosif à partir d'une simple sollicitation thermique. Cette transition est par contre à éviter si l'on se place du point de vue de la sécurité d'utilisation des explosifs. C'est principalement la vulnérabilité des munitions vis-à-vis des échauffements thermiques (phénomènes de *cook-off*) qui a motivé la majeure partie des études visant à mieux comprendre la Transition Combustion-Déflagration-Détonation.

D'un autre côté, il peut être intéressant pour d'autres dispositifs de parvenir à faire détoner à coup sûr un explosif secondaire initié thermiquement. Il est donc nécessaire d'étudier en profondeur le comportement d'explosifs poreux soumis à une sollicitation thermique et plus particulièrement la longueur de prédétonation en fonction de paramètres initiaux.

Ce phénomène de transition en détonation d'un explosif initié thermiquement est appelé Transition Combustion-Déflagration-Détonation (TCoDD) et est étudié depuis les années 70-80 dans le but de comprendre puis prévenir le départ intempestif de munitions soumises à des sollicitations thermiques naturelles ou accidentelles, comme lors d'un incendie. Ces études ont permis d'identifier les différents mécanismes mis en jeu lors du phénomène transitoire ainsi que les différents paramètres responsables de son occurrence. Sont ainsi à considérer :

- la nature de l'explosif ;

- le taux de chargement de l'explosif, (exprimé en pourcentage de la densité théorique maximale ou TMD en anglais) ;
- la nature et la géométrie du confinement, donc par extension sa résistance ;
- la température initiale ;
- la granulométrie initiale de l'explosif et sa microstructure après mise en œuvre par compression (rugosité, fissuration, défauts internes).

Il est à noter que la microstructure, la granulométrie initiale et le taux de chargement de l'explosif sont des paramètres liés, la microstructure du milieu final étant bien entendu dépendante de la granulométrie initiale qui est toutefois modifiée et ce d'autant plus profondément que le taux de chargement est important. C'est l'influence de ces trois paramètres qui a été étudiée au cours de cette thèse, en fixant les autres. Ainsi, trois lots d'Octogène ont été choisis, se distinguant par leur granulométrie initiale : le M3c ayant une taille de grain de l'ordre du micromètre, le Classe E de l'ordre de la dizaine de micromètres et le 150-200 de l'ordre de la centaine de micromètres.

Les travaux expérimentaux de cette thèse sont divisés en deux parties.

- Tout d'abord, la microstructure des trois lots a été caractérisée avant et après compression afin de connaître l'impact de cette étape sur la morphologie des grains, la taille de pores ainsi que la surface spécifique de la phase solide.
- Ces trois lots ont ensuite été comprimés à des taux de chargement précis dans des tubes en laiton de 80 mm de long afin de réaliser des tests de déflagration. Ces tests consistent en l'allumage thermique ponctuel de l'explosif par chauffage à l'aide d'une source LASER et en l'observation de la progression de la réaction de décomposition dans le milieu confiné permettant de statuer le cas échéant, de la transition de l'explosif en détonation.

Ces deux premières parties, réalisées à l'ISL à Saint Louis dans le groupe Physique des Chocs et Détonique (PCD) nous ont permis de dégager une tendance pour la variation de la distance de transition de l'explosif en fonction de la surface spécifique et de la taille de pores du milieu réactif comprimé.

- En parallèle de ces deux parties expérimentales, un modèle a été développé en se basant sur le modèle multiphasique réactif 1-D issu de celui proposé par Baer et Nunziato. A l'aide de ce modèle numérique, une étude paramétrique a été effectuée afin de tenter de reproduire les résultats expérimentaux en implémentant les caractéristiques initiales de l'explosif et en calibrant le modèle.

Cette troisième partie a été réalisée à l'Institut Pprime de l'ISAE-ENSMA.

Les données d'entrée puisées au sein des trois parties ont permis de reproduire numériquement les résultats de certains tirs expérimentaux. De plus, les simulations nous ont permis de reproduire un certain nombre de mécanismes constituant la TCoDD qui ont été décrits dans la littérature.

I. Partie Bibliographique

Introduction	18
I.1. Généralités sur les matériaux énergétiques et le HMX	19
I.2. Etat de l'art sur la Transition Combustion-Déflagration-Détonation (TCoDD)	24
I.2.a. Historique des études du phénomène de TCoDD	24
I.2.b. Dispositifs expérimentaux	39
I.3. Etat de l'art sur les modélisations numériques	47
Conclusion	60

Introduction

Ce chapitre a pour but de présenter de façon succincte l'état de l'art dans le domaine de la Transition Combustion-Déflagration-Détonation (TCoDD). Cette étude bibliographique a été divisée en trois catégories.

Dans un premier temps, sont présentées des généralités sur les réactions pyrotechniques et sur les différents types de matériaux énergétiques connus ainsi que leurs propriétés générales. Des informations plus précises sont ensuite données sur le matériau énergétique poreux qui a été choisi pour ce projet : l'octogène. Ces paramètres primordiaux sont utilisés à la fois pour la partie expérimentale et la partie modélisation.

Dans un second temps, l'étude bibliographique a porté sur le phénomène de Transition Combustion-Déflagration-Détonation dans des matériaux énergétiques et sur les différents mécanismes intervenant dans ce phénomène. Pour ce faire, un historique des études sur la TCoDD est d'abord réalisé, permettant de connaître l'évolution de la compréhension du phénomène et des différents mécanismes en jeu. Cet historique retrace les études depuis le milieu du 20^{ème} siècle ayant pour but d'améliorer la sécurité des munitions, jusqu'aux études expérimentales récentes tentant de réunir des données afin de modéliser le phénomène de TCoDD dans des explosifs secondaires dans le but de s'en servir pour diverses applications. Les différents dispositifs expérimentaux utilisés pour ces études ont également été présentés avec leurs avantages et leurs inconvénients respectifs.

La dernière partie de cette étude bibliographique fait état des différents modèles ayant été élaborés pour modéliser le comportement d'un matériau énergétique en TCoDD. Ont ainsi été abordés les modèles monophasiques, relativement simples, et les modèles multiphasiques allant d'une complexité croissante jusqu'au modèle de référence de Baer et Nunziato et de ses évolutions.

I.1. Généralités sur les matériaux énergétiques et le HMX

Les matériaux énergétiques sont constitués d'une ou d'un ensemble de molécules, susceptibles de libérer leur énergie en un temps très court par réaction chimique selon plusieurs processus [1].

On peut distinguer entre autres les phénomènes suivants.

- **La combustion** : décomposition exothermique auto-entretenu d'un matériau énergétique avec un front réactif se propageant à une vitesse inférieure à la vitesse du son dans l'air.
- **La déflagration** : décomposition d'un matériau énergétique libérant l'énergie chimique du matériau sous forme thermique, les gaz générés produisant également de fortes ondes de pression. La vitesse de propagation de ce régime de décomposition est initialement inférieure à la vitesse du son dans le matériau. Ce phénomène peut s'accélérer pour ensuite atteindre le régime de détonation.
- **La détonation** : régime de décomposition supersonique dans le milieu dans lequel il se propage. La détonation libère l'énergie chimique très rapidement à la fois sous forme thermique et sous forme mécanique (onde de choc). Cette onde de choc générée déclenche la réaction chimique rapide dont l'énergie libérée entretient l'onde de choc. On dit alors que la détonation est auto-entretenu. Cette vitesse de propagation est propre au matériau énergétique dans lequel se propage la détonation. La détonation est le régime de décomposition le plus violent que peut subir un matériau énergétique. Les modèles permettant d'étudier ce phénomène ont, dans un premier temps, considéré que l'onde de choc, assimilée à une discontinuité plane et stationnaire, et l'onde réactive étaient confondues (modèle de Chapman-Jouguet [2] [3] [4]). L'étude de ce phénomène a ensuite été approfondie avec un modèle, établi par Zel'dovich, Von Neumann et Döring [5] [6] [7]) dans lequel la vitesse de réaction n'est plus infinie et donc dans lequel la réaction et l'onde de choc ne sont plus confondues. En effet, ce modèle, plus réaliste mais aussi plus complexe, indique que le milieu est tout d'abord choqué adiabatiquement. Puis pour certaines conditions de pression et de température, le matériau énergétique se décompose en produits gazeux, par l'intermédiaire d'une réaction chimique.

Les différents matériaux énergétiques peuvent être classés en quatre différents groupes selon leur application.

- **Les poudres et propergols** : ce sont des mélanges de poudres énergétiques utilisés pour produire une déflagration ou pour propulser des systèmes. Ces poudres et leurs additifs sont choisis pour leur tendance à générer beaucoup de gaz à température élevée permettant de générer une poussée sur un système, tout en se décomposant en déflagration pour garantir son intégrité. Les propergols sont coulés en une certaine géométrie correspondant à la courbe de poussée désirée. En effet, la vitesse de génération de gaz est liée à la vitesse de combustion et à la surface de combustion. L'évolution de cette surface de combustion au cours du temps donne donc la courbe de poussée.
- **Les compositions énergétiques** : ce type de matériaux énergétiques regroupe les compositions énergétiques utilisées pour les propriétés particulières de leurs produits de combustion. On retrouve par exemple dans cette catégorie les feux d'artifice, les compositions fumigènes, les compositions lacrymogènes ou les compositions thermites.
- **Les explosifs primaires** : ce sont des matériaux énergétiques de puissance relativement faible mais s'initiant très facilement, car ayant une grande sensibilité à différents types d'agressions, ce qui rend leur fabrication et leur manipulation très dangereuses. Ces matériaux énergétiques sont susceptibles de transiter très rapidement en détonation et sont dans la majorité des cas utilisés dans les détonateurs pour initier d'autres compositions moins sensibles. Les différents explosifs primaires sont choisis pour leur tendance plus ou moins prononcée à s'initier à l'aide d'une source thermique, mécanique ou électrique selon l'application finale visée.
- **Les explosifs secondaires** : ce sont des matériaux énergétiques possédant la plus grande puissance explosive, définie comme étant le produit du volume de gaz produit et de la chaleur libérée [8]. Les explosifs secondaires sont cependant beaucoup moins sensibles que les explosifs primaires. Ils sont utilisés pour leur pouvoir brisant, c'est-à-dire pour leur tendance à générer une onde de détonation puissante. En effet, les explosifs les plus puissants peuvent atteindre des vitesses de détonation proches de 9 à 10 km/s. Ce type d'explosif ayant une énergie d'activation relativement élevée, ils sont en règle générale initiés à l'aide d'un explosif primaire. Dans le cas d'explosifs très peu sensibles, il peut être nécessaire d'utiliser un relais composé d'explosif secondaire plus sensible lui-même déclenché par un explosif primaire pour initier la charge. Ces explosifs peuvent soit être utilisés seuls sous forme de poudre plus ou moins comprimée, soit, dans la

majorité des cas, être formulés avec un liant, énergétique ou non, afin de modifier les caractéristiques mécaniques de la charge finale et de faciliter sa manipulation. C'est le cas par exemple de la composition C-4, très représentée dans le cinéma, qui est constitué de 91% de RDX, un explosif secondaire puissant, et de 9% de différents additifs plastiques servant de liant, et conférant à la charge sa malléabilité.

Une autre classification est néanmoins possible : low/high explosive, explosifs idéaux et non-idéaux.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes concentrés exclusivement sur le comportement des explosifs secondaires poreux, et plus particulièrement du HMX mis en forme par compression. Le HMX, de l'anglais *High Melting explosive* à cause de sa température de fusion relativement élevée par rapport à d'autres explosifs, est aussi appelé octogène, ou bien par son nom décrivant sa structure chimique le 1,3,5,7-Tetranitro-1,3,5,7-tetrazocane ou encore Cyclotétraméthylène-tétranitramine. Cette molécule est représentée sur la Figure I.1 tirée du livre de référence de Gibbs et Popolato regroupant les propriétés des explosifs courants [9].

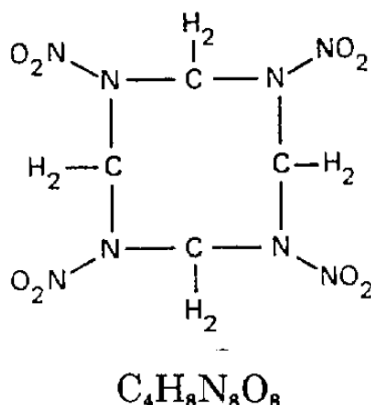


Figure I.1 - Structure de la molécule d'octogène tirée de Gibbs et Popolato [9]

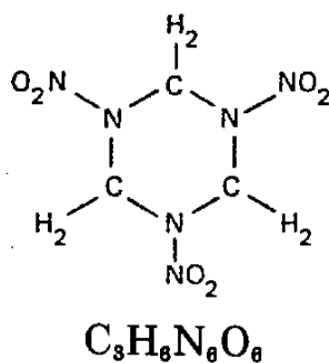


Figure I.2 - Structure de la molécule d'hexogène tirée de Gibbs et Popolato [9]

Le HMX est une nitramine (i.e. amine ayant subi un procédé de nitration) cyclique très proche du RDX, explosif secondaire, également appelé hexogène et dont l'usage est très répandu pour la fabrication de munitions. On peut constater la ressemblance de la structure en comparant les Figure I.1 et Figure I.2 représentant respectivement la structure d'une molécule de HMX et de RDX et tirées de la même œuvre.

La similarité entre ces molécules est due au fait qu'elles sont formées lors du même processus de synthèse. En effet, le HMX fut un temps considéré comme une impureté apparaissant lors de la formation du RDX avec le procédé de Bachmann et Sheehan [8], procédé ayant le meilleur rendement pour la synthèse du RDX. Ainsi, bien que le RDX ait été découvert en 1899, le HMX, qui se révèle plus stable et plus puissant que le RDX, n'a été isolé et étudié qu'à partir de la seconde guerre mondiale. Le Tableau I.1 donne certains paramètres du HMX ainsi que ceux du RDX afin de comparer leur puissance sous leur forme polymorphique la plus stable à pression et température ambiantes, c'est-à-dire la phase orthorhombique α pour le RDX et la phase orthorhombique β pour le HMX, et proche de leur masse volumique maximale théorique, TMD en anglais pour *Theoretical Maximum Density*. Ce paramètre, désignant la masse volumique d'un monocristal parfait, est une notion très importante dans l'étude de la microstructure des explosifs, et sert notamment de valeur de référence pour calculer le taux de compression et en déduire la porosité d'un explosif granulaire.

Ces deux explosifs se présentent sous forme de cristaux blancs. Leur taille et leurs défauts cristallins peuvent être contrôlés par recristallisation. Ce sont deux des explosifs militaires parmi les plus puissants et dont l'usage est le plus répandu. Ils sont souvent associés dans les différentes compositions étant donné que le HMX bien que plus puissant, plus dense, est également plus cher du fait de sa méthode de synthèse. Leur mise en œuvre est le plus souvent faite en les mélangeant avec un additif plastique, ou encore avec de la tolite (TNT) qui permet de réaliser un mélange pouvant être coulé facilement. Dans notre cas, l'octogène mis en œuvre est comprimé seul, sans additif. Pendant longtemps, on a considéré que la compression conventionnelle de ce type d'explosif sous forme pulvérulente (i.e. poudre) était impossible du fait de leur nature cristalline si l'on veut maintenir une cohésion d'ensemble et qu'il était nécessaire d'effectuer cette compression avec ajout de solvant. Le solvant aura en effet pour effet de dissoudre partiellement les grains qui recristalliseront ensuite en formant des liaisons cristallines entre les grains. Cependant, des études plus récentes, notamment celle de Pesce-Rodriguez et Piraino [10], suggèrent que l'ajout de solvant lors de la compression de ces explosifs (le RDX en l'occurrence) n'est pas nécessaire si les cristaux possèdent des défauts internes. En effet, l'analyse de ces défauts montre qu'ils contiennent une part importante de solvant piégé saturé en RDX. Lors de la compression sans additif de la poudre, ce solvant est donc libéré lorsque les cristaux se fracturent, produisant le même effet qu'une compression avec ajout de solvant, mais de façon plus efficace puisque le solvant agit localement sur chaque grain fracturé. Le même processus prévaut pour le HMX.

Grandeur	HMX	RDX
	$C_4H_8N_8O_8$	$C_3H_6N_6O_6$
Masse molaire (g/mol)	296.16	222.13
TMD (g/cm³)	1.905 [9]	1.806 [9]
Vitesse de détonation CJ (m/s)	9110 [11]	8800 [9]
Pression de détonation CJ (GPa)	39.5 [11]	33.8 [9]
Enthalpie de formation (kJ/mol)	47.28 [12]	58.58 [9]
Enthalpie de combustion (MJ/mol)	-2.76 [12]	-2.10 [9]
Énergie d'activation (kJ/mol)	220.50 [13]	196.65 [9]
Température de fusion (K)	520 [14]	477.15 [9]
Coefficient c_0 de l'Hugoniot de choc (km/s)	2.74 [15]	2.78 [9]
Coefficient s de l'Hugoniot de choc	2.6 [15]	1.9 [9]
Conduction thermique (W/(m·K))	0.5 [16]	-
Chaleur spécifique à pression constante (J/(kg·K))	1010 [17]	-
Chaleur spécifique à volume constant (J/(kg·K))	1072 [17]	-

Tableau I.1 - Paramètres du HMX et RDX

I.2. Etat de l'art sur la Transition Combustion-Déflagration-Détonation (TCoDD)

La transition combustion-déflagration-détonation (CoDDT en anglais pour *Combustion-Deflagration-Detonation Transition*) désigne un ensemble de phénomènes conduisant un front réactif dans un matériau énergétique solide ou gazeux à transiter d'un régime de déflagration, vers un régime de détonation, régime de décomposition le plus rapide possible pour un matériau énergétique.

I.2.a. Historique des études du phénomène de TCoDD

Cette transition fait nécessairement suite à une initiation thermique ou à l'aide d'un piston à faible vitesse du matériau énergétique et non à l'aide d'un choc fort, initiation qui conduirait à une transition choc-détonation (SDT en anglais pour *Shock to Detonation Transition*), phénomène qui a été largement étudié, la TCoDD n'ayant été étudiée qu'à partir de la 2^{ème} moitié du XX^{ème} siècle.

Ainsi, dès 1944, Andreev [18] théorise l'existence de mécanismes pouvant amener la combustion d'un explosif solide à transiter en détonation, notamment l'évolution d'un front de combustion conductive en une combustion convective. De nombreux travaux sur le phénomène furent alors menés à partir des années 1960, notamment par Macek et Tarver [19] [20] [21] qui établirent un modèle monodimensionnel d'accélération du front de réaction dans un explosif solide. La Figure I.3, tirée du chapitre de McAfee présentant la TCoDD dans le livre de Asay [22] synthétise l'interaction entre les ondes de pression et les fronts réactifs lors d'une TCoDD. Ce schéma identifie plusieurs phénomènes intervenant dans l'accélération de la déflagration en détonation, notamment la coalescence des ondes de pression de vitesse c_0 dans le matériau pour former une onde de choc S menant à une détonation.

D'autres travaux furent menés comme ceux de Griffiths et Groocock [23] qui ont été les premiers à publier les résultats de leurs études expérimentales portant sur l'accélération du front réactif dans un explosif solide, confirmant en même temps l'existence des mécanismes d'accélération du front réactif, avancés initialement par Andreev [18].

La Figure I.4 est tirée de l'étude expérimentale de Griffiths et Groocock [23]. Lors de cette étude, plusieurs tirs ont été effectués avec du HMX comprimé à différents taux de compression (donnés ici en perméabilité au gaz). Cette courbe donne la distance de transition (« *length of burning* », pour distance de combustion avant détonation) pour ces tirs. Pour obtenir ces résultats, différents explosifs ont été comprimés en plusieurs incréments à différents taux de compression dans des tubes en laiton. Griffiths et Groocock ont pu identifier une tendance

pour la variation de la distance de transition en fonction de la fraction volumique solide initiale, qui peut être dans notre cas assimilé au taux de compression.

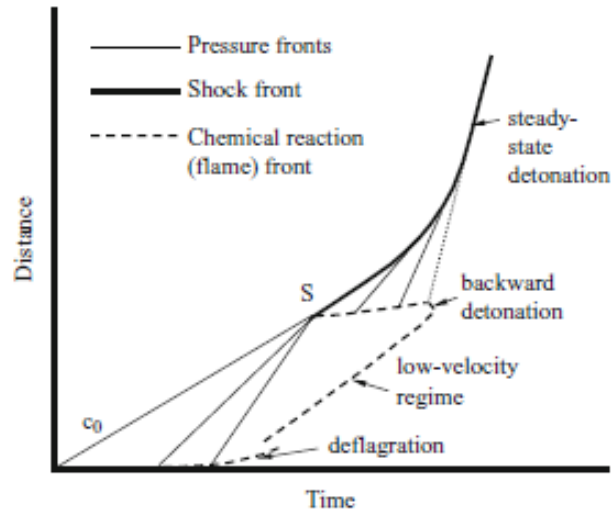


Figure I.3 – Diagramme $x-t$ de la TCoDD dans un matériau solide tiré dans travaux de Macek [19] et présenté dans le livre de Asay par McAfee [22]

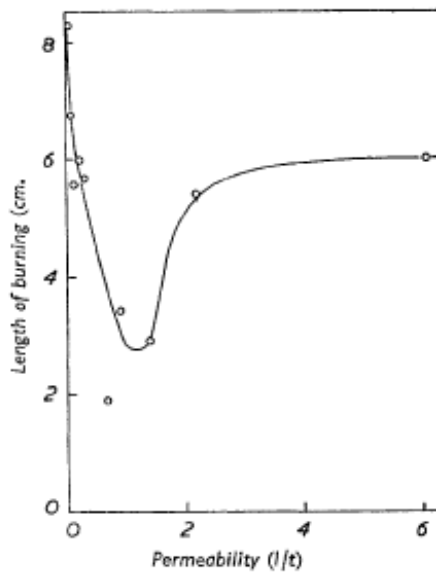


Figure I.4 - Distance de transition en fonction de la perméabilité dans du HMX tiré de Griffiths et Grocock [23]

D'après la Figure I.4, la longueur de transition est maximale pour les faibles valeurs de perméabilité, c'est-à-dire pour les grandes fractions volumiques solides. Cette distance diminue ensuite lorsque la perméabilité augmente jusqu'à atteindre un minimum. La courbe augmente ensuite pour atteindre un palier. On peut supposer que ces deux parties distinctes de la courbe

représentent les deux types de TCoDD possibles qui seront explicités plus loin (voir Tableau I.3). Griffiths et Grocock font également remarquer qu'une porosité trop faible ou trop importante a tendance à empêcher toute transition.

Une autre partie des expériences de Griffiths et Grocock concerne l'impact de la taille de grain (composé d'un ou de plusieurs cristaux) initiale sur le comportement de l'explosif. Deux lots de HMX, ayant une taille de grain moyenne de 124 μm et 251 μm , ont été comprimés à différents taux de compression (donnés ici encore en perméabilité au gaz). Les résultats sont décrits sur la Figure I.5.

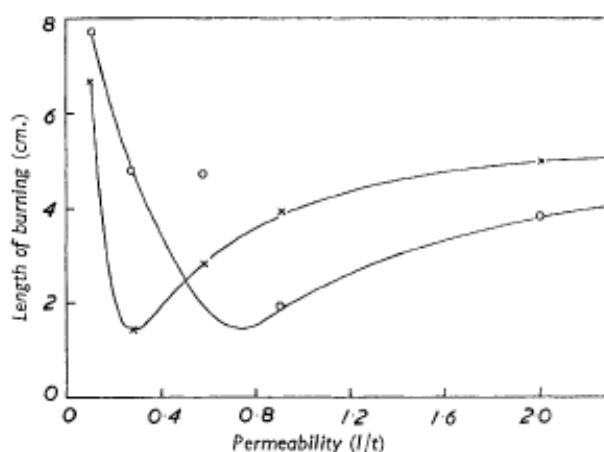


Figure I.5 - Distance de TCoDD en fonction de la perméabilité pour différentes tailles de grain de HMX [23]

Ce graphique, qui doit être lu de la même façon que celui de la Figure I.4 met en évidence une différence de comportement selon la taille de grain initiale. En effet, pour des taux de compression identiques, on observe des différences dans la longueur avant détonation entre les deux lots. Cela semble indiquer que l'un des paramètres influençant le phénomène de transition d'une déflagration en détonation est la taille de grain initiale de l'explosif.

Un autre résultat intéressant de cette étude est la comparaison entre un confinement fermé et un confinement ouvert. En effet, chaque tir réalisé, tant avec du HMX qu'avec du RDX ou du PETN, a été comparé avec un tir dans la même configuration mais dans un tube « ouvert », c'est-à-dire dans un tube en laiton dont le début n'était pas obstrué par un bouchon en laiton. Il en résulte une grande différence dans les longueurs de transition. Le Tableau I.2 réunit les résultats présentés dans cette publication.

	Confinement fermé (cm)	Confinement ouvert (cm)
RDX	4.0	5.5
PETN	0.8	1.0
HMX	1.9	5.2

Tableau I.2 - Comparaison de la distance de transition pour des confinements ouverts ou fermés tiré de Griffiths et Grocock [23]

On voit que la distance de transition augmente sensiblement en passant d'un confinement fermé à un confinement ouvert, notamment pour le HMX. Cela met en évidence le rôle de la pression des gaz dans l'accélération de la déflagration, notamment lors de la phase dite de combustion convective. Ces travaux ont servi de référence à beaucoup d'autres études qui suivirent.

Afin d'illustrer l'accélération de la réaction et les différents phénomènes décrits dans leur étude, Griffiths et Grocock obtiennent la première image claire de caméra à fente d'une TCoDD en étudiant du PETN comprimé à 68% de la masse volumique d'un monocristal (TMD) sur la Figure I.6.

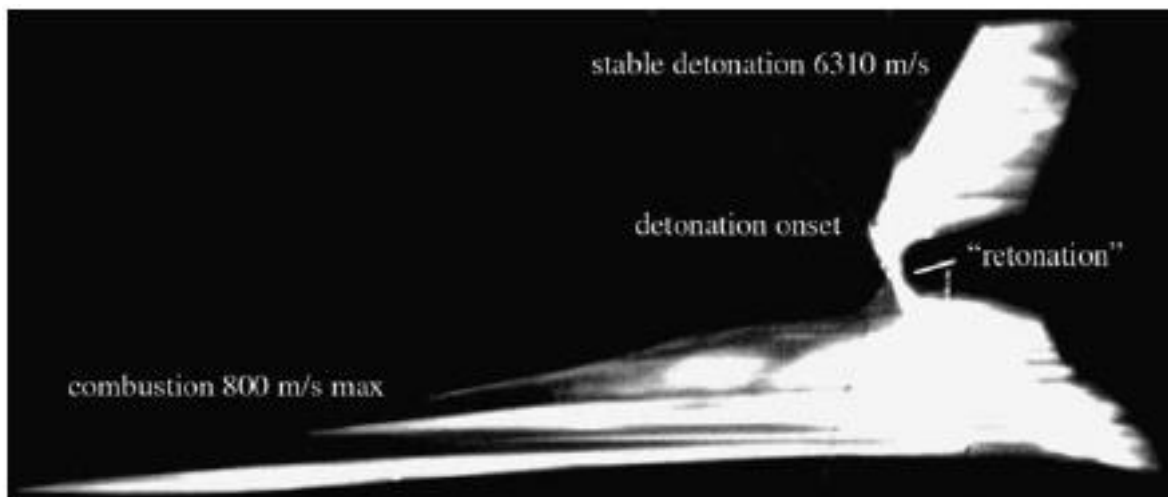


Figure I.6 - Image de TCoDD obtenue par Griffiths et Grocock avec caméra à fente

Cette image met en évidence deux régimes de décomposition de l'explosif, avec un changement brutal de pente. Le premier régime est une déflagration, avec une vitesse moyenne allant jusqu'à 800 m/s. Le deuxième régime est une détonation stable de 6310 m/s. On observe également l'apparition d'une détonation dénommée « rétonation », qui se propage en arrière du front de choc en sens inverse, vers l'aval.

Dans les années 1960, toutes les études dans le domaine se focalisent sur l'accélération du front de combustion dans le milieu poreux. En 1963, Andreev et Chuiko [24] mènent eux-aussi des travaux focalisés sur les mécanismes de transition d'une déflagration en détonation, et notamment sur le rôle de la pression dans la transition d'une combustion dite conductive, de basse vitesse, en une combustion convective, plus rapide, par intrusion des gaz chauds en amont du front de combustion. Ces travaux, et ceux se basant dessus [25] [26] [27] ont permis d'établir la combustion convective comme étant l'étape déterminante de la TCoDD. Lors de leurs différents tirs, Korotkov, Sulimov *et al.* [26] [27] ont d'ailleurs obtenus des images de TCoDD similaire à la Figure I.6 à l'aide de caméras à fente.

Plus tard, dans la continuité de ces travaux, des modèles multiphasiques sont établis par Kuo et Summerfield pour étudier ce type de combustion et l'interaction entre les gaz chauds et de la matière énergétique confinée menant à l'accélération du front [28] [29], travaux de modélisation poursuivis et complexifiés par Krier jusqu'à la fin des années 1970.

Une série d'articles fut ensuite publiée par Bernecker et Price [30] [31] [32] [33] reprenant leurs propres travaux dans ce domaine ainsi que les travaux d'autres chercheurs, réalisés durant les années 1960 [23] [27] [34] [35]. Dans leurs travaux, Belyaev et Bobolev, parviennent d'ailleurs à établir un premier graphique schématique de l'évolution de la vitesse de réaction en fonction du temps rassemblant les quatre différentes étapes de la TCoDD.

On retrouve ces différentes étapes sur la Figure I.7 :

- I – la combustion conductive ;
- II – la combustion convective (et en partie compressive en pointillés) ;
- III – la combustion compressive ;
- IV – la détonation.

L'ensemble de ces travaux a permis d'identifier l'ensemble des phénomènes régissant la TCoDD en fonction de la fraction volumique initiale du matériau énergétique. Une partie de ces phénomènes est donnée dans le Tableau I.3, tiré du chapitre écrit par McAfee dans le livre de Asay [22].

La première chose à noter est l'identification de deux types d'accélération regroupant différents phénomènes selon la fraction volumique initiale de matériau énergétique, mais conduisant tous deux à une transition déflagration-détonation. Le type 1 de TCoDD concerne les phénomènes se produisant dans des milieux fortement comprimés, ayant une fraction volumique de solide supérieur à 0.6, tandis que la TCoDD de type 2 ne se produit que dans des milieux non comprimés et ayant des fractions volumiques de solide très faibles.

Dans notre cas, nous ne sommes concernés que par les forts taux de chargement, c'est-à-dire le type 1 de TCoDD. Il est à noter que les fractions volumiques proches de 1 font référence à des matériaux énergétiques avec liant. Notre étude porte sur un explosif poreux comprimé avec une

fraction volumique se situant typiquement entre 0.75 et 0.9. Les phénomènes mis en jeu appartiennent donc aux deux colonnes du type 1 de TCoDD, et correspondent a priori à la partie gauche de la courbe sur la Figure I.4.

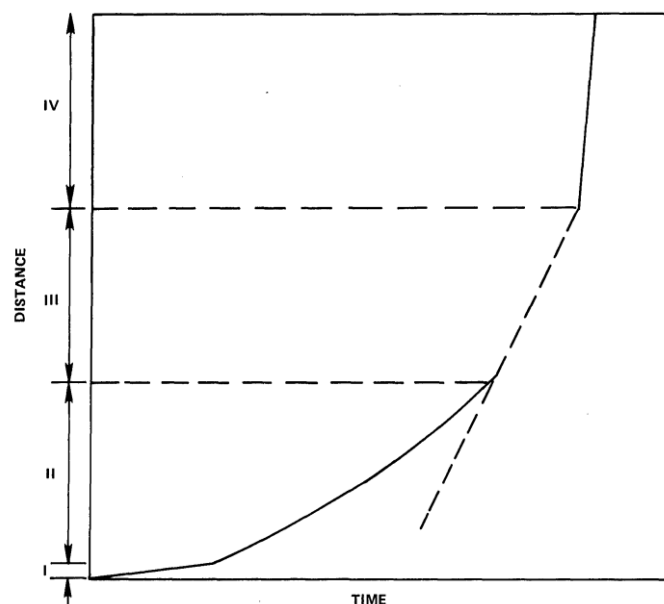


Figure I.7 - Schéma de différentes étapes de la TCoDD selon Belyaev et Bobolev [35]

Types de TCoDD	Type 2		Type 1	
	<0.15	0.4-0.65	0.6-0.85	0.8-1
Allumage	O	O	O	O
Combustion conductive	O	O	O	O
Accélération de flamme due à la pression	O	O	O	O
Combustion convective	O	O	O	X
Propagation de flammes dans les fissures	X	X	X	O
Combustion déconsolidante	O	O	O	O
Combustion compressive	X	O	O	O
Formation de choc	O	O	O	O
Détonation	O	O	O	O
Rétonation	O	O	O	X
Turbulences	O	X	X	X

Tableau I.3- Phénomènes jouant un rôle dans les différents types de TCoDD tiré de McAfee [22]

Pour un matériau énergétique fortement comprimé, possédant une faible porosité, la transition de la déflagration à la détonation de type I se déroule de la façon suivante :

- 1) **Initiation thermique du matériau énergétique** : Une source d'énergie thermique (LASER ou résistance chauffante par exemple) est appliquée sur le matériau jusqu'à ce que celui-ci initie une combustion. Le niveau d'énergie est relativement faible comparé à ceux des moyens d'initiation utilisés habituellement pour initier un explosif par choc.
- 2) **Combustion conductive** : Le matériau est initié en combustion. Durant cette première phase, la propagation de la chaleur générée par la réaction est conductive, c'est-à-dire qu'elle est propagée par le solide vers la matière non réagie par phénomène conductif. C'est le début de la phase de déflagration.
- 3) **Combustion convective** : La combustion conductive du matériau génère des produits de combustion gazeux chauds. Cela mène à une augmentation de la pression dans le milieu qui a réagi. La différence de pression avec le milieu non réagi va alors amener les gaz chauds à s'infiltrer dans les porosités du solide en amont du front réactif. Cela va alors préchauffer le milieu non réagi, provoquant ainsi l'accélération du front réactif.
- 4) **Combustion déconsolidante** : l'augmentation de la pression en aval du front de combustion due à la combustion convective permet aux flammes de s'infiltrer dans les pores du matériau. Cela provoque la désagrégation de l'explosif comprimé en grains d'explosif dans la zone de réaction. Cette désagrégation provoque une forte augmentation de la surface de combustion, conduisant elle-même à une augmentation de la pression et à l'emballement de la réaction [36] [37].
- 5) **Combustion compressive** : L'augmentation de la pression dans le milieu réagi et l'emballement de la réaction due aux combustions convective/déconsolidante provoque l'apparition d'ondes de pression qui se propagent dans le milieu non réagi à la vitesse du son dans celui-ci. Ces ondes de pression vont alors comprimer le solide non réagi au-delà du taux de compression initial, augmentant de ce fait la vitesse du son dans ce milieu. Les ondes de pressions successives vont donc se propager de plus en plus rapidement et coalescer. L'accumulation de ces ondes de pression vont provoquer l'apparition de points chauds du fait de l'hétérogénéité du milieu, en amont du front de réaction, accélérant encore le front réactif.
- 6) **Formation d'un bouchon et détonation** : La convergence des ondes de pression finit par produire une pression suffisante pour provoquer l'effondrement de tous les pores du

solide. Se forme alors un bouchon (plug en anglais), une zone dans laquelle le taux de compression du solide est proche de la TMD. Dans cette zone, les ondes de pression accélèrent et forment une onde de choc. Cette onde de choc va alors se propager dans le milieu non réagi et déclencher une détonation en amont du bouchon. La détonation se propage à une vitesse plus rapide que la vitesse CJ, car elle se propage dans un milieu précomprimé, puis va se relaxer vers la vitesse CJ, après avoir rattrapé les ondes de compression.

- 7) **Rétonation** : On peut constater dans certains cas la formation d'une détonation qui se propage dans le sens inverse de la propagation du front de choc vers l'arrière du bouchon.

Pour étudier plus précisément les mécanismes en jeu pour le type 1 de la TCoDD, Campbell [38] a mis en place une expérience visant à initier un tube rempli de HMX Classe A, ayant un diamètre moyen de grain de $193 \mu\text{m}$ [39], comprimé à 65% de la TMD, à l'aide d'un piston à basse vitesse. Le déroulement de cette expérience est schématisé sur la Figure I.8 tirée de Asay, McAfee et Campbell [40].

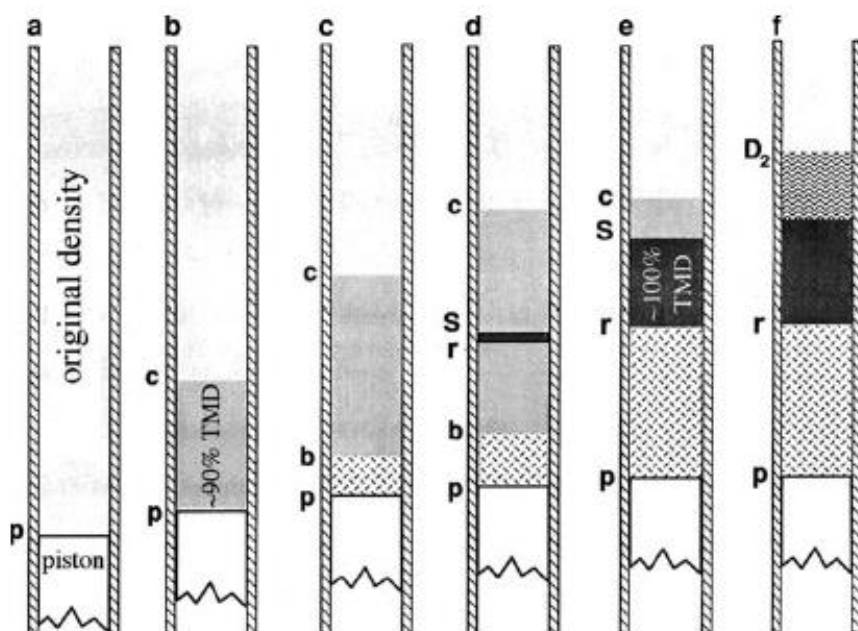


Figure I.8 - Expérience de Campbell [38] sur du HMX initié avec un piston

Ce schéma consiste en une succession de séquences détaillant le déroulement de la TCoDD initiée par piston de la façon suivante.

- Sur la Figure I.8a, on observe un tube rempli de HMX au taux de compression initial de 65% de la TMD. Celui-ci est en contact avec un piston **p** ayant une vitesse initiale assez faible pour qu'il n'y ait pas de choc.
- Sur la Figure I.8b, le piston avance et on observe l'apparition d'une onde de compaction **c** qui progresse dans le HMX, le comprimant à environ 90% de la TMD.
- Sur la Figure I.8c, alors que le piston et l'onde de compression progressent, le HMX est initié en combustion et l'onde de combustion **b** progresse dans le HMX comprimé.
- La Figure I.8d montre la progression de l'onde de compaction. On peut constater qu'une autre zone de compaction s'est formée, due aux ondes de pression émanant de la zone comprise entre l'onde de combustion et le piston. Un bouchon (« plug ») se forme entre **r** et **S**, onde de choc provenant de la coalescence des ondes de pression.
- Sur la Figure I.8e, l'onde réactive après une phase d'accélération arrive en **r** et ralentit alors fortement.
- L'onde de choc accélère dans une zone pré-comprimée, pour finalement transiter en détonation. Cette onde de détonation **D₁** se propage plus rapidement dans un milieu comprimé par l'onde de pression **c**. Puis elle ralentit à la vitesse **D₂**, la vitesse CJ du milieu initial.

Ces différentes étapes de la TCoDD sont décrites sur la Figure I.9, tirée de [40].

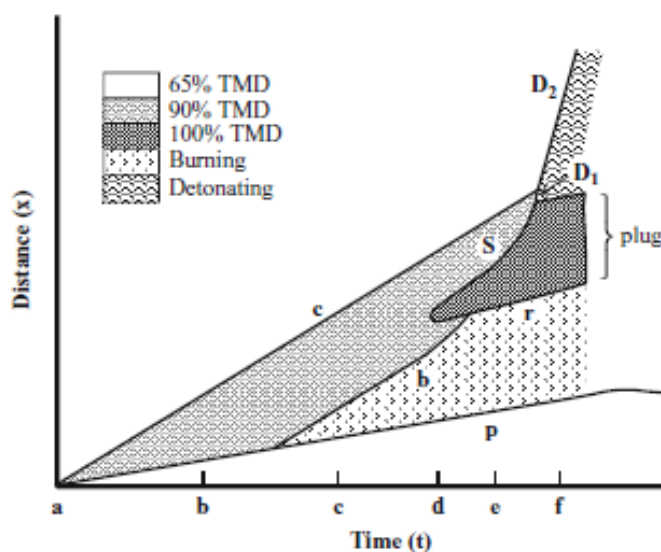


Figure I.9 - Diagramme $x - t$ illustrant les différents phénomènes de la TCoDD

Le diagramme $x - t$ permet de considérer les phénomènes sous un angle différent. On y voit les phénomènes dans le tube décrits sur la Figure I.8. Sur ce diagramme, la vitesse de propagation de chaque phénomène est donnée par la valeur de la pente : plus celle-ci est verticale, plus la vitesse de propagation du phénomène est rapide. On voit sur ce diagramme qu'une onde de compression générée par le piston se propage dans le milieu poreux. Cela crée un front de combustion **b** qui accélère progressivement jusqu'à atteindre le bouchon où la vitesse du front diminue fortement du fait de l'augmentation brutale du taux de compression. Le bouchon s'est formé par effondrement des pores, suite aux ondes de pression générées par la zone de combustion. Ce diagramme met également en évidence un premier régime de détonation très rapide **D₁** dans le milieu pré-comprimé par l'onde de compression avant de ralentir en **D₂** dans le milieu non réagi. Ce diagramme est un schéma explicatif tiré des essais de Campbell [38]. Ces mêmes phénomènes ont cependant été observés à l'aide de tirs mettant en œuvre une caméra à fente, comme nous le verrons par la suite.

On remarque que pour ces expériences, l'explosif a été initié à l'aide d'un piston basse vitesse (< 100 m/s) et non directement thermiquement. Dans la suite de ces travaux de Campbell [38], Asay et McAfee [41] puis Luebcke en 1996 [42] ont retrouvé les mêmes résultats en initiant l'explosif à l'aide d'un Pyrofuse®, une composition pyrotechnique générant beaucoup de chaleur.

Durant d'autres expériences, décrites dans le même document [38], Campbell a étudié le rôle de la combustion convective dans du HMX Classe A fortement comprimé (colonne de droite dans le Tableau I.3). Ces expériences sont schématisées sur la Figure I.10.

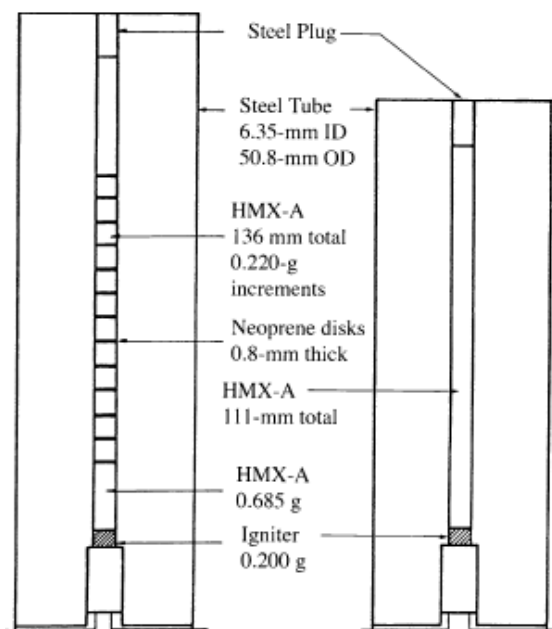


Figure I.10 - Schéma des expériences mettant en évidence la prépondérance du rôle de la combustion compressive sur la combustion convective dans l'accélération de la déflagration

Lors de ces deux expériences, deux tubes en acier identiques ont été remplis au même taux de compression avec du HMX Classe A. A intervalle régulier, des disques de plomb ont été disposés dans la poudre comprimée. Il est ainsi possible de suivre le déplacement de l'onde réactive avec une précision relative en comparant une série de clichés au rayons X grâce à la différence de densité du plomb. La seule différence est que, pour l'expérience de droite, à partir d'une certaine distance, des disques de néoprène de 0.8 mm d'épaisseur ont été disposés entre chaque incrément de HMX afin d'empêcher l'infiltration des gaz chauds dans les porosités et ainsi d'inhiber les effets de la combustion convective. Il en ressort que les distances de transition de ces deux essais sont sensiblement identiques. Cela indiquerait a priori que la combustion convective ne joue pas un rôle aussi important que ce que l'on pensait lors de l'accélération de la déflagration dans la TCoDD de type I.

D'autres essais du même type ont ensuite été réalisés en mettant en œuvre du HMX Classe C et du HMX Classe F. Pour ces essais, Campbell a fait varier la distance à partir de laquelle il plaçait les disques de néoprène, tout en les comparant bien sûr avec des essais sans néoprène. Il en résulte que, lorsque les disques de néoprène sont trop proches de la zone d'initiation, la distance de TCoDD augmente sensiblement par rapport au tir sans néoprène. Cela indique que, dans les milieux peu poreux (lié au taux de compression) la combustion convective a bien un rôle important dans les premiers instants de la transition, avant de laisser place à la combustion compressive.

Avec la découverte du rôle important joué par la combustion compressive, les études des années 1980 se sont orientées vers ce phénomène après avoir longuement étudié la combustion convective. Ainsi, Sandusky publie au début des années 1980 une étude sur la combustion compressive dans les explosifs poreux [43]. A partir des années 1970, les études se sont tournées vers la modélisation des différents phénomènes identifiés mis en jeu, permettant de mieux comprendre leur évolution.

Liste des paramètres influents

Le développement de ces modèles, pour la majorité, issus de travaux soviétiques [35] [44] [45] [46], a permis d'identifier les différents paramètres rendant possible ou non la transition d'un régime de déflagration vers une détonation et influençant sa distance de transition.

Le paramètre le plus évident influant sur le comportement de l'explosif est bien entendu la nature de l'explosif lui-même et plus particulièrement ses propriétés physico-chimiques. En effet, comme il a été expliqué dans la section I.1, les matériaux énergétiques, en particulier ici les explosifs primaires comme secondaires, sont plus ou moins sensibles à différents stimuli

selon leur nature (friction, choc, pression ...). De plus, chaque explosif réagit après qu'une certaine quantité d'énergie lui ait été apportée. La nature de l'explosif mis en œuvre joue donc un rôle fondamental dans le phénomène de TCoDD.

Un autre paramètre évident qui a été cité plus tôt et qui influe sur la tendance d'un explosif à transiter en détonation est la fraction d'explosif du milieu étudié. Ce paramètre peut être présenté sous forme d'une fraction volumique d'explosif ou d'un taux de chargement, pourcentage de la masse volumique maximale théoriquement atteignable par l'explosif (TMD pour *Theoretical Maximum Density* en anglais). Ce paramètre a été l'un des premiers identifiés comme influençant la TCoDD. C'est d'ailleurs en fonction de ce paramètre que sont identifiés les différents mécanismes intervenant dans la TCoDD (voir Tableau I.3) [34] [44] [45] [46].

Un troisième paramètre identifié, lié entre autres au taux de chargement, est la perméabilité du milieu, c'est-à-dire la propension d'un gaz à circuler dans le milieu poreux. En effet, une bonne perméabilité facilite l'occurrence de la combustion convective, participant largement à l'accélération du front réactif. L'influence de ce paramètre a également été identifiée et étudiée très tôt puisqu'elle apparaît dès 1960 dans les travaux de Griffiths et Grocock [23] (voir Figure I.4). La combinaison de ces deux derniers paramètres permet de différencier l'évolution du phénomène de TCoDD de type I entre un dispositif mettant en œuvre un explosif sous forme de poudre fortement comprimée (taux de chargement élevé, perméabilité relativement haute) et un dispositif mettant en œuvre un explosif mélangé avec un liant plastique (taux de chargement très élevé, perméabilité nulle). Dans le cas de poudre comprimée, l'arrangement des grains et leur morphologie n'étant pas idéaux, il est difficile de relier les paramètres de taux de chargement et de perméabilité. Ce qui nous amène au quatrième paramètre influençant le phénomène de TCoDD : la granulométrie initiale de l'explosif.

La taille moyenne des grains est un paramètre qui apparaît dans l'étude de Griffiths et Grocock (voir Figure I.5). Cependant, la granulométrie d'une poudre, i.e. sa distribution de taille et son effet sur la vitesse de combustion a été largement étudiée auparavant dans le cadre d'études de balistique intérieure [47]. Ainsi, la taille des grains est directement liée à la surface spécifique du milieu, c'est-à-dire l'ensemble de la surface du solide en contact avec la phase gazeuse, qui est le paramètre pilotant la vitesse de combustion d'une poudre (loi de Vieille).

Il a également été prouvé que le phénomène de TCoDD est influencé par la température initiale. C'est en fait le cas, plus généralement, de la tendance d'un matériau énergétique à réagir indépendamment des conditions de confinement, de mise en forme... Cela peut être expliqué par deux types d'effets sur le milieu :

- comme expliqué précédemment, les matériaux énergétiques commencent à réagir lorsqu'un seuil d'énergie d'activation propre au matériau est atteint ;
- un deuxième effet de la température initiale est la modification des propriétés mécaniques et thermodynamiques du milieu.

Une illustration montrant l'influence de la nature et de la température initiale sur la tendance d'un explosif à détoner est donnée dans l'étude de Urtiew et Tarver [48].

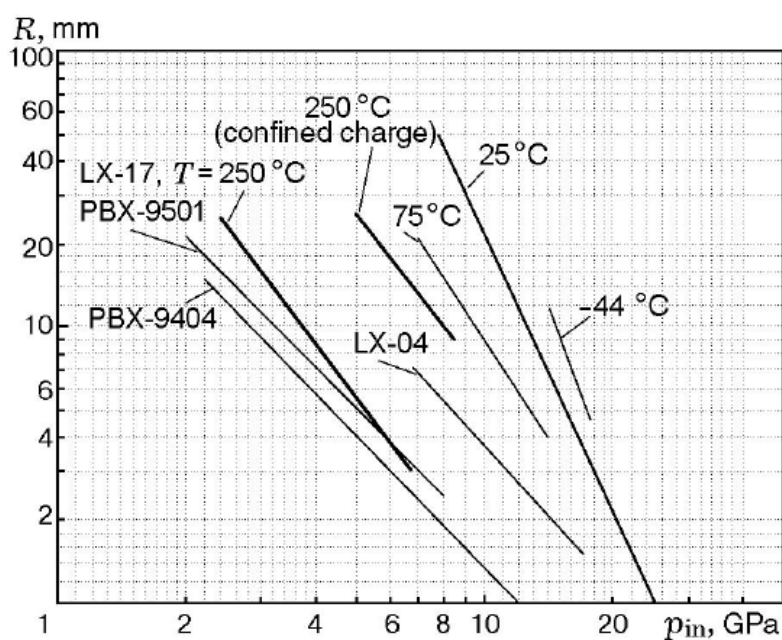


Figure I.11 - Influence de la température sur la TCD (Transition Choc-Détonation) du LX-17, tiré de Urtiew et Tarver [48]

Cette illustration provient d'une étude sur l'initiation d'un explosif en détonation à l'issue d'un impact par une onde de choc (TCD : Transition Choc-Détonation). Lors d'une TCoDD, la dernière étape consiste également en un choc qui génère la détonation (Figure I.8). Chaque courbe représente un ensemble de points désignant les distances de transition en détonation en fonction de l'intensité des chocs administrés à plusieurs explosifs à une température donnée. L'étude porte sur le LX-17, un explosif plastique à base de 92.5% de TATB, très peu sensible, porté à différentes températures initiales, que l'on compare à d'autres explosifs testés à température ambiante : le LX-04, le PBX-9404 et le PBX-9501, trois explosifs plastiques respectivement à base de 85%, 94% et 95% de HMX afin de démontrer le peu de sensibilité du LX-17. On constate l'influence de la présence de liant. On voit bien sur ce graphique que la pression de choc nécessaire pour obtenir une détonation à une distance donnée diminue lorsque la température initiale augmente.

Une dernière courbe permet de comparer la sensibilité du LX-17 à 250°C avec et sans confinement. On voit bien que celui-ci joue fortement sur la sensibilité de l'explosif. Il s'agit là du dernier paramètre d'importance influençant la TCoDD.

En effet, les mécanismes de la TCoDD dépendent de la configuration de l'explosif : géométrie, diamètre, présence ou non d'un confinement, résistance du confinement. Ce dernier aspect a été abordé largement dans la thèse de Leuret [49] qui a étudié la TCoDD de PBX dans des tubes de résistances différentes et a conclu que plus le confinement était résistant, plus la transition avait de chance de se produire, les pertes d'énergie radiale suite au gonflement du tube étant moindres.

Parker *et al.* [37] récapitulent l'ensemble des essais effectués à ce jour sur du HMX granulaire (voir Figure I.12). Si la dépendance par rapport à la porosité est évidente, l'influence du confinement est également mise en évidence. Le faible confinement du polycarbonate [50] [51] entraîne une augmentation de la distance de transition. Ces effets semblent également présents avec du confinement avec du laiton (*brass*) [23] par rapport aux essais effectués dans des tubes en acier (*steel*).

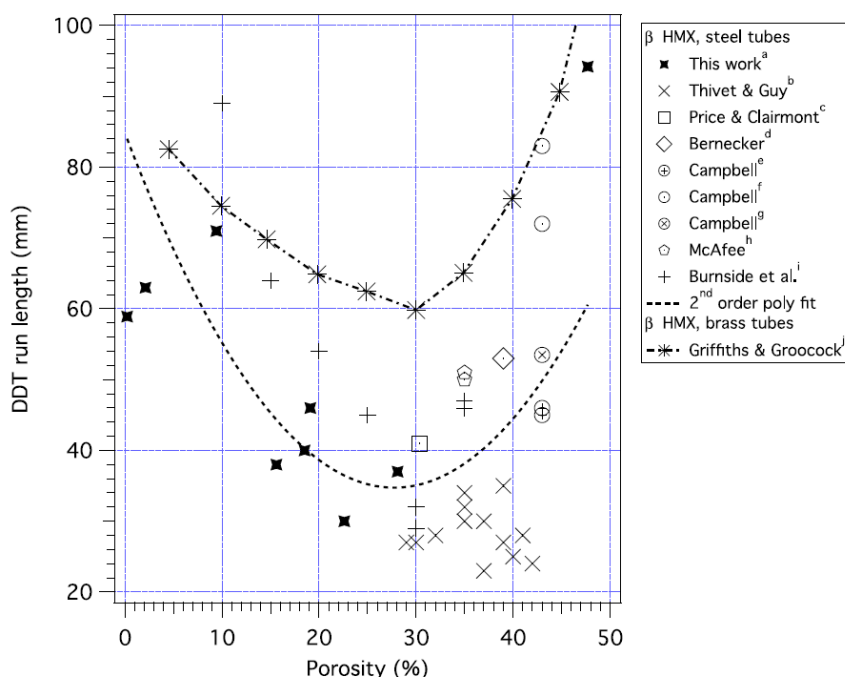


Figure I.12 - Compilation de données de longueurs de transition en fonction de la porosité pour du β -HMX dans des tubes à température ambiante. Tailles des grains de HMX et diamètre interne (ID).

(a) 3:1 bimodale, moyenne = 170:44 μm , ID = 6.35 mm [37]; (b) 0–100 μm , ID = 1.2 mm [52]; (c) moyenne = 170 μm , ID = 16.3 mm [53]; (d) very coarse, ID = 25.4 mm [50]; (e) moyenne = 170 μm , ID = 6.35 mm [38]; (f) < 44 μm , ID = 6.35 mm [38]; (g) longueur estimée en pondérant par 3:1 des longueurs à partir de e and f [38]; (h) moyenne = 170 μm , ID = 12.7 mm [40]; (i) moyenne = 170 μm , ID = 6.35 mm [54]; (j) 124–251 μm , ID = 12.8 mm [23].

Les études de Baer *et al.* [55] et de Field *et al.* [56] sont relatives au Type II de la transition de la déflagration à la détonation, avec des porosités beaucoup plus grandes. Bien qu'utilisant les mêmes lots de CP (perchlorate de 2-(5-cyanotétrazolato) penta-amine-cobalt, explosif secondaire inorganique chimiquement proche des explosifs primaires), Baer et Field obtiennent des résultats très différents (voir Figure I.13) pour des tubes de diamètre différent (2.09 mm et 5 mm). Hill et Kapila [57] introduisent alors une "longueur de friction" $l_f = (1 - \nu)/\nu \cdot \delta/\mu_s$, avec ν le coefficient de Poisson, δ le rapport du périmètre sur la section et μ_s le coefficient de frottement statique. La Figure I.14 montre les effets du taux de chargement sur la distance de transition après adimensionnalisation de la longueur de transition par le diamètre interne du tube.

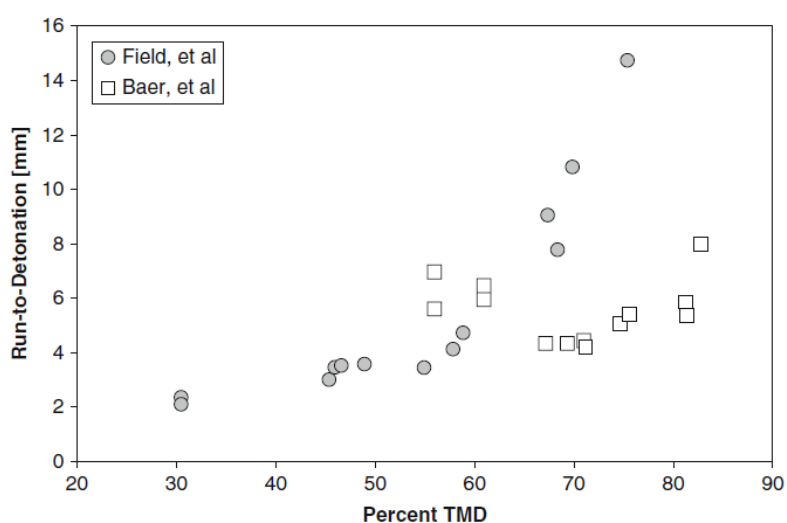


Figure I.13 - Distance de transition de pour du CP à différents taux de chargement [55] [56].

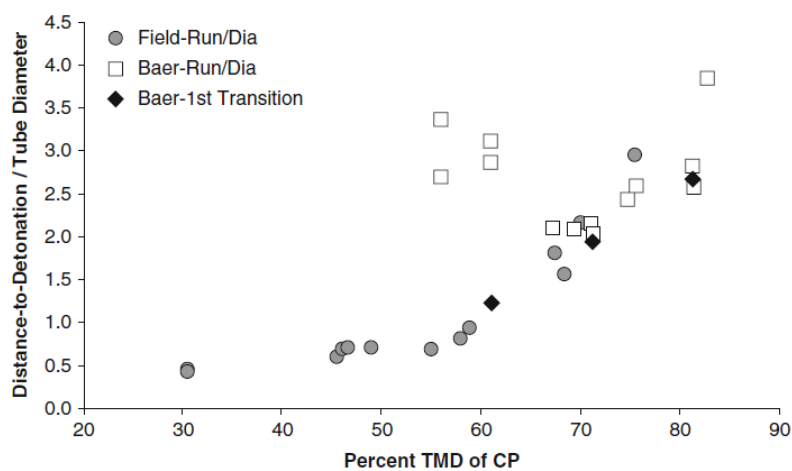


Figure I.14 - Distance de transition adimensionnée pour du CP par le diamètre interne à différents chargements du même lot

I.2.b. Dispositifs expérimentaux

Les études expérimentales se sont globalement arrêtées dans les années 1980. C'est vers la fin des années 1990 que les études sur le phénomène de TCoDD ont commencé à s'intéresser aux opportunités d'applications de ce phénomène plutôt que de se focaliser sur les problématiques liées à la sécurité. Pour ce faire, de nombreuses études expérimentales ont été mises en place avec la mise en œuvre de différentes techniques d'observation du phénomène, utilisant des outils de mesures de plus en plus performants, permettant l'obtention de résultats de plus en plus précis.

Moyens d'allumage thermique

Pour réaliser une TCoDD, il est nécessaire d'allumer thermiquement l'explosif étudié (ou à l'aide d'un piston à faible vitesse), c'est-à-dire d'apporter suffisamment d'énergie pour que l'explosif secondaire (peu sensible) réagisse tout en évitant la formation d'un choc qui proviendrait d'un dépôt d'énergie trop important. Plusieurs moyens ont été mis en œuvre pour y parvenir :

- une résistance chauffante (allumage conducteur), méthode largement utilisée comme par exemple par Benson et Baer [58]. Cette étude menée en 1983 met en place une expérience visant à mesurer l'évolution de la vitesse de combustion d'une petite charge de HMX, et plus particulièrement la vitesse de combustion des grains. Dans leur dispositif, la charge est comprimée dans un confinement épais en métal. L'explosif est allumé par une feuille métallique chauffée et l'évolution de la pression dans le confinement est obtenue en mesurant le déplacement d'un piston situé à l'extrémité opposée de la charge par rapport à la feuille métallique ;
- une composition pyrotechnique générant beaucoup de chaleur (allumage conducteur/convectif) comme la composition thermite, utilisée par exemple par Sandusky [59] ;
- une faible sollicitation mécanique, notamment à l'aide d'un piston lancé à faible vitesse comme cité plus tôt dans les travaux de Campbell [38] ;
- et un allumage par source LASER.

Cette dernière méthode d'allumage possède de nombreux avantages comme celui de rendre impossible les départs intempestifs dus à l'interaction de l'environnement avec le

système d'allumage ce qui augmente considérablement la sécurité lors de la manipulation des dispositifs [60]. Ce type d'allumage permet également de contrôler précisément l'instant d'allumage de l'explosif et l'énergie déposée. Celle-ci est déposée directement au contact de l'explosif, par exemple au moyen d'une interface optique ou d'une fibre optique. Il convient de veiller à éliminer le moindre espace libre entre la fibre optique et l'explosif, qui disperserait l'énergie et rendrait plus difficile l'allumage de l'explosif.

Caméra à fente

Lorsque les expérimentations ont été re-popularisées dans les années 1990, l'objectif était d'étudier et de tenter de contrôler le phénomène de TCoDD. Pour étudier les différents mécanismes de la TCoDD, et étant donné les distances de transition obtenues lors de certaines expériences de l'ordre de quelques centimètres, à commencer par Griffith et Grocock [23], il semble judicieux d'étudier des charges de plusieurs centimètres de long confinées dans des tubes, à la différence de Benson et Baer [58] qui n'ont mis en œuvre que des comprimés de faible épaisseur. Ainsi, à partir de 1995, [56] [61] [62] Luebcke en collaboration avec d'autres auteurs comme Gifford, Dickson et Field, présente des travaux dans lesquels ils utilisent un confinement permettant d'effectuer des observations à la caméra à fente dans la continuité des travaux de Griffiths et Grocock [23] et Korotkov [27]. Ce dispositif est présenté sur la Figure I.15.

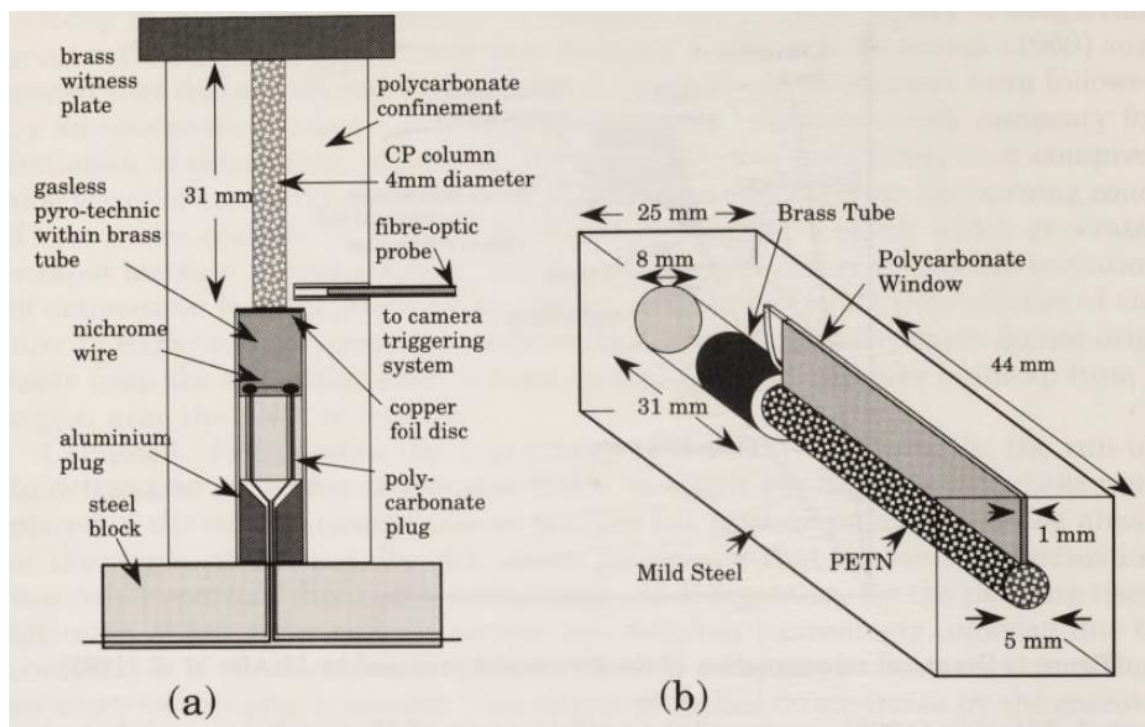


Figure I.15 - Confinement avec fenêtre d'observation utilisé par Luebcke et al. [61] [62]

Il consiste en un confinement en polycarbonate pour le CP (perchlorate de 2-(5-cyanotétrazolato) penta-amine-cobalt), un explosif secondaire inorganique chimiquement proche des explosifs primaires (a) ou en acier dans lequel est introduit une lame de polycarbonate de 1 mm sur toute la longueur de l'explosif pour le PETN (b). Cette lame de polycarbonate permet d'observer le passage de l'onde réactive lumineuse à l'aide d'une caméra à fente positionnée sur cette lame de polycarbonate. L'explosif est initié à l'aide d'une composition énergétique apportant une stimulation thermique. Ce type de dispositif, utilisé lors de tous les travaux de Luebcke *et al.* cités ci-dessus, a permis d'obtenir des résultats intéressants dont une illustration est donnée sur la Figure I.16. Ce résultat reste toujours aujourd'hui l'une des observations de TCoDD les plus précises jamais effectuées. On y voit l'accélération progressive de la déflagration due à l'influence successive des différents mécanismes décrits dans le Tableau I.3. On voit également très clairement un changement de pente dû à la transition entre la déflagration et la détonation. Ce cliché est si précis qu'on peut même distinguer une première phase de sur-détonation (plus rapide que CJ) avant l'établissement de la détonation stationnaire, comme décrit sur la Figure I.9. D'autres observations ont été effectuées avec du CP comprimé à différents taux de compression. Cela a permis à Luebcke d'obtenir une courbe décrivant l'évolution de la distance de transition en fonction du taux de compression de l'explosif.

Le même type de résultat a été obtenu pour les dispositifs mettant en œuvre de la pentrite (PETN) comprimée [61]. Plus récemment, de nouveaux tirs observés à la caméra à fente ont été effectués dans la continuité de ces travaux mais cette fois-ci sur des explosifs avec liant plastique à porosité très faible [63].

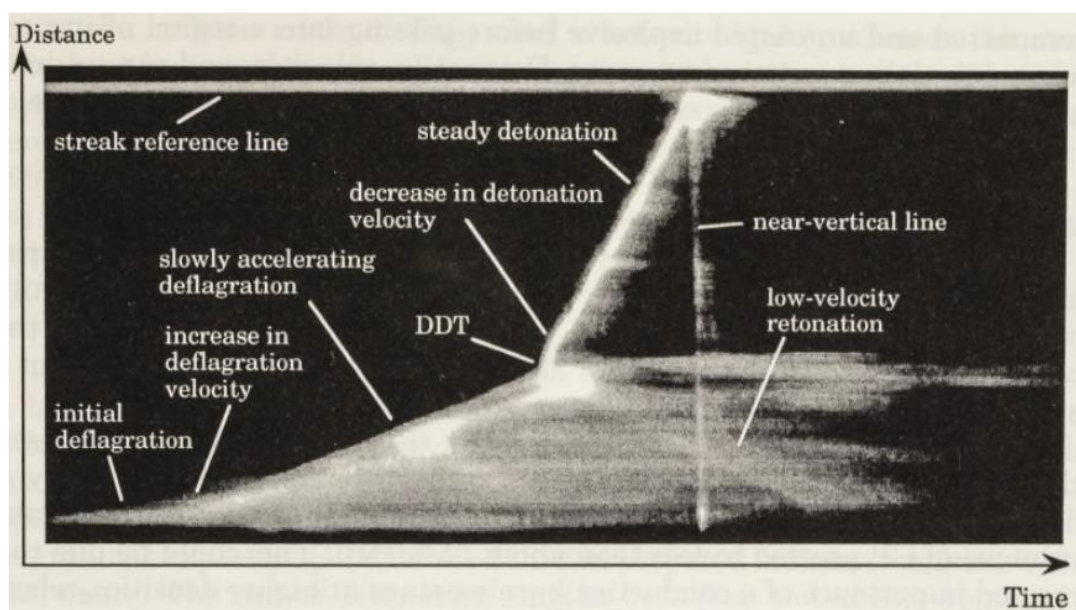


Figure I.16 - Résultat d'un tir de CP comprimé à 67% de la TMD, observé avec une caméra à fente par Luebcke *et al.* [56]

Méthodes de mesure intrusives

Les tirs, réalisés en 1988 et 1991, respectivement par Demissy et Michot [64] et Dickson *et al.* [65] ont utilisé une méthode d'observation plus intrusive. Des fibres optiques sont amenées au contact de l'explosif à intervalles réguliers *via* le perçage du confinement. Ainsi, lors du passage de l'onde réactive, les fibres optiques renvoient un signal lumineux permettant de mesurer la vitesse de propagation de celle-ci. Ces méthodes ont bien entendu également été utilisées lors d'études citées précédemment, comme par exemple celle décrite par Gipson et Macek en 1962 [20] avec des sondes ionisantes. Cette même méthode a été utilisée quelques années plus tard par Leuret [49] [66]. D'autres méthodes de mesure intrusives ont été largement utilisées, car simples, pour étudier la progression du front réactif. La mise en œuvre reste la même chaque fois, suivant le principe décrit sur la Figure I.17 tirée de Leuret [66].

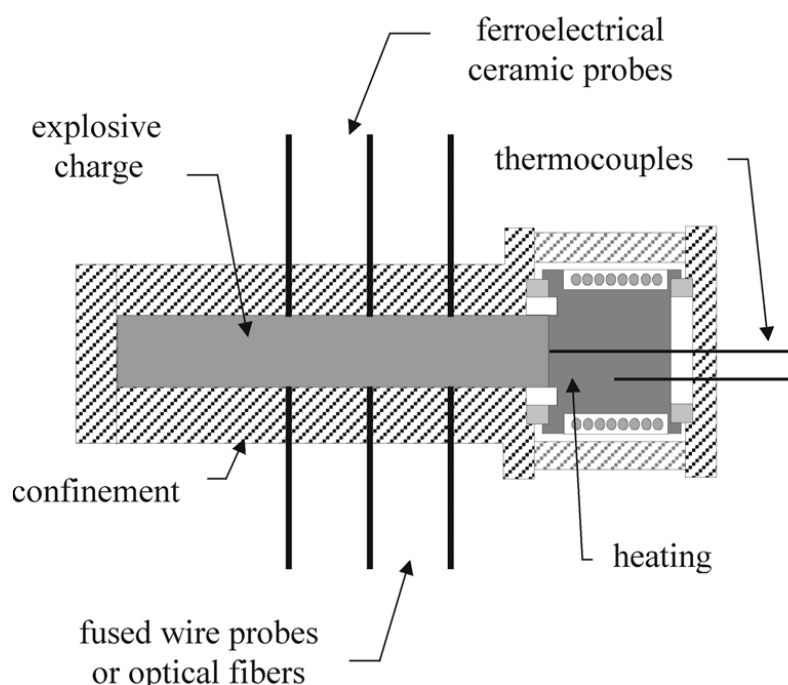


Figure I.17 - Dispositif général de mesure intrusif tiré de Leuret [66]

Plusieurs types de capteurs peuvent être utilisés de manière intrusive pour observer le passage de l'onde réactive. Ces types de capteurs et leur principe de fonctionnement sont listés ci-après de façon non exhaustive :

- fibres optiques : elles renvoient un signal lumineux lors du passage de l'onde réactive, principe également utilisé pour les fibres de Bragg [67] ;

- les sondes à fil fondu : circuit électrique fermé qui fond et qui s'ouvre au passage de l'onde réactive, cessant de conduire le courant ;
- sondes ferroélectriques : sondes piézoélectriques qui renvoient un signal sous l'effet de la pression générée par le passage de l'onde réactive ;
- sondes ionisantes : ces aiguilles sont en fait formées de deux fils non reliés. Au passage de l'onde réactive, les conditions extrêmes ionisent le milieu entre les deux fils, permettant ainsi une circulation électrique ;
- fibre optique axiale : une fibre optique perforée radialement peut également être placée axialement dans l'explosif. Le passage de l'onde réactive produira une variation de l'intensité lumineuse reçue au cours du temps ce qui permettra d'étudier la vitesse de propagation de l'onde.

Ces méthodes de mesures largement utilisées ne peuvent cependant pas l'être pour des dispositifs possédant un confinement fin. En effet, l'intrusion de sondes a pour défaut de fragiliser le confinement favorisant ainsi la rupture de celui-ci comme cela a été le cas pour les travaux de Qiao *et al.* [68] et comme illustré sur la Figure I.18.

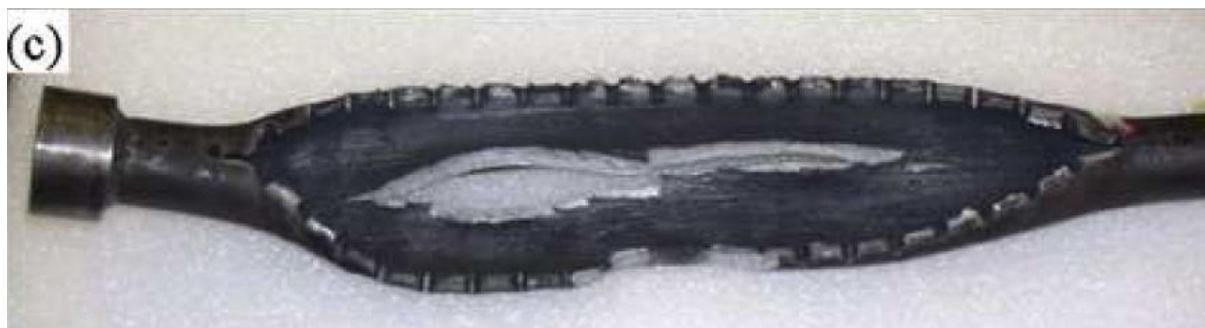


Figure I.18 - Rupture du confinement le long des intrusions de sondes [68]

Méthodes non-intrusives

Caméra rapide

Pour éviter les problèmes de fragilisation, il est possible d'observer le passage de l'onde réactive depuis l'extérieur du tube. La caméra à fente n'est pas considérée comme non intrusive puisqu'elle nécessite à minima la présence d'une fente transparente dans le confinement pour

permettre l'observation. D'autres tests ont mis en œuvre des tubes en plastique transparent (le plus souvent en polycarbonate qui est un matériau très répandu en balistique de par sa haute résilience) qui ont permis de suivre la progression de l'onde réactive grâce à une caméra rapide (Cook [69] ou encore Bodard [70]) ou aux rayons X comme Smilowitz [71], avec un confinement renforcé. D'autres études ont utilisé des caméras rapides afin d'étudier les transitions dans des tubes en métal, garantissant certes une meilleure tenue du confinement mais rendant l'observation plus difficile puisque ce n'est plus directement l'onde qui est observée mais la déformation du tube [72] [69].

Capteur de pression

Une solution très répandue est l'observation du passage de l'onde à l'aide de capteurs de pression. Ceux-ci sont capable de mesurer l'évolution de la pression en étant disposés à l'extérieur du confinement, comme illustré sur la Figure I.19 tirée des travaux de Sandusky *et al.* [59].

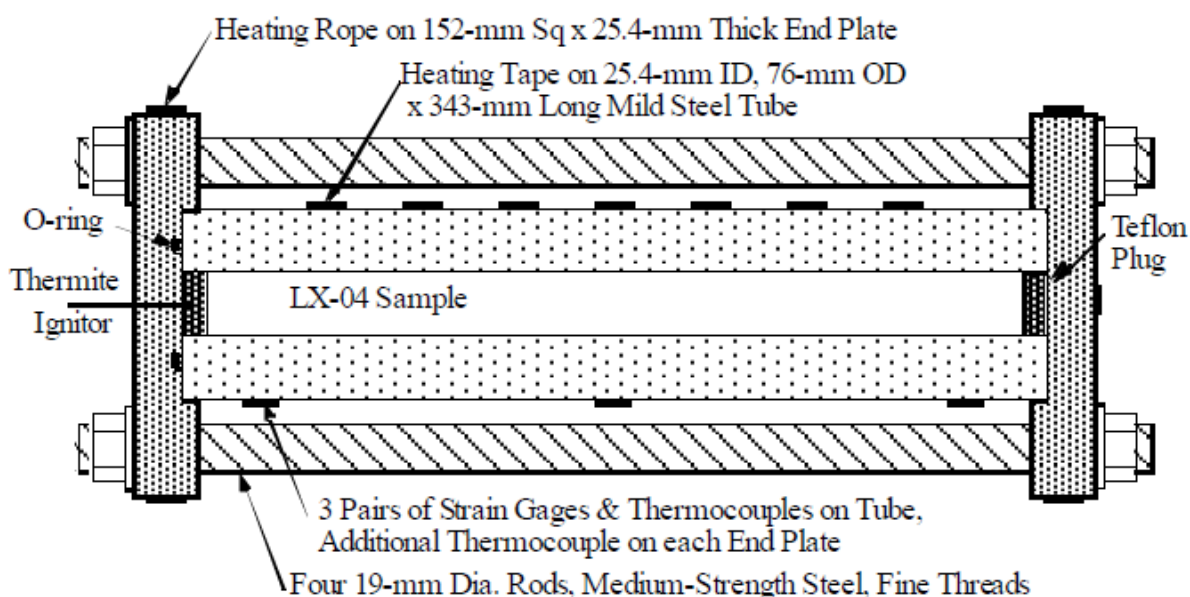


Figure I.19 - Exemple de dispositif mettant en œuvre des capteurs de pression, tiré de Sandusky *et al.* [59]

Les capteurs de pression ou jauges de contrainte ont été largement utilisés [73] [74] puisque c'est un moyen efficace de connaître l'évolution de la pression sans risquer l'endommagement total du confinement. Cependant, du fait de leur encombrement, on ne peut placer qu'un nombre limité de ces capteurs sur le confinement. On remarque pour l'expérience

citée la présence d'une bande chauffante enroulée autour du confinement sur la Figure I.19 servant à faire varier la température initiale de l'explosif dans le but d'étudier son influence sur la variation de la distance de TCoDD.

Autre

D'autres moyens de mesures non intrusifs et moins communs ont également été mis au point. La Vélocimétrie Hétérodyne par exemple, qui utilise l'effet Doppler pour mesurer la vitesse de déplacement d'une surface jusqu'à 20 km/s, a également été utilisée pour détecter la déformation du confinement au passage de l'onde réactive [75] [74]. Durant sa thèse, Nicoloso [76] a également utilisé la Vélocimétrie Hétérodyne afin de mesurer la vitesse de déplacement d'un disque propulsé par la déflagration d'un explosif placé à son contact.

Un moyen d'observation non-intrusif, utilisé par Poeuf [77], est la radio-interférométrie qui permet de mesurer la vitesse de déplacement d'un front de choc. Pour ce faire, une onde radio est envoyée dans le matériau étudié. Cette onde est réfléchiée par le choc, dû au changement brutal de masse volumique du matériau, avec un certain déphasage. La vitesse du choc est alors déterminée par interférométrie.

Une autre méthode utilisée par Nicoloso met en œuvre des sondes court-circuit pour détecter le passage de l'onde réactive lors de tests de déflagration. Cela consiste en la mise en place d'aiguilles le long du confinement métallique à intervalles réguliers, les aiguilles et le tube faisant parti d'un même circuit électrique mais étant séparés par un mince film isolant. Ainsi, lors du passage de l'onde réactive, le gonflement du tube oblige les aiguilles à transpercer le film isolant et ainsi à fermer le circuit, envoyant un signal attestant du passage de l'onde. Ce type de montage sur la Figure I.20 est extrait de la thèse de Nicoloso [76] et illustre le fonctionnement de cette méthode de mesure.

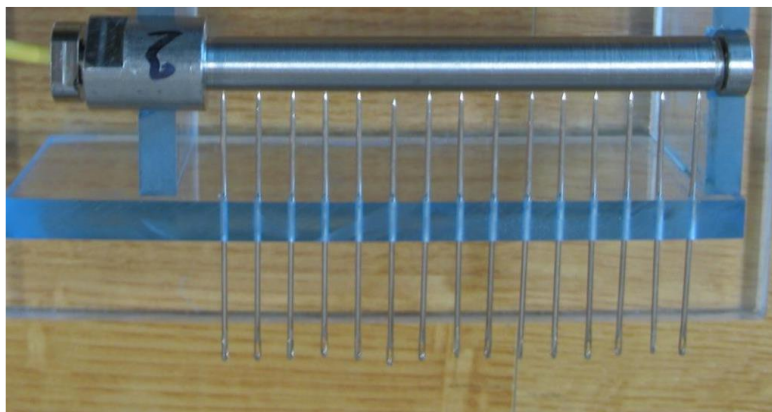


Figure I.20 - Mise en place des sondes court-circuit, tiré de Nicoloso [76]

Une dernière méthode qui mérite d'être mentionnée est celle utilisée par Hill, Morris et Jackson [78]. Dans leur étude, ils réalisent des tests de TCoDD en allumant thermiquement l'explosif comprimé dans un confinement dont les caractéristiques mécaniques sont parfaitement connues. Les tirs sont observés à l'aide d'une caméra rapide. En mesurant la déformation plastique du tube, et le cas échéant sa rupture, ils tentent d'obtenir un profil de pression le long du tube, comme illustré sur la Figure I.21 et représentant un schéma explicatif de cette technique de mesure.

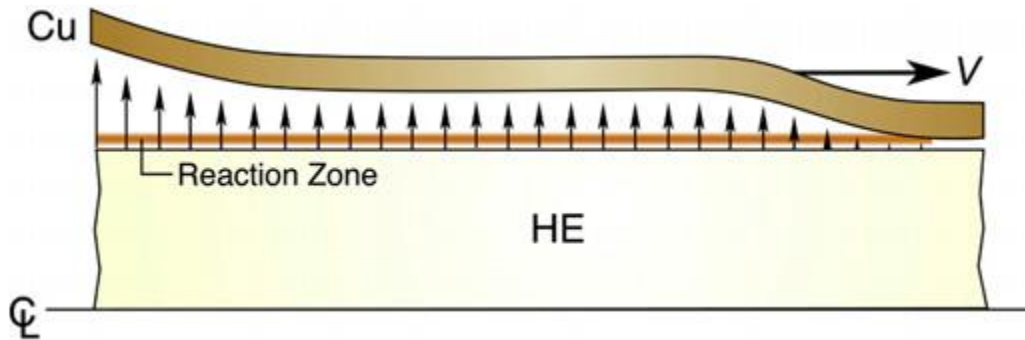


Figure I.21 - Schéma explicatif de la méthode de mesure de Hill et al. [78]

I.3. Etat de l'art sur les modélisations numériques

La modélisation numérique de la réponse d'un matériau énergétique suite à une sollicitation est un problème multi-échelles. La revue exhaustive de Handley *et al.* [79] identifie les différentes approches et ne sera pas reproduite ici. La première est l'approche mésoscopique à l'échelle du μm . Son objectif est de prédire les effets de la microstructure et des éventuels points chauds sur la dynamique des ondes de choc et de détonation. La deuxième s'appuie sur la dynamique moléculaire qui permettrait de renseigner les modèles à l'échelle macroscopique. Elle nécessite cependant des moyens de calcul considérables. La troisième approche la plus courante s'appuie sur une formulation où les milieux sont considérés comme continus, où les modèles réactifs plus ou moins phénoménologiques prenant en compte l'effondrement des pores (*pore collapse*), leur distribution, leur forme sont inclus dans la modélisation. Par la suite, nous ne présenterons que les modèles issus de celui de Baer et Nunziato [80], conçu pour la transition de la déflagration à la détonation.

Depuis les années 1970, des modèles ont été établis afin de mieux comprendre les différents phénomènes mis en jeu, et, dans un premier temps, principalement la combustion convective. C'est le cas par exemple du modèle développé par Kuo *et al.* [28] [29] [81] qui concerne l'évolution de la vitesse de combustion et de la pression dans un matériau réactif poreux et qui se base sur des résultats expérimentaux présentés dans ces mêmes publications. Comme la plupart des études de cette époque, cette modélisation est plus proche de la balistique intérieure que véritablement du phénomène de transition combustion-déflagration-détonation mais sert cependant de base de développement pour les modèles qui ont suivi. Ces travaux sur la combustion convective furent poursuivis par Krier [82] [83].

Puis des modèles successifs 1-D visant à prédire la TCoDD ont été élaborés. Les modèles de Baer-Nunziato (BN) [80], de Bdzil-Kapila-Stewart (BKS) [84], de Xu-Stewart Solid-Void-Gas (SVG) [85], Stewart-Prasad-Asay (SPA) [86], puis celui de Saurel *et al.* [87] seront présentés.

Modèle de Baer-Nunziato (BN)

En 1986, Baer et Nunziato [80] présentent un modèle qui servira de référence à l'ensemble des modèles par la suite. Ce modèle diphasique et monodimensionnel est basé sur la théorie des milieux continus appliquée à un mélange de solide poreux, le matériau énergétique, et de gaz représentant à la fois l'air dans le mélange non réagi et les produits de réaction gazeux. Dans ce modèle, les deux phases sont compressibles et la compressibilité de la phase solide, c'est-à-dire le changement de la masse volumique du mélange en fonction de

la pression qui lui est appliquée due à sa nature granulaire est introduite. Les 8 équations de base définissant ce modèle sont présentées ci-dessous :

$$\frac{\partial \alpha_s \rho_s}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x} (\alpha_s \rho_s u_s) = \dot{m} \quad (1)$$

$$\frac{\partial \alpha_g \rho_g}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x} (\alpha_g \rho_g u_g) = -\dot{m} \quad (2)$$

$$\alpha_s \rho_s \left[\frac{\partial u_s}{\partial t} + u_s \frac{\partial u_s}{\partial x} \right] = -\alpha_s \frac{\partial p_s}{\partial x} + (p_g - p_s) \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} - \left(c_D + \frac{1}{2} \dot{m} \right) (u_s - u_g) \quad (3)$$

$$\alpha_g \rho_g \left[\frac{\partial u_g}{\partial t} + u_g \frac{\partial u_g}{\partial x} \right] = -\alpha_g \frac{\partial p_g}{\partial x} - \left(c_D - \frac{1}{2} \dot{m} \right) (u_g - u_s) \quad (4)$$

$$\begin{aligned} \alpha_s \rho_s \left[\frac{\partial e_s}{\partial t} + u_s \frac{\partial e_s}{\partial x} \right] \\ = -\alpha_s p_s \frac{\partial u_s}{\partial x} + \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_s \frac{\partial T_s}{\partial x} \right) + h(T_g - T_s) - (p_s - \beta_s) \left(\frac{d_s \alpha_s}{dt} - \frac{\dot{m}}{\rho_s} \right) \end{aligned} \quad (5)$$

$$\begin{aligned} \alpha_g \rho_g \left[\frac{\partial e_g}{\partial t} + u_g \frac{\partial e_g}{\partial x} \right] \\ = -\alpha_g p_g \frac{\partial u_g}{\partial x} + \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_g \frac{\partial T_g}{\partial x} \right) - h(T_g - T_s) \\ - \left[p_g \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} - c_D (u_s - u_g) \right] (u_s - u_g) + (p_s - \beta_s) \left(\frac{d_s \alpha_s}{dt} - \frac{\dot{m}}{\rho_s} \right) \\ + \dot{m} (e_g - e_s) \end{aligned} \quad (6)$$

$$\frac{\partial \alpha_s}{\partial t} + u_s \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} = \frac{\alpha_s \alpha_g}{\mu} [p_s - (p_g + \beta_s)] + \frac{\dot{m}}{\rho_s} \quad (7)$$

$$\alpha_g = 1 - \alpha_s \quad (8)$$

tel que

- s ou g les indices désignant la phase solide ou la phase gazeuse ;
- α_i la fraction volumique de la phase i ;
- ρ_i la masse volumique de la phase i avec la masse volumique du mélange $\rho \equiv \sum \alpha_i \rho_i$;
- u_i la vitesse de la phase i ;
- \dot{m} le débit masse du solide, résultant de sa décomposition ;
- p_i la pression thermodynamique de la phase i ;
- c_D le coefficient de traînée ;

- e_i l'énergie de la phase i ;
- λ_i la conductivité thermique de la phase i ;
- T_i la température de la phase i ;
- h le coefficient de transfert thermique ;
- β_i la pression intergranulaire ;
- μ le coefficient de relaxation des pressions ;
- $\frac{d_i(\cdot)}{dt}$ la dérivée particulaire de la phase i telle que $\frac{d_i(\cdot)}{dt} = \frac{\partial(\cdot)}{\partial t} + u_i \frac{\partial(\cdot)}{\partial x}$.

Ces équations définissent le bilan de masse de la phase solide (1) et gazeuse (2), le bilan de quantité de mouvement de la phase solide (3) et gazeuse (4), le bilan énergétique de la phase solide (5) et de la phase gazeuse (6) et le transport de la fraction volumique de la phase solide (7) et gazeuse (8). Ces équations sont issues de l'application des équations d'Euler à chaque phase à l'aide des fractions volumiques ainsi que de l'application d'une inégalité de l'entropie et sont basées notamment sur les travaux de Drew et Segel portant sur les écoulements biphasiques [88].

Des tentatives ont été faites précédemment d'établir un modèle de la TCoDD comme par exemple avec les modèles proposés par Butler *et al.* [89] ou celui proposé par Beckstead *et al.* [90]. Bien que ces modèles n'aient pas abouti à cause de problèmes d'hyperbolicité, ils ont servi de base pour le développement du modèle de Baer et Nunziato qui ont réglé le problème d'hyperbolicité en introduisant un déséquilibre des pressions entre les phases. Une nouvelle notion introduite par ce modèle est celle de pression intergranulaire, notée β_s . Cette notion permet de prendre en compte l'énergie apportée par les contacts entre les grains lors de la compaction. Cette notion sera développée par les travaux de Gonthier, Rao *et al.* [91] [92] [93].

La Figure I.22, tirée de Baer et Nunziato [80] illustre l'un des résultats issus de ce modèle comparés aux expériences menées par Price et Bernecker [94], qui portaient sur l'effet de l'ajout de cire à l'explosif poreux (en l'occurrence du HMX) sur le phénomène de TCoDD. Ces simulations sont effectuées en considérant une fraction volumique de 70% de phase solide constituée de grains de HMX ayant une taille de grain moyenne de 100 μm . Cette figure montre la progression du front réactif en fonction du temps, qui est comparée avec la progression du front réactif observée par Price et Bernecker à l'aide de sonde ionisantes. On peut voir que les deux résultats sont très proches ce qui valide le modèle mis en place, au moins pour ce cas de figure.

Baer et Nunziato ont ensuite réalisé des simulations en faisant varier différents paramètres, dont la fraction volumique initiale de solide, ce qui leur a permis d'établir la Figure I.23. Cette figure montre l'évolution de la distance de prédétonation en fonction de la fraction volumique initiale de la phase solide, pour du HMX ayant une taille de grain initiale moyenne de 200 μm . On remarque que cette courbe est similaire à celle présentée par Griffiths et

Grocock [23] sur la Figure I.4. Il est cependant à noter que les résultats ne sont pas les mêmes pour les fractions volumiques proches de 1. En effet, dans les résultats de la Figure I.23, la distance de prédétonation n'est pas aussi haute dans les configurations fortement comprimées qu'elle ne devrait l'être (voir Figure I.4 et Figure I.12). Il est donc possible de dire qu'a priori, le modèle de Baer et Nunziato reproduit efficacement le comportement de l'explosif poreux pour des taux de compression relativement faibles qui restent dans le domaine de la TCoDD de type I (voir Tableau I.3).

Dans les années qui ont suivi, ce modèle a subi des modifications par ses auteurs, portant principalement sur l'évolution du terme de variation de débit masse \dot{m} .

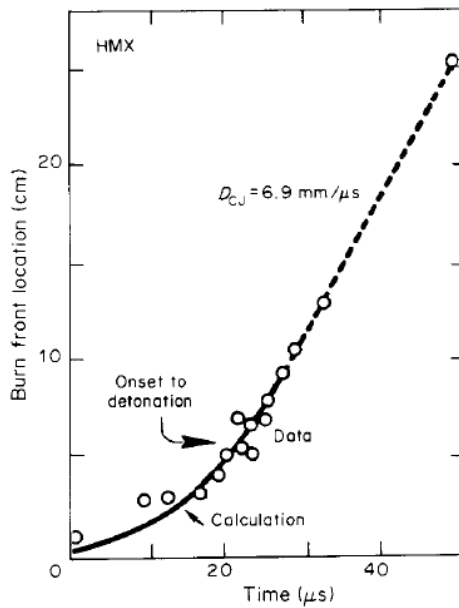


Figure I.22 - Comparaison des résultats du modèle de Baer et Nunziato [80] avec des données issues des expériences de Price et Bernecker [94]

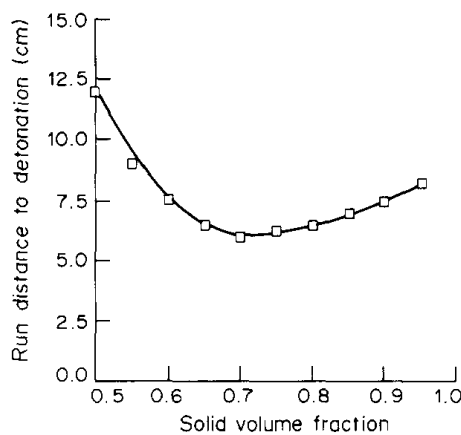


Figure I.23 - Variation de la distance de TCoDD en fonction de la fraction volumique initiale de solide selon le modèle de Baer et Nunziato [80]

Finalement, le modèle obtenu est assez complexe mais très complet et servira de référence pour la plus grande partie des modèles multiphasiques développés par la suite, comme ceux développés par Bdzil *et al.* [95], ou encore plus récemment par Saurel *et al.* [96] [97] [87].

Modèle de Bdzil-Kapila-Stewart (BKS)

Le modèle Bdzil-Kapila-Stewart est une simplification du modèle de Baer et Nunziato. En effet, la complexité du modèle BN et son nombre d'équations de base est réduite en considérant que le coefficient de traînée entre les deux phases tend vers l'infini, ce qui implique une relaxation des vitesses infinie entre les deux phases et donc une différence de vitesse entre la phase solide et la phase gazeuse proche de zéro. Une faible différence entre les vitesses des deux phases leur permet de mettre en place un système d'équations ne contenant qu'une seule équation de bilan de quantité de mouvement pour les deux phases simplifiant ainsi grandement le modèle. Leur démarche est expliquée dans un rapport comparant les modèles de Baer et Nunziato, de Bdzil-Kapila-Stewart et de Stewart-Prasad-Asay [84]. Les auteurs précisent qu'un terme non-conservatif reste présent et qui ne peut donc pas être parfaitement résolu au travers d'un choc. Cette erreur est cependant négligeable tant que le choc traversé est faible. La Figure I.24 permet de comparer deux simulations : une issue du modèle de Baer et Nunziato et une issue du modèle BKS (September faisant référence à la personne ayant codé ce modèle).

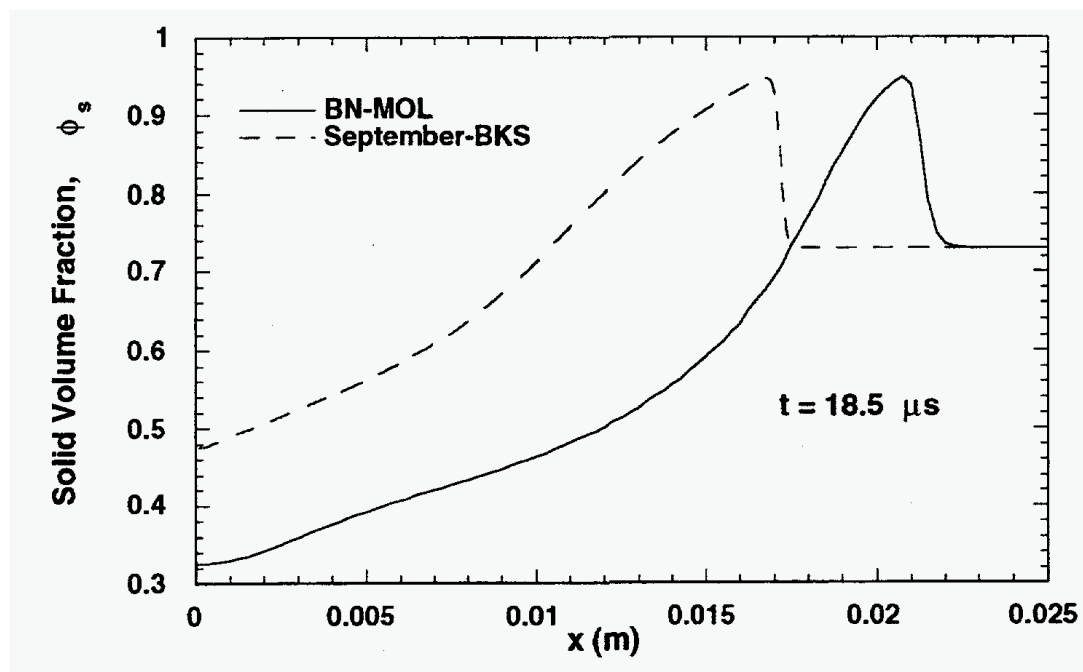


Figure I.24 - Comparaison de la fraction volumique solide calculée avec les modèles BN et BKS, issue du rapport de Bdzil et Son [84]

Cette figure présente plus particulièrement le profil de fraction volumique solide. Les deux profils sont issus de simulations ayant des données d'entrée similaires et à l'instant $t = 18.5 \mu\text{s}$. Les deux simulations considèrent un même matériau réactif solide dont la fraction volumique initiale est de 0.73 impacté par un piston ayant une vitesse de 100 m/s en $x = 0$. En lisant la Figure I.24 de la droite vers la gauche, on constate la propagation d'un choc provoquant l'augmentation de la fraction volumique solide avant que celle-ci ne s'effondre à cause de la perte de masse solide due à la réaction du matériau énergétique.

Sur la Figure I.24, on observe un décalage important entre le profil de la fraction volumique solide donné par le modèle de Baer et Nunziato et celui donné par le modèle Bdzil-Kapila-Stewart. Les deux modèles ayant donné des résultats identiques pour des simulations de chocs en milieux monophasiques, cette grande différence vient vraisemblablement du fait que le modèle BKS néglige la différence des vitesses entre les deux phases.

Afin de déterminer laquelle des deux modélisations est dans l'erreur, les auteurs avec l'aide de Kapila ont mis en place un cas simple dont ils ont obtenu les résultats analytiquement, résultats qu'ils ont ensuite comparé avec les résultats des modèles BKS et BN [98]. Il est apparu que le modèle BKS était en fait plus proche du résultat que le BN. Ils indiquent alors que cela pourrait également provenir de la discrétisation numérique, liée à la raideur des différents termes de BN.

Enfin, afin de pallier au problème causé par la modélisation des chocs forts, les auteurs ont implémenté une équation supplémentaire prenant en considération une différence de vitesse entre les deux phases, mais en ne faisant intervenir cette équation seulement lorsque le terme non conservatif pose problème, à savoir pendant les phases de choc fort et de transfert.

Modèle Solid-Void-Gas (SVG)

Une évolution de ce modèle est le modèle dit SVG pour *Solid-Void-Gas*. Le modèle SVG, développé par S. Xu et D. S. Stewart [85], part du même principe que le BKS (monodimensionnel, multiphasique, une même vitesse pour les deux phases) mais considère une troisième phase constituée seulement de vide représentant les inclusions de la phase solide (i.e. les défauts se trouvant à l'intérieur des cristaux d'explosif) comme schématisé sur la Figure I.25. Cette troisième phase permet de prendre en compte les défauts des matériaux énergétiques réels. Ce modèle a donné de bons résultats lorsqu'il a été confronté aux résultats expérimentaux comme illustré par la Figure I.26 comparant les modèles BKS, SVG et GISPA (modèle dont nous discutons ci-après) avec des résultats expérimentaux. On observe de meilleurs résultats avec les modèles SVG et GISPA par rapport aux résultats expérimentaux.

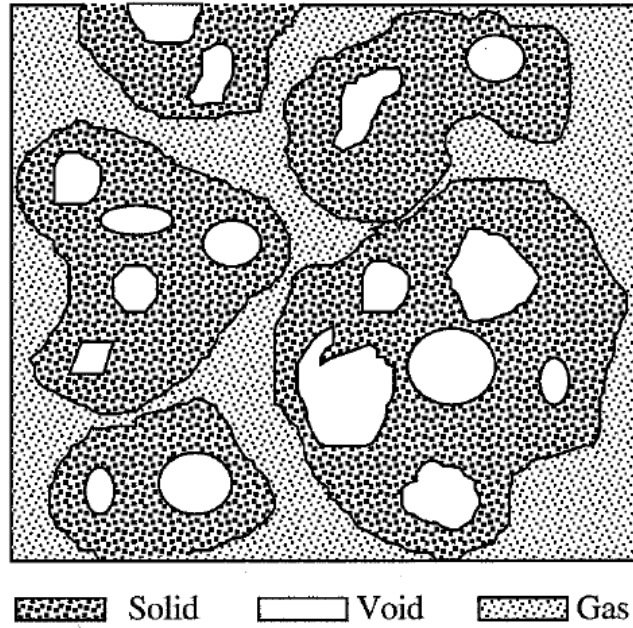


Figure I.25 - Schéma des différentes phases du modèle SVG, tiré de Xu et al. [85]

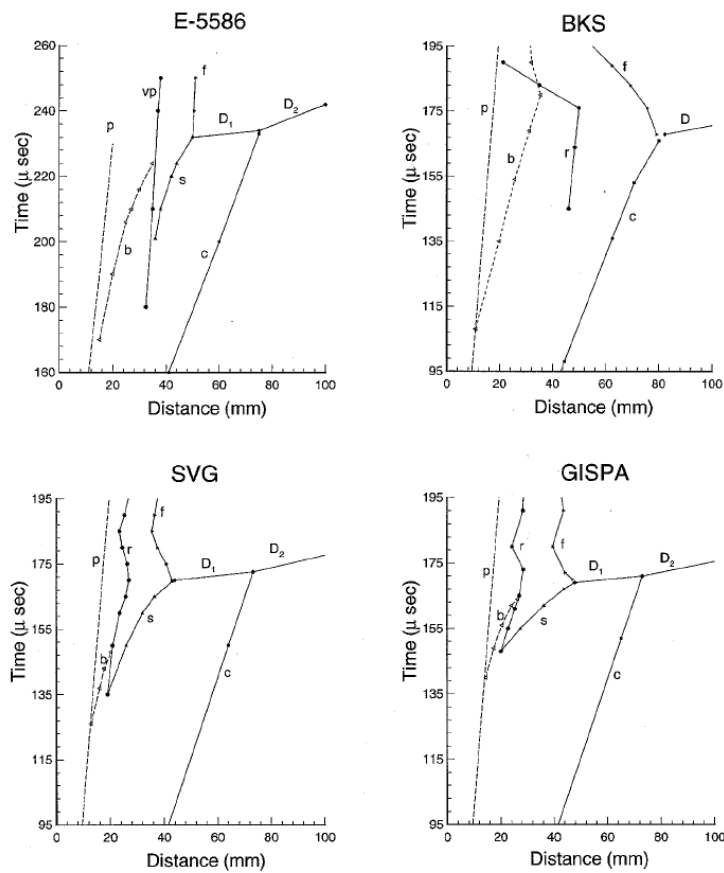


Figure I.26 - Comparatif des différents modèles étudiés dans Xu et al. [85]

Modèle Stewart-Prasad-Asay SPA

Un autre modèle qui a été développé afin de modéliser la TCoDD est celui de Stewart-Prasad-Asay [86]. Ce modèle, beaucoup plus simple, n'a pas été développé en suivant la même démarche que les précédents. En effet, au contraire du modèle de Baer et Nunziato qui est un modèle complexe que l'on recale en utilisant une grande quantité de données expérimentales, le modèle SPA se construit en reproduisant les résultats d'une seule expérience de la façon la plus simple possible, puis en essayant d'y faire correspondre une deuxième expérience et ainsi de suite, le modèle se complexifiant avec chaque itération mais restant le plus simple possible. Les expériences en question sont, comme pour beaucoup de travaux de modélisation, issues des travaux de McAfee [40] [41] qui ont été présentés dans la partie I.2 mettant en œuvre du HMX poreux amorcé par l'impact à faible vitesse d'un piston. Ce modèle est constitué des équations de bilan de masse, de quantité de mouvement et d'énergie pour une seule phase, ainsi que de deux équations décrivant l'évolution de la compaction de solide et l'évolution de la réaction. Un résultat issu de ce modèle est présenté sur la Figure I.27.

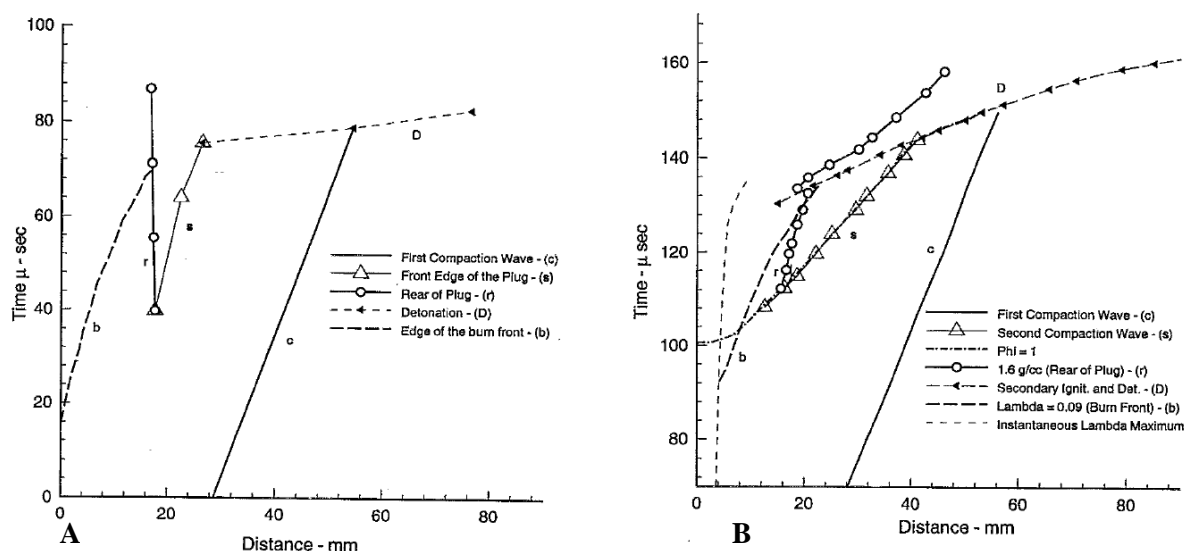


Figure I.27 - Comparaison de diagrammes $x-t$ des résultats de McAfee (A) et des résultats du modèle SPA (B)

La Figure I.27-A représente un diagramme $x - t$ présentant les résultats issus de l'une des expériences de McAfee tandis que la Figure I.27-B représente les résultats issus d'un calcul utilisant le modèle SPA. Ces deux résultats sont très proches. En effet, le modèle a été construit sur ces résultats expérimentaux. En effet, on retrouve sur les deux figures des fronts de compaction et de détonation, ainsi que des abscisses auxquelles se produisent les différents phénomènes relativement similaires. Les différentes étapes représentées reproduisent bien les différentes étapes établies par les études précédentes et illustrées sur la Figure I.8 : présence

d'un front de compaction, d'un bouchon, front de déflagration, transition en détonation. On peut remarquer cependant que, contrairement au modèle plus complexe de Baer et Nunziato, l'étape de combustion convective n'est pas représentée par le modèle SPA.

Ce modèle a ensuite évolué en modèle dit GISPA (Gas-Interpolated Solid Stewart-Asay-Prasad) qui possède globalement la même structure que le modèle SPA mais qui, contrairement à celui-ci, possède une équation d'état non idéale.

Modèle de Saurel et al. [96] [97] [87]

A la suite de ces travaux, de nombreux travaux de modélisation ont été effectués dans le domaine de la propagation des ondes de détonation dans un matériau énergétique poreux [99]. Bdzil *et al.* [95] et Kapila *et al.* [100] indiquent que le modèle de Baer et Nunziato contient tous les ingrédients nécessaires pour traiter de la déflagration à la détonation. En effet, le travail de compaction issu de la compaction du lit de grains, localisé aux interfaces des pores est un mécanisme suffisant pour initier les mécanismes réactionnels. Saurel *et al.* [87] élaborent un modèle de sous-maille dans le formalisme multiphasique où le travail de compaction est une source de chaleur localisée aux interfaces des pores, qui est dissipée au sein du matériau solide. Au-delà d'une température d'interface d'auto-inflammation qui résulte de ce bilan énergétique local, le mécanisme de décomposition chimique du matériau est enclenché. Ce modèle de sous-maille de collapse de pores, plus simple dans sa mise en œuvre que celui proposé par Massoni *et al.* [101] dans le contexte des équations d'Euler réactives, lui permet de traiter la transition choc-détonation dans du PBX9501 (HMX à très faible porosité, avec du liant). Trois ingrédients sont également nécessaires : le suivi des pôles de l'Hugoniot, la prise en compte de la fracturation des grains en fonction de la pression, un paramètre semi-empirique qui traduit la fluidisation du milieu permettant de transiter d'une combustion par pores à une combustion par grains.

La compaction de poudre est prise en compte dans [96] par l'énergie de configuration issue de la pression intergranulaire, déjà discuté pour le modèle de Baer et Nunziato. Cette pression intergranulaire est définie pour la phase i comme :

$$\beta_i = \alpha_i \rho_i \frac{dB_i}{d\alpha_i}$$

avec B_i l'énergie de configuration de la phase i . En se basant sur des travaux antécédents comme ceux de Jogi [91] portant sur la compaction de poudre, il est possible d'obtenir ces termes à partir de données expérimentales propre à la poudre étudiée : la courbe de compression, représentant la variation de fraction volumique de poudre en fonction de la pression qui lui est appliquée. On a alors l'énergie de configuration :

$$B(\alpha) = a[(1 - \alpha) \log(1 - \alpha) + (1 + \log(1 - \alpha_0))(\alpha - \alpha_0) - (1 - \alpha_0) \log(1 - \alpha_0)]^n$$

avec : α_0 la fraction volumique de la poudre lorsqu'aucune contrainte ne lui est appliquée, a et n deux paramètres propres à la poudre utilisée. Ils sont obtenus en ajustant les courbes de compression obtenues expérimentalement avec la courbe de compression théorique $\beta(\alpha)$ issue de cette expression. Il est à noter que cette expression n'est valide que pour $\alpha_0 < \alpha < 1$ puisque le cas $\alpha < \alpha_0$ signifie que la fraction volumique considérée est inférieure à la fraction volumique de la poudre au repos, ce qui revient à dire que les grains ne se touchent pas, il ne peut donc pas y avoir de contrainte intergranulaire. Il est également à considérer que dans le cas où la deuxième phase serait une phase gazeuse, on aurait bien entendu $\beta_g = 0$. La Figure I.28 est tirée des travaux de Saurel [96] et représente un exemple de courbe de compression théorique (en vert) comparée avec une courbe de compression expérimentale (en rouge) issue des données de Jogi sur le HMX [91].

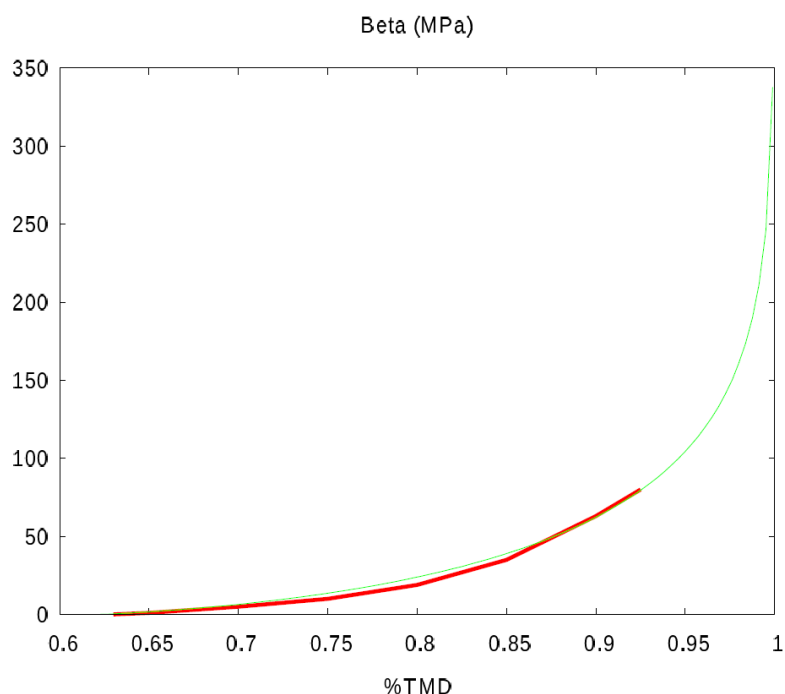


Figure I.28 - Courbe de compression (en vert) comparée avec une courbe de compression expérimentale (en rouge)

Cette figure représente donc la pression intergranulaire β en fonction de la fraction volumique solide, donnée ici en % de la TMD (pour *Theoretical Maximum Density*). La courbe théorique a été approchée de la courbe expérimentale en utilisant les paramètres $\alpha_0 = 0.63$, $a = 3 \times 10^4$ Pa et $n = 1.1$. La courbe ainsi obtenue permet au modèle d'extrapoler les données expérimentales pour $\alpha_0 < \alpha < 1$.

Le modèle en question est basé sur les équations de bilan données par Saurel [97] [87] de la façon suivante :

Pour la phase solide, elles sont :

$$\frac{\partial \alpha_s}{\partial t} + u_I \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} = \mu(\pi_s - \pi_g) + \frac{\dot{m}}{\rho_I} \quad (9)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho)_s}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho u)_s}{\partial x} = \dot{m} \quad (10)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho u)_s}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho u^2 + \alpha p)_s}{\partial x} = \pi_I \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} + F_D + \dot{m}u'_I \quad (11)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho E)_s}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha(\rho E + p)u)_s}{\partial x} = \pi_I u_I \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} + F_D u'_I - \mu\pi'_I(\pi_s - \pi_g) + \dot{m}E_I \quad (12)$$

$$\frac{\partial n_s}{\partial t} + \frac{\partial(nu)_s}{\partial x} = (\alpha\rho)_s \dot{n}_s \quad (13)$$

Pour la phase gazeuse, elles sont :

$$\frac{\partial(\alpha\rho)_g}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho u)_g}{\partial x} = -\dot{m} \quad (14)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho u)_g}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho u^2 + \alpha p)_g}{\partial x} = \pi_I \frac{\partial \alpha_g}{\partial x} - F_D - \dot{m}u'_I \quad (15)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho E)_g}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha(\rho E + p)u)_g}{\partial x} = \pi_I u_I \frac{\partial \alpha_g}{\partial x} - F_D u'_I + \mu\pi'_I(\pi_s - \pi_g) - \dot{m}E_I \quad (16)$$

$$\frac{\partial n_g}{\partial t} + \frac{\partial(nu)_g}{\partial x} = \dot{n}_g \quad (17)$$

On retrouve, à l'instar du modèle BN, les équations de bilan de la masse des deux phases (10) et (14), de leur quantité de mouvement (11) et (15), de leur énergie (12) et (16), le transport de la fraction volumique solide (9), mais également les équations (13) et (17) qui sont les équations de conservation du nombre de grains solides n_s et gazeux n_g .

Saurel *et al.* introduisent les paramètres d'interface des deux phases

$$u_I = u'_I + sgn\left(\frac{\partial \alpha_s}{\partial x}\right) \frac{\pi_g - \pi_s}{Z_s + Z_g} \quad \text{et} \quad u'_I = \frac{Z_s u_s + Z_g u_g}{Z_s + Z_g}$$

$$\pi_I = \pi'_I + sgn\left(\frac{\partial \alpha_s}{\partial x}\right) \frac{Z_s Z_g}{Z_s + Z_g} (u_g - u_s) \quad \text{et} \quad \pi'_I = \frac{Z_s \pi_s + Z_g \pi_g}{Z_s + Z_g}$$

avec Z_i l'impédance acoustique de la phase i et $\pi_i = p_i - \beta_i$.

D'autres paramètres comme l'énergie, la masse volumique ou encore la température sont définies à l'interface. Saurel s'est orienté vers la modélisation de PBX. A partir de son

modèle de sous-maille et d'un terme de fragmentation dynamique de grains, il restitue la profondeur de transition à la détonation, comme sur la Figure I.29.

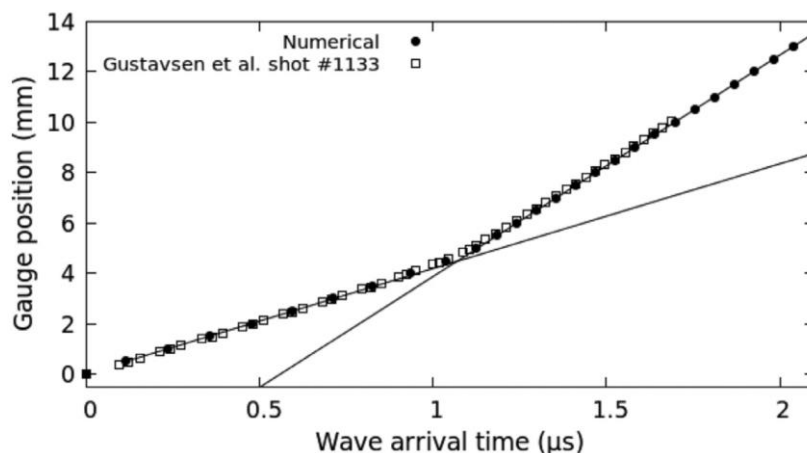


Figure I.29 - Exemple de résultat donné par le modèle de Saurel comparé avec des données expérimentales, tiré de Saurel et al. [87]

Cette figure représente la superposition sur un digramme $x - t$ du résultat d'un tir de Gustavsen [102] mettant en œuvre du PBX-9501 choqué). Les résultats numériques sont en excellent accord avec les résultats expérimentaux.

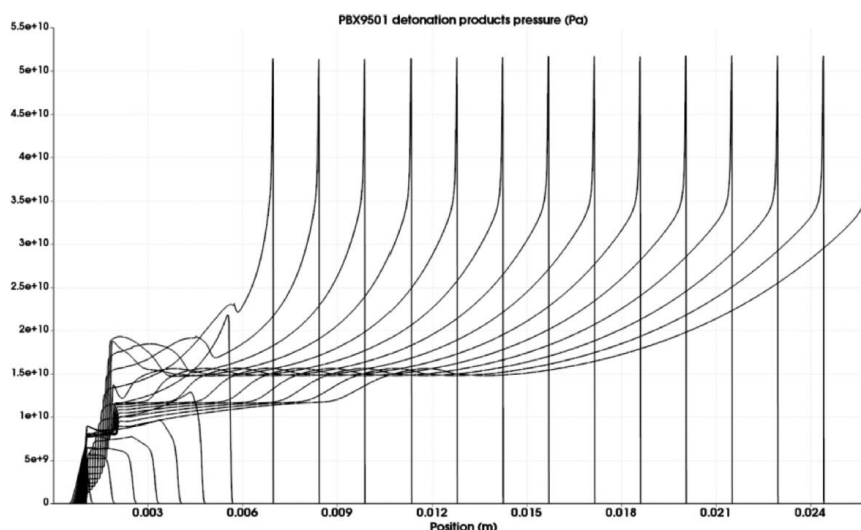


Figure I.30 - Evolution de la pression de gaz lors de la transition d'un PBX9501 donné par le modèle de Saurel et al [87]

La Figure I.30 représente l'évolution du front de pression de la phase gazeuse lors de la réaction de PBX9501. La transition est observable non seulement par l'augmentation brutale

de pression à une abscisse d'environ 5 mm. On peut également constater l'accélération du front de réaction, jusqu'à une zone où la vitesse est constante et où les pics de pression sont relativement constants à environ 55 GPa, matérialisant la détonation stationnaire.

Conclusion

Ce chapitre regroupe les différentes connaissances de la bibliographie dans différents domaines liés au phénomène de Transition Combustion-Déflagration-Détonation (TCoDD). Ainsi, dans un premier temps nous avons présenté les caractéristiques du matériau énergétique choisi pour ce projet de thèse : l'octogène. Ce matériau s'avère être un explosif secondaire cristallisé puissant, issu de la synthèse de l'hexogène.

Dans un second temps, une revue des différentes études menées dans ce domaine a permis d'identifier les différents mécanismes intervenant dans la TCoDD. Sont ainsi à distinguer deux types de TCoDD faisant intervenir deux séries de mécanismes complètement différentes. Le type de TCoDD ayant lieu dépend de la masse volumique initiale du milieu, cette masse volumique étant exprimée comme le taux de compression initial. Il représente le rapport entre la masse volumique du milieu et la masse volumique théorique maximale (TMD en anglais) qui représenterait dans notre cas la masse volumique d'un monocristal parfait d'octogène. Le type de TCoDD nous intéressant est le premier type, c'est-à-dire celui intervenant dans les milieux à haut taux de compression (entre 65% et 90% de la TMD). Cette partie de l'étude bibliographique nous a permis d'identifier les différents mécanismes. Chacun de ces mécanismes correspond à des ordres de grandeur différents de la vitesse du front réactif dans le milieu. On a tout d'abord la combustion conductive qui résulte du transfert de chaleur dans le solide de proche en proche par la conduction thermique. On a ensuite la combustion convective résultant du préchauffage du milieu en amont du front réactif par les produits de réaction s'infiltrant dans les porosités du solide par le gradient de pression. Vient ensuite la combustion compressive qui consiste dans un premier temps par l'effondrement des pores du solide sous l'effet des ondes de pression issues de la réaction. Les points chauds qui en résultent vont ensuite accélérer le front. La coalescence de ces ondes de pression provoque alors une forte compression du milieu qui atteint un taux de compression proche de la TMD. Ce milieu très dense permet la génération d'un choc fort qui déclenche alors en aval la détonation du matériau énergétique.

Les différentes études nous ont également permis d'identifier les différents paramètres influençant la TCoDD, c'est-à-dire son occurrence et le cas échéant sa rapidité d'occurrence. Ainsi, outre le confinement et la température initiale, la microstructure de l'explosif choisi, qui a été peu étudiée dans la littérature, joue un rôle primordial. Dans notre cas qui est la mise en œuvre d'un explosif pur, poreux comprimé, le taux de compression initial est déterminant. La granulométrie et les paramètres qui y sont liés tels que la surface spécifique ou la taille des pores jouent évidemment aussi un très grand rôle. L'objectif de ce projet de thèse est d'ailleurs d'étudier l'influence de la microstructure en fixant les autres paramètres pour observer son influence sur le comportement de l'explosif.

Les différents moyens expérimentaux utilisés pour observer les différentes étapes de la TCoDD sont également présentés. En effet, il s'agit d'un phénomène extrêmement rapide et violent (pour rappel, la vitesse de détonation de l'octogène à la TMD est de 9100 m/s). Ces observations peuvent être faites au moyen de différentes caméras rapides ou bien à l'aide de sondes mesurant différents paramètres de façon intrusive ou non. Ces différentes techniques sont présentées ainsi que leurs avantages et inconvénients.

La troisième partie de ce chapitre est consacrée à la présentation de différents modèles développés afin de reproduire le comportement d'un milieu énergétique soumis à une sollicitation thermique ou mécanique. Bien que des modèles monophasiques soient présentés, l'accent est mis sur les différents modèles multiphasiques développés, et plus particulièrement sur le modèle de Baer et Nunziato ainsi que son adaptation par d'autres auteurs comme Bdzil, ou plus récemment Saurel, duquel sera inspiré le modèle présenté dans ce mémoire.

II. Etude Expérimentale

Introduction	64
II.1. Présentation de l'explosif pulvérulent	64
II.2. Caractérisation de l'explosif comprimé	69
II.2.a. Dispositif de compression	69
II.2.b. Vérification de la présence éventuelle d'un gradient de densité initial	72
II.2.c. Courbes de Compression.....	74
II.2.d. Granulométries	76
II.2.e. Physisorption Gazeuse.....	81
II.2.f. Porosimétrie Mercure	83
II.2.g. Pycnométries sur comprimés.....	90
II.2.h. Résumé	92
II.3. Tests de déflagration	94
a. Observation avec caméra à fente de tubes de déflagration transparents	94
b. Première campagne de tirs avec tubes pleins	97
c. Deuxième campagne de tirs.....	108
d. Troisième campagne de tirs.....	113
e. Quatrième campagne de tirs	117
f. Observation avec caméra à fente de tube de déflagration en laiton	121
g. Résumé des différentes campagnes expérimentales	126
Résumé et conclusion	131

Introduction

Cette partie décrit l'ensemble des travaux expérimentaux menés au cours de la thèse. Cette étude a consisté tout d'abord en la caractérisation de trois lots d'explosif sous forme de poudre (pulvérulent). La distribution des tailles de grain initiale a été obtenue avec des granulométries LASER. Des pycnométries hélium ont également été effectuées afin de connaître la fraction volumique de défauts internes. Ces mesures ont été complétées par des observations des grains au microscope optique ainsi qu'au microscope électronique à balayage.

Ces poudres ont ensuite été comprimées à différents taux de compression afin d'étudier l'impact de la compression sur la structure du matériau. La distribution de taille de grain, la surface spécifique et la distribution de taille de pores ont ainsi été respectivement obtenues par la granulométrie LASER, la physisorption gazeuse et la porosimétrie mercure.

Dans un deuxième temps, des tests de transition de la déflagration à la détonation sont décrits. Le dispositif expérimental est présenté ainsi que les différentes longueurs de transition obtenues à l'issue des quatre campagnes. Les observations par caméras rapides haute résolution et les diagrammes de marche $x - t$ obtenus permettent d'induire les différents phénomènes de cette transition.

La dernière section récapitule l'ensemble des données et présente l'analyse des résultats.

II.1. Présentation de l'explosif pulvérulent

Les trois lots qui ont été choisis pour être étudiés sont trois lots d'octogène (cyclotetraméthylène-tetranitramine ou HMX) sous sa forme polymorphique stable β , avec des tailles moyennes de grain de trois ordres de grandeurs différents : de l'ordre du micromètre pour le lot de HMX M3c, de la dizaine de micromètres pour le lot de HMX Classe E et de la centaine de micromètres pour le lot de HMX 150-200. Ces trois lots, issus de différents fournisseurs industriels (respectivement Eurenco et Dyno Chemring), ont fait l'objet d'une caractérisation très fine. Le HMX 150-200 présente en plus la particularité d'avoir été sphérisé, un traitement supplémentaire qui permet de réduire les arrêtes des cristaux de HMX afin d'en réduire la sensibilité, et passé au tamis afin de réduire l'écart des tailles de grains.

Afin de connaître précisément le diamètre moyen des grains des différents lots d'octogène choisis, des granulométries laser ont été réalisées sur des échantillons pulvérulents à l'aide d'un granulomètre Coulter LS230 (diffraction LASER). Pour ce faire, chacun des échantillons a été dispersé à l'aide d'un bain d'ultrasons dans de l'eau à laquelle a été ajouté du sodium dodécyl sulfate (SDS) et du triton X-100, deux agents tensioactifs permettant d'améliorer la mouillabilité des échantillons. Ces suspensions ont ensuite été passées au

granulomètre Coulter LS230, ce qui a permis d'obtenir les courbes présentées ci-dessous sur la Figure II.1.

Les trois courbes représentent les populations initiales de taille de grain des trois lots pulvérulents. Le lot 150-200 présente une granulométrie bimodale claire, contrairement aux deux autres lots. La polydispersion est d'autant plus large que le diamètre moyen est grand. On peut néanmoins calculer un diamètre moyen d_{10} sur le nombre total de grains :

- 1.3 μm pour le HMX M3c ;
- 12.2 μm pour le HMX Classe E ;
- 176.7 μm pour le HMX 150-200.

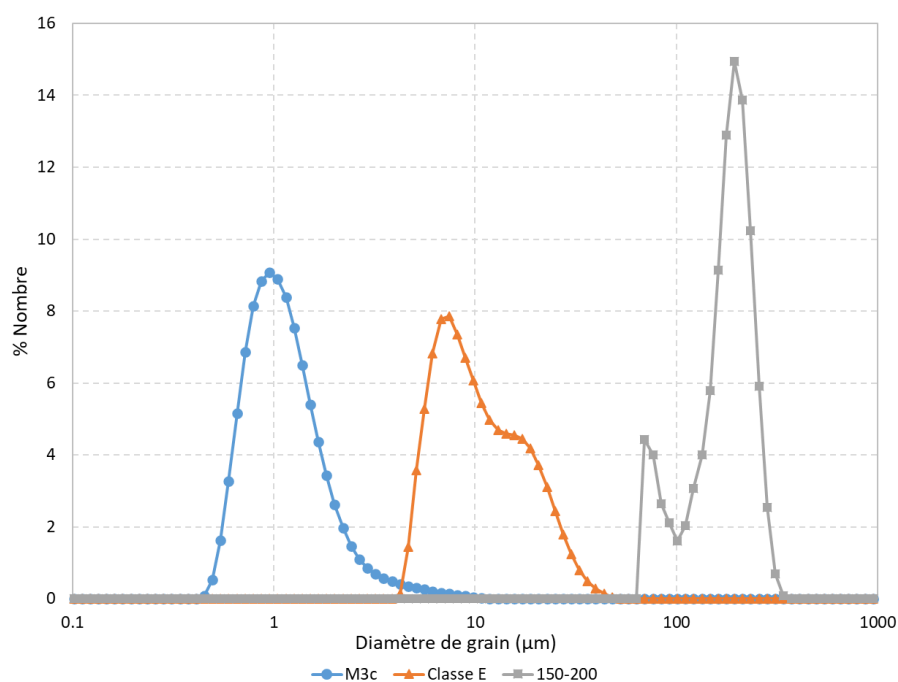


Figure II.1 - Populations de tailles de grains des lots de HMX M3c, Classe E et 150-200 pulvérulents

Pour illustrer cette différence de taille et de distribution, des clichés ont été réalisés à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB). Pour ce faire, les échantillons pulvérulents ont été séchés, puis dispersés sur une plaque avant d'être recouverts d'une mince couche d'or. Les clichés résultants sont présentés ci-dessous sur la Figure II.2.

Ces images, bien que ne permettant pas une représentation statistique des grains confirment les résultats obtenus avec la granulométrie laser, et la différence d'échelle de taille entre chaque lot (les clichés a, c et e présentant le même grossissement). Cela donne également une information sur la morphologie des grains ainsi que leur état de surface.

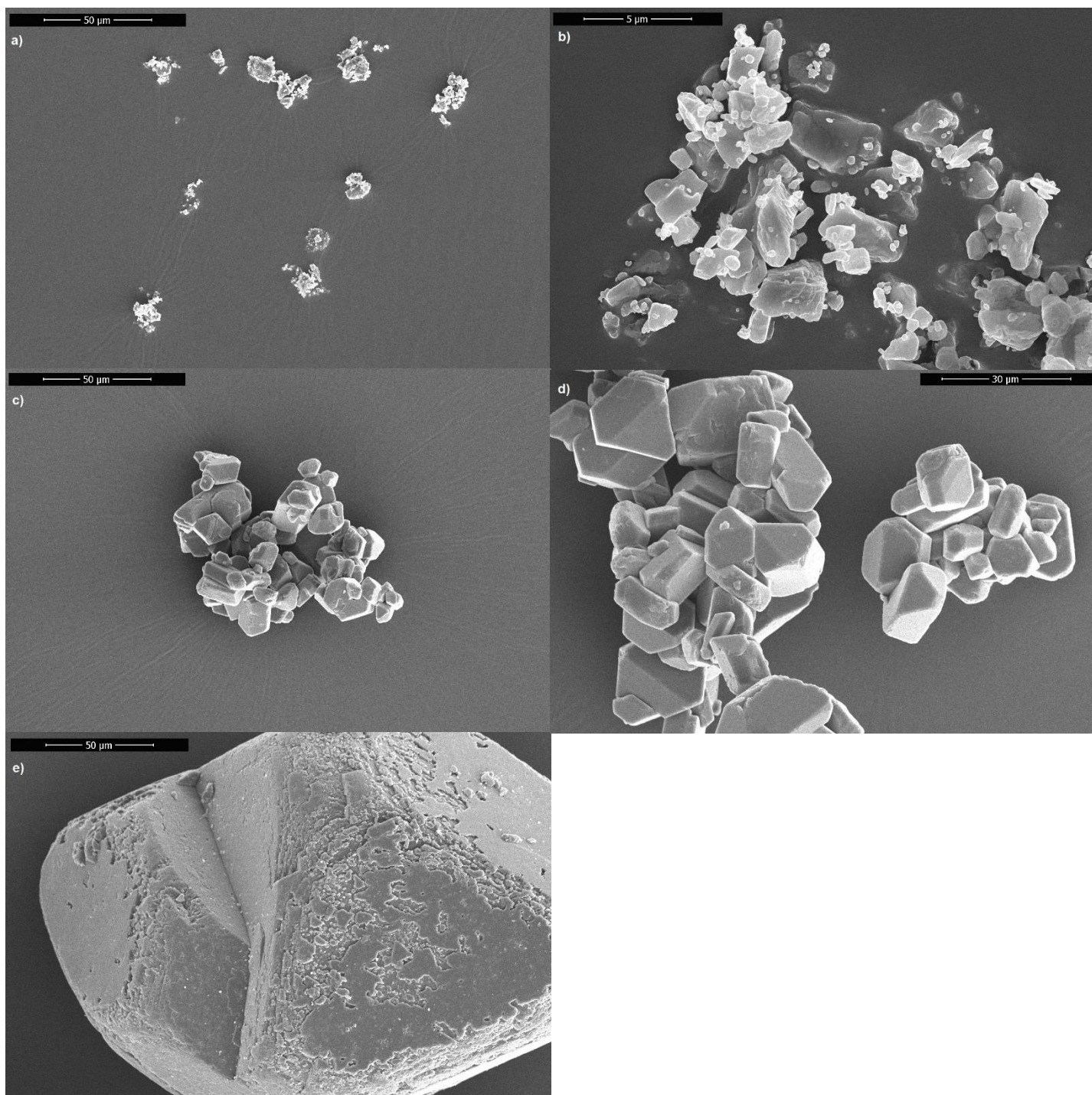


Figure II.2 - Clichés MEB des différents lots de HMX

a. M3c ×500, b. M3c ×5000, c. Classe E ×500, d. Classe E ×1000, e. 150-200 ×500

Ainsi, contrairement au lot 150-200, les grains de HMX Classe E et de M3c restent agglomérés. On observe également que les grains présents dans les agglomérats de Classe E ont des populations de taille plus resserrées que dans les agglomérats de M3c au sein desquels sont également présentes des particules submicroniques.

Cela signifie que les populations observées pour les plus grandes valeurs de la taille de grains, notamment pour le Classe E, correspondent en fait à des agglomérats de particules.

A la suite de ces mesures de granulométrie, des mesures de pycnométrie Hélium ont été effectuées. La pycnométrie Hélium permet de mesurer un volume très précisément. Pour ce faire, l'échantillon est introduit dans une cuve hermétique dont le volume est mesuré lors de la calibration de l'appareil. L'hélium est alors introduit dans la cuve et occupe tout l'espace disponible, y compris les plus petits pores ouverts. En effet, l'hélium a un faible diamètre atomique qui lui permet de pénétrer de très petites cavités. Connaissant alors le volume d'hélium injecté, la pression et la température de la cuve, on en déduit le volume apparent de l'échantillon. En mesurant la masse de l'échantillon, sa masse volumique apparente est obtenue de façon précise. Puis, en comparant cette masse volumique avec la masse volumique d'un monocristal parfait d'octogène, qui est de 1.905 g/cm^3 , on obtient alors une indication sur la quantité des inclusions présentes dans les cristaux. Les valeurs mesurées sont présentées dans le Tableau II.1.

	Masse (g)	Volume (cm ³)	Masse Volumique (g/cm ³)	Moyenne (g/cm ³)
M3c	4.5720	2.4039	1.9019	1.9017
	4.5489	2.3934	1.9006	
	4.2261	2.2211	1.9027	
Classe E	5.5017	2.9100	1.8906	1.8931
	5.1580	2.7250	1.8928	
	5.5681	2.9385	1.8949	
	5.8497	3.0924	1.8916	
	5.0654	2.6721	1.8957	
150-200/SPH	7.9654	4.2112	1.8915	1.8910
	9.4914	5.0190	1.8911	
	9.7443	5.1536	1.8908	
	9.5776	5.0660	1.8906	

Tableau II.1 - Masse volumique apparente des différents lots de HMX obtenue par pycnométrie Hélium

Ces mesures montrent que plus la taille de grain du lot est importante, plus les grains comportent un volume de défauts internes important.

Il est à noter que les résultats du Tableau II.1 font suite à de nombreuses mesures dont certaines n'ont pas été prises en compte car aberrantes, l'appareil de mesure s'étant avéré être défectueux et ayant donc dû être réparé. Pour observer ces inclusions dans les différents lots, ceux-ci ont été également observés au microscope optique en plongeant les grains dans une solution ayant un indice de réfraction proche de celui du HMX, ce qui permet de soustraire l'image du cristal pour mettre en évidence ses défauts internes. La Figure II.3 est composée de trois clichés, un pour chaque lot, résultant de ces observations au microscope optique.

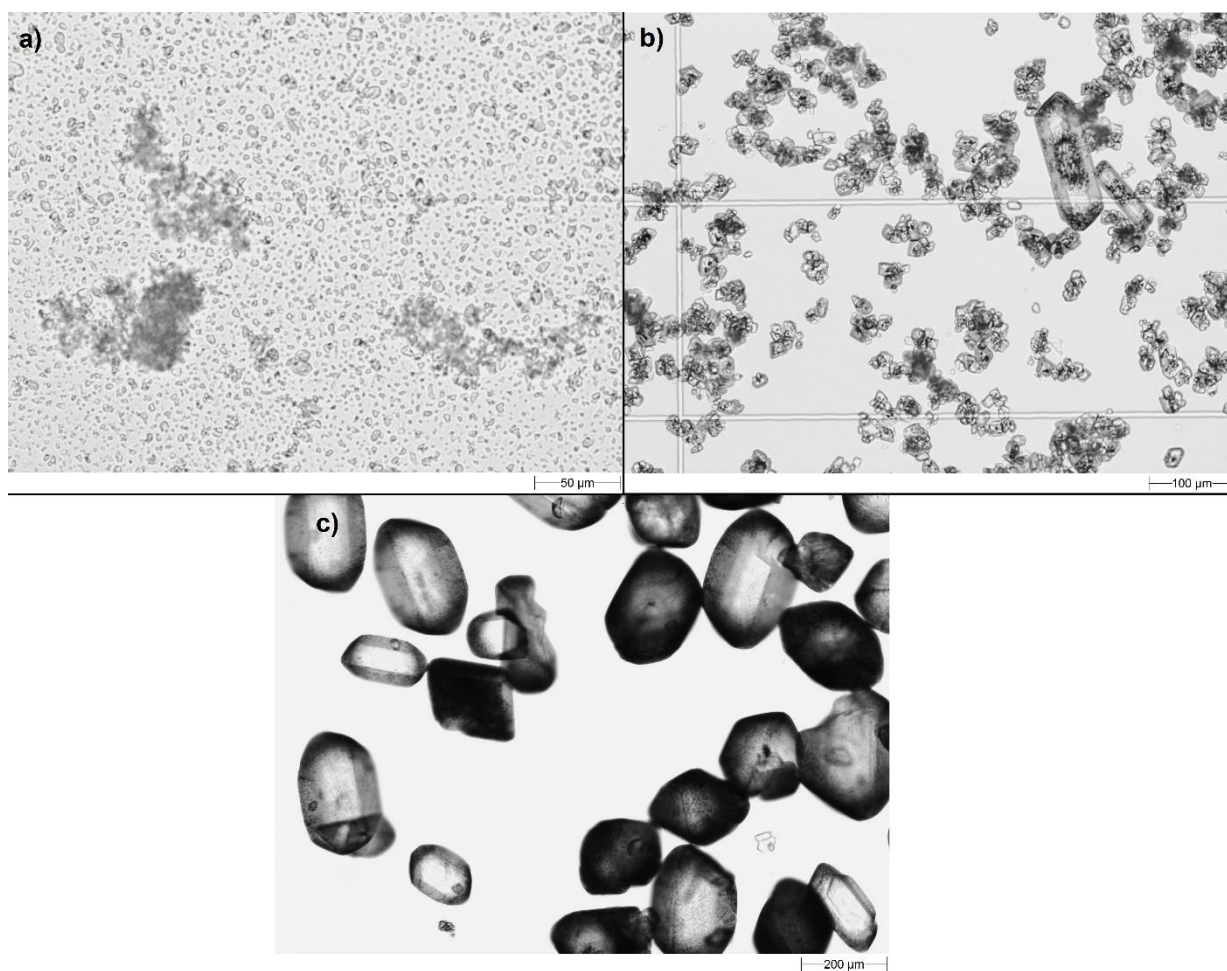


Figure II.3 - Microscopies optiques de lots de HMX a) M3c b) Classe E c) 150-200

Ces trois clichés sont des observations des trois lots de HMX étudiés, respectivement le HMX M3c, le Classe E et le 150-200. Ils permettent, tout comme avec les images obtenues au MEB, d'illustrer les différences de taille entre les différents lots. Cependant, ces photos mettent également en évidence les défauts des cristaux. On constate, comme cela avait été relevé avec les résultats des pycnométries, que le volume de défauts internes aux grains augmente avec la

taille des cristaux. Ainsi, on peut voir quelques petits défauts pour le M3c. On constate également que celui-ci forme des agrégats, même après avoir été dispersé à l'aide d'un bain d'ultrasons. Le Classe E quant à lui a moins tendance à former des agrégats. On peut également remarquer la présence de grosses inclusions à l'intérieur des cristaux. Concernant le lot de 150-200, les clichés de ces cristaux sont beaucoup plus sombres à cause du traitement de surface des cristaux ayant permis de les sphériser, et qui a certainement créé des défauts à la surface des cristaux qui sont visibles sur la Figure II.3c. Cette sphérisation sert à désensibiliser l'explosif, en gommant les arêtes vives des cristaux.

Ces mesures nous indiquent que plus la taille de grain du lot est importante, plus les grains comportent des défauts internes. Cela peut conduire à une augmentation de la sensibilité des grains aux chocs puisque la présence d'inclusions favorise l'apparition de points chauds [103], et également peut favoriser la fracturation des grains lorsqu'ils sont soumis à une contrainte mécanique.

II.2. Caractérisation de l'explosif comprimé

L'explosif étant fortement comprimé, sans liant, dans un confinement fort, il a été nécessaire d'étudier l'impact des pressions mises en œuvre lors des phases de compression sur la microstructure des grains d'explosif : apparition de fracturations, modification de la porosité et de la granulométrie résultante.

II.2.a. Dispositif de compression

Les compressions de HMX se sont déroulées selon les étapes suivantes.

- Le tube dans lequel est comprimé l'échantillon est nettoyé à l'acétone, comme l'ensemble des ustensiles utilisés, puis pesé. Cette pesée, comparée à une pesée du tube rempli du matériau énergétique, permettra de déterminer le taux de compression de l'explosif dans le tube.
- Le tube est ensuite disposé à l'aide de boulons entre deux plaques, dont une disposant d'un entonnoir qui permet de verser l'explosif directement dans la partie basse de diamètre 4 mm. Cela permet d'éviter de polluer le taraudage, ce qui pourrait s'avérer dangereux en vissant le connecteur de la fibre optique lors des essais de déflagration.

- Une masse de poudre correspondant à un incrément de compression de 4 mm maximum dans le tube est alors pesée. Cette masse dépend de la pression appliquée pour la compression ainsi que de la compressibilité du lot utilisé (cf. Figure II.7), elle est comprise entre 60 et 90 mg.
- Une fois la poudre introduite dans le tube, elle est comprimée à l'aide d'une presse présentée Figure II.4 ci-dessous. Un jeu de pistons de différentes longueurs est utilisé de façon à ce qu'un piston ressorte peu du tube pendant la compression pour éviter que la tige du piston ne flambe sous l'effet des contraintes appliquées.
- La compression effectuée, le piston est extrait et un nouvel incrément est effectué si nécessaire, et le piston changé si nécessaire. Par la suite, un comprimé fera référence à un incrément de 4 mm de hauteur maximale.
- En fin de processus, pour les tubes de déflagration qui auront une hauteur de 80 mm dans notre étude, une couche de 1 mm de composition d'allumage est ajoutée, puis le tube plein est pesé et la masse volumique de l'échantillon est déterminée.

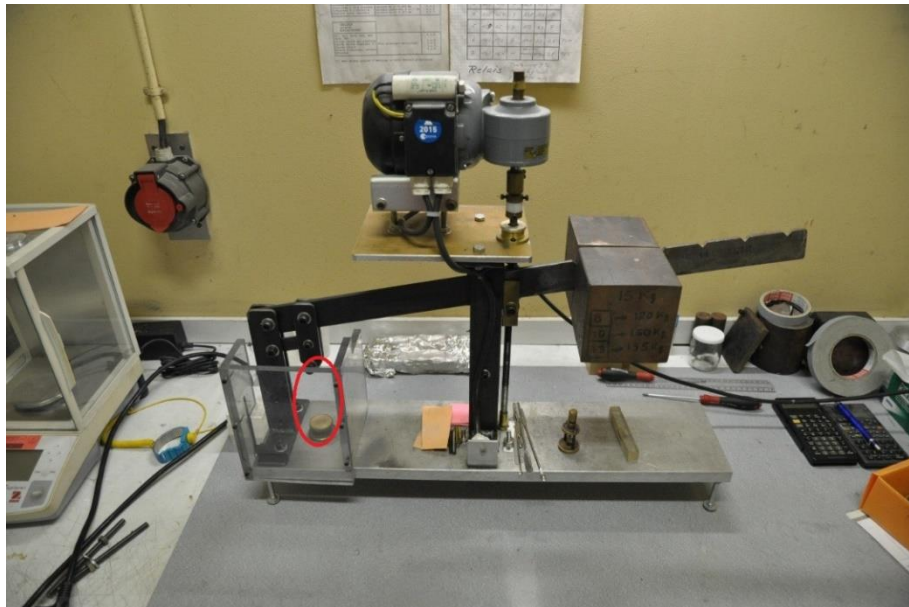


Figure II.4 - Presse utilisée pour les compressions. La partie en rouge représente l'endroit où va se situer l'échantillon qui va subir la compression.

Le principe de fonctionnement de la presse présentée sur la Figure II.4 est très simple : la pression est appliquée par une masse en utilisant un effet de bras de levier. Le dispositif de compression comprenant le tube, le piston et la poudre est placé sur le socle (partie rouge entourée sur la Figure II.4). Le schéma cinématique est représenté sur la Figure II.5. Le centre

de rotation est situé à l'extrémité gauche du bras supportant la masse. Ce bras est lui-même soutenu par un écrou qui se déplace le long d'une vis sans fin, elle-même actionnée par un moteur. Ainsi, lorsque la vis tourne et selon le sens, le bras monte ou descend. Lors d'une opération de compression, le bras est descendu jusqu'à ce qu'il repose entièrement sur le dispositif de compression qui supporte alors toute la masse du bras et du lest. L'écrou continue à descendre, se désolidarisant du bras. La pression alors appliquée sur le dispositif est calculée à partir du rapport de distance entre le centre de rotation et la position du dispositif entourée en rouge (distance fixe) et la distance entre le centre de rotation et la masse du lest dont la position peut être réglée. En disposant de plusieurs masses différentes et en faisant varier la position de celles-ci sur le bras, on obtient ainsi une large gamme de pressions de compression possibles.

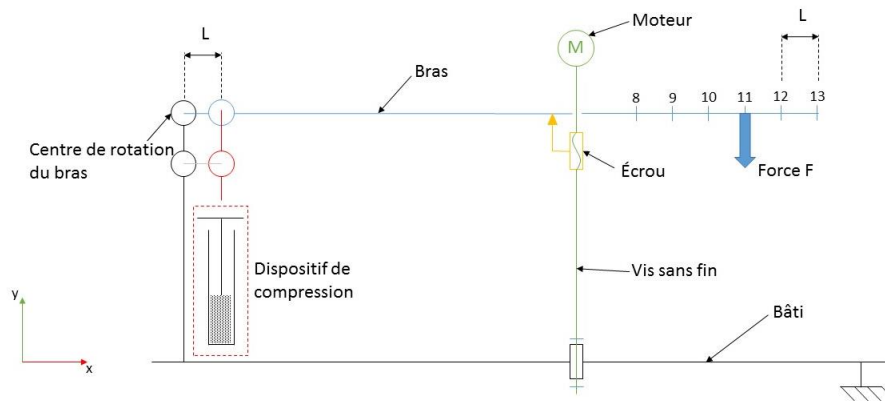


Figure II.5 - Schéma cinématique de la presse

On notera que les positions de la masse sont notées de cette façon car elles sont situées à une distance du centre de rotation du bras correspondant à ce nombre multiplié par la longueur L . Si on néglige la masse du bras, les frottements et qu'on considère que le bras est horizontal à l'équilibre du système, la pression appliquée à la poudre est calculée de la façon suivante. A l'équilibre on a au centre de rotation du bras :

$$\vec{C} = \vec{F} \wedge nL\vec{x} + \vec{R} \wedge L\vec{x} = \vec{0}.$$

avec \vec{C} le couple sur \vec{z} au centre de rotation du bras, \vec{F} la force appliquée par la masse sur le bras, n le numéro de la position, L le bras de levier et \vec{R} la force de réaction correspondant à la force appliquée sur le piston.

En projetant l'équation précédente sur l'axe \vec{y} , on obtient :

$$\|\vec{F}\|nL = \|\vec{R}\|L.$$

Or la pression appliquée à la poudre est donnée par $P = \frac{\|\vec{R}\|}{S} = \frac{\|\vec{R}\|}{\pi r^2}$, r étant le rayon du piston.

On obtient finalement

$$P = \frac{\|\vec{F}\|nL}{L\pi r^2} = \frac{Mgn}{\pi r^2}.$$

A cause du niveau des pressions de compression appliquées ainsi que des risques pyrotechniques de la matière à comprimer associée aux risques de frottement, la presse est disposée derrière un large écran en polycarbonate lors des opérations de compression afin d'arrêter d'éventuels éclats en cas de départ intempestif. De plus, les commandes du moteur de la presse ont été déportées à l'extérieur de la cellule de manipulation afin de protéger l'utilisateur de l'onde de souffle résultant d'un éventuel amorçage accidentel et d'une détonation dans le cas le plus défavorable. L'opération est observée à l'aide d'une caméra.

Ces mesures de sécurité ont été validées par des calculs réalisés à l'aide de l'UFC (*Unified Facilities Criteria*) [104] ainsi que par des essais à l'échelle, réalisés pour des conditions défavorables, à savoir une détonation du contenu d'un tube plein. Ainsi, un tube en laiton a été rempli de 2 g de HMX 150-200 comprimé (avec une presse sécurisée) puis ensuite placé à distance réduite de protections en polycarbonate d'une épaisseur de 30 mm. Le tube a été initié directement en détonation (cas le plus défavorable) à l'aide d'un relais en hexocire (mélange d'hexogène et de cire). Le résultat de ce tir a montré que les protections ont parfaitement tenu et cela a permis de vérifier les calculs effectués avec l'UFC, à la fois pour la fragmentation du tube et pour l'onde de choc émise.

II.2.b. Vérification de la présence éventuelle d'un gradient de densité initial

Avant toute caractérisation des lots de HMX comprimés, il a tout d'abord fallu vérifier que la poudre comprimée ne présente pas d'hétérogénéité de densité sur la hauteur de chargement. En effet, les comprimés à caractériser sont comprimés dans des tubes de diamètre intérieur de 4 mm comme pour les tirs qui seront décrits ci-après dans la partie II.3. A cause des contraintes radiales durant les phases de compression, il n'est pas possible de comprimer sur toute la longueur du tube en une seule fois. Il est ainsi nécessaire de faire des incréments afin d'éviter l'apparition de gradients de densité dans le tube. Il a donc été décidé de réaliser des incréments d'une hauteur correspondant au diamètre interne du tube, c'est-à-dire de 4 mm.

Il est cependant nécessaire de vérifier préalablement qu'un incrément de 4 mm ne génère pas de gradient de densité. Pour ce faire, une masse précise de HMX 150-200 correspondant à une hauteur d'incrément de moins de 2 mm a été introduite dans un tube en verre de 4 mm de diamètre intérieur. Une cale en métal d'une épaisseur connue a ensuite été rajoutée puis la même masse de HMX a de nouveau été introduite dans le tube. Le tout, d'une hauteur de 4 mm, a ensuite été comprimé entre deux autres cales en métal. Il a ainsi été vérifié qu'une hauteur de compression de 4 mm n'induit pas de gradient de densité, les hauteurs des deux parties comprimées étant identiques.

Remplir un tube de 80 mm de longueur avec cette méthode revient donc à effectuer 20 incréments, ce qui veut dire que le premier incrément sera comprimé 20 fois, le deuxième 19 fois, le troisième 18 fois, etc. Il faut donc vérifier que cela n'augmente pas le taux de compression de ces incréments. Pour ce faire, un tube en verre a été rempli en effectuant des incréments de 4 mm avec une masse fixe de HMX 150-200 et en intercalant entre chaque incrément, une cale métallique d'une épaisseur contrôlée. L'observation du tube illustré sur la Figure II.6 ci-dessous montre que la distance entre les cales est restée la même ce qui indique que le taux de compression n'augmente pas pour les premiers incréments. Les distances ont été mesurées à l'aide d'un microscope permettant des mesures de l'ordre d'une dizaine de micromètres. Ainsi, la poudre qui suit ce protocole de compression ne présente pas de gradient de densité.

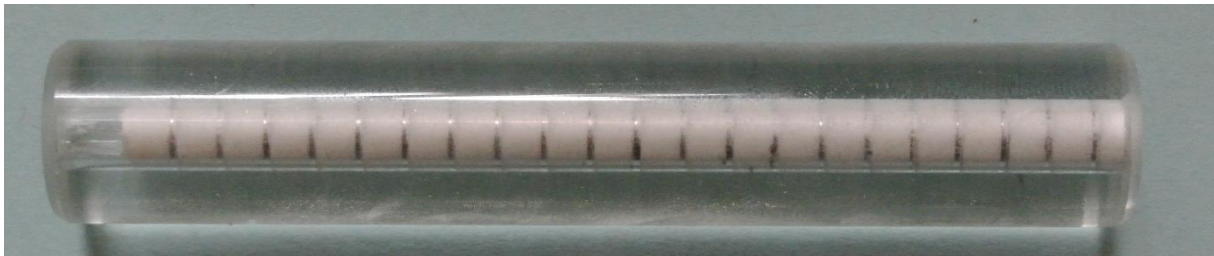


Figure II.6 - Vérification de l'absence de gradient de densité dans un tube en verre, cales espacées de 4 mm

II.2.c. Courbes de Compression

L'étude portant sur des taux de compression compris entre 75% et 90% de la densité théorique maximale (ou TMD pour *Theoretical Maximum Density*) qui est de 1.905 g/cm^3 , il a tout d'abord fallu déterminer les courbes de compression de chaque lot, c'est-à-dire le taux de compression obtenu pour une pression appliquée donnée. Pour ce faire, les trois lots ont été comprimés dans des cylindres en bronze à différentes pressions. Les comprimés de 4 mm de hauteur maximale ont ensuite été délicatement démoulés afin de conserver leur intégrité puis ont été pesés alors que leurs dimensions (mensurations) ont été mesurées au pied à coulisse. Les courbes de compression sont présentées sur la Figure II.7.

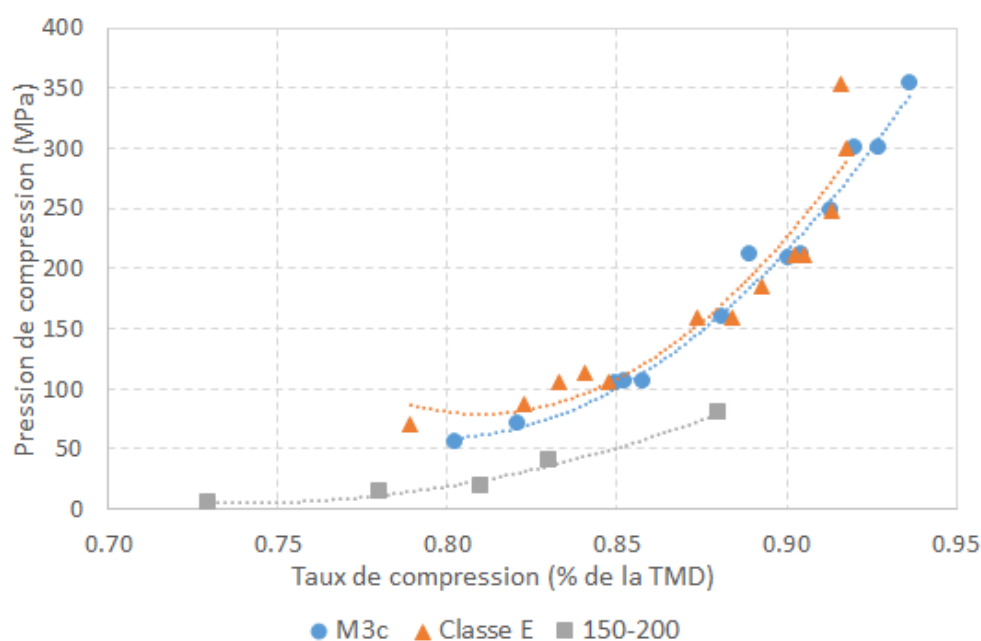


Figure II.7 - Courbes de compression pour les trois lots de HMX

Elles suivent globalement le comportement des courbes de compression (voir [105]), avec néanmoins ici deux familles. Les différences de comportement entre les trois lots s'expliquent par la forte différence entre les tailles initiales de grains. Le lot avec la plus grosse granulométrie (150-200) nécessite une pression inférieure aux deux autres lots pour atteindre le même taux de compression, avec une variation moins importante. Les plus gros grains se brisant plus facilement, le M3c et le Classe E possèdent une pente de compression plus importante que celle du 150-200.

On observe également que pour les trois lots, l'augmentation de taux de compression est relativement rapide jusqu'à des valeurs comprises entre 87% et 94% de la TMD pour le 150-200 et le M3c/Classe E. Cela signifie qu'à partir d'un taux de compression relativement similaire pour les trois lots, les grains sont trop petits pour se fracturer. Ce résultat est à mettre

en parallèle avec les résultats de granulométrie LASER présentés ci-après partie II.2.d. Enfin, on peut observer que les courbes de compression du M3c et du Classe E semblent tendre asymptotiquement vers 95% de la densité du monocristal (0.95 TMD).

Ces courbes ont permis de définir les conditions permettant d'atteindre les taux de compression qui ont été retenus pour les tests de déflagrations de la thèse.

II.2.d. Granulométries

Une fois ces courbes de compression obtenues, chaque lot a été caractérisé à des taux de compression différents. Ainsi une nouvelle série de mesures de granulométrie a été réalisée sur les lots comprimés dans le but d'observer l'impact des compressions sur la taille des grains. Pour ce faire, chaque lot a été comprimé, dans les mêmes conditions d'obtention des courbes de compression, dans des matrices en bronze au taux de compression désiré. Les comprimés résultants ont ensuite été délicatement démoulés puis déconsolidés grâce à l'action d'ultrasons de faible énergie dans une solution de Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) et de triton X-100. Les courbes suivantes servent à comparer les tailles de grain des différents lots à un taux de compression donné.

Ces courbes, pour les taux de compression de 80, 85 et 90%, sont représentées respectivement sur les Figure II.8 Figure II.9 et Figure II.10. Le comprimé de HMX 150-200 n'a pas de tenue mécanique à 80% en dehors de la matrice, ce qui a exclu ce point de toute la campagne de caractérisation (granulométrie, porosimétrie, physisorption, pycnométrie). La comparaison des résultats du matériau pulvérulent de la Figure II.1 avec ceux du matériau comprimé nous montre que la taille des grains diminue fortement au cours de la compression. Ceci est dû à la fragmentation des grains, le cas le plus extrême étant celui du HMX 150-200 comprimé à 90% de la TMD.

Les populations de taille de grain étant relativement resserrées, il est possible de donner une moyenne pertinente d_{10} de la taille des grains, donnée dans le Tableau II.2.

HMX	M3c	Classe E	150-200
Pulvérulent	1.3	12.2	176.7
80%	1.5	2.1	-
85%	1.3	2.2	2.1
90%	1.4	2.3	1.2

Tableau II.2 - Moyennes des tailles de grain des différents lots en μm

Étude expérimentale

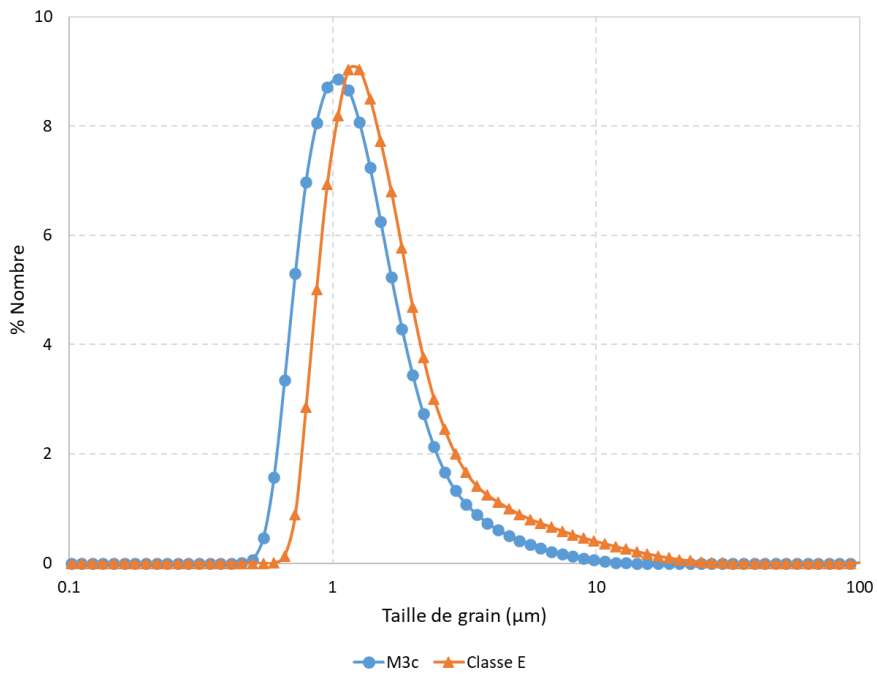


Figure II.8 - Populations granulométriques des différents lots comprimés à 80% de la TMD

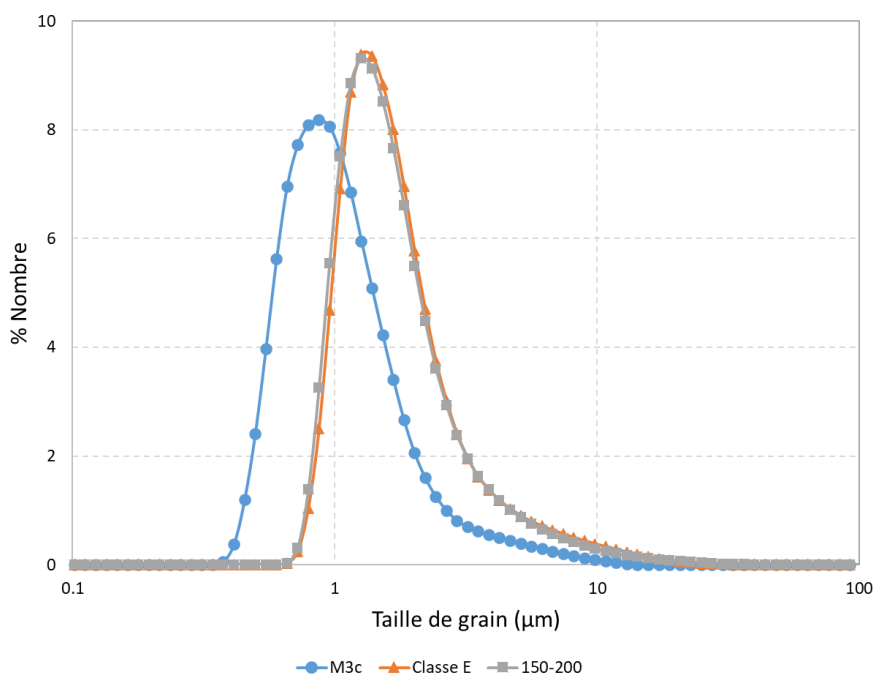


Figure II.9 - Populations granulométriques des différents lots comprimés à 85% de la TMD

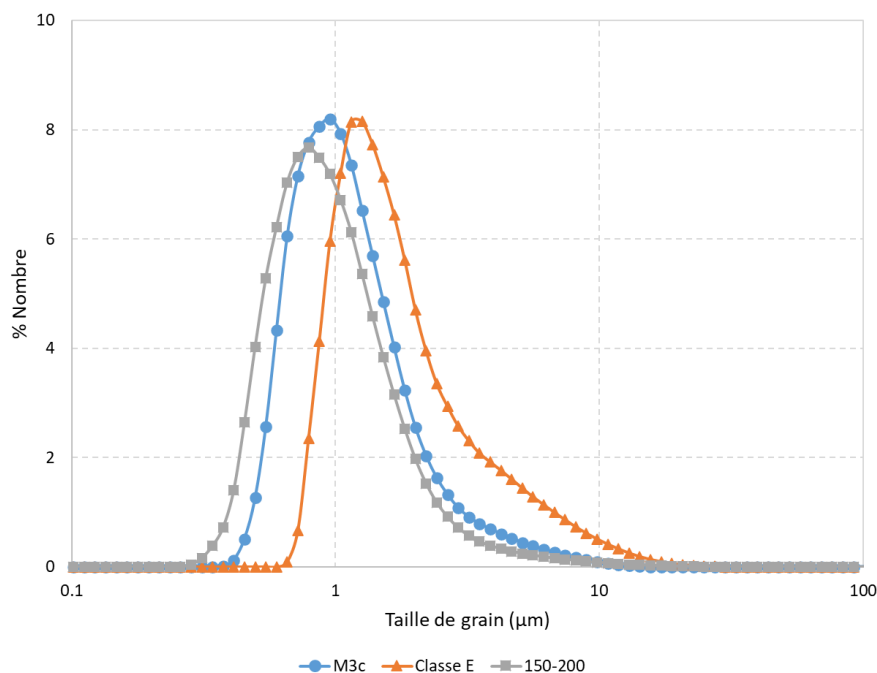


Figure II.10 - Populations granulométriques des différents lots comprimés à 90% de la TMD

Il est à noter que la partie haute de la population granulométrique est due à la présence d'agrégats de grains lors de la mesure. Ainsi, en ce qui concerne le M3c, la taille moyenne de grain change peu. En effet, étant donnée leur petite taille initiale, les grains sont peu fracturés. Mais ils sont en revanche plus difficiles à disperser, ce qui explique certainement la très légère augmentation de la moyenne après compression. Concernant le HMX Classe E, les grains sont d'abord fortement fracturés puis deviennent, comme pour le M3c, difficiles à disperser car ils forment des agrégats. L'effet de réduction de taille le plus flagrant est observé pour les grains de 150-200. En effet, en considérant que les grains soient sphériques avant et après compression, le diamètre moyen passe de 176.7 µm pour le HMX 150-200 pulvérulent à 1.2 µm pour le HMX 150-200 comprimé à 90% de la TMD.

Afin de vérifier l'effet du traitement ultrasonique sur les grains d'explosif, des granulométries LASER ont également été effectués sur deux des trois lots sous forme pulvérulente ayant subi seulement les ultrasons pendant environ 2 heures. Le résultat est illustré sur la Figure II.11.

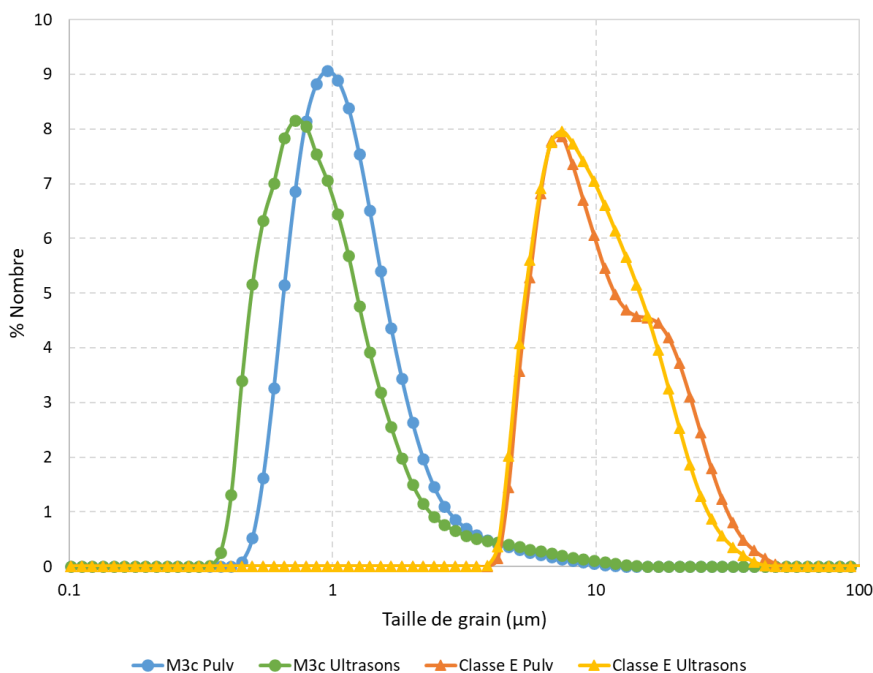


Figure II.11 - Populations granulométriques des lots de M3c et de Classe E pulvérulents et soumis à un bain d'ultrasons de 2 h

On voit sur les répartitions granulométriques du Classe E avant et après le bain d'ultrasons que les grains ne sont pas fracturés après deux heures d'ultrasons. La seule différence entre les deux courbes est une très légère réorganisation des plus grosses particules présentes en pulvérulent. On peut penser que ces dernières correspondent à des agrégats présents avant la mesure et qui ont été dispersés par les ultrasons. Concernant le M3c, la granulométrie diminue légèrement après traitement au bain d'ultrasons. Mais nous avons montré plus haut par observation au MEB que les grains de cette granulométrie ont fortement tendance à former des agrégats. Au final, les deux courbes granulométriques du Classe E avant et après passage aux ultrasons montrent que le traitement n'endommage pas les grains en eux-mêmes. Il est à noter cependant que les bains d'ultrasons effectués pour les mesures granulométriques précédentes ont duré moins de deux minutes et n'ont pas duré aussi longtemps, ce qui fait que des agrégats ont pu persister dans les échantillons caractérisés, surtout pour les plus petites granulométries.

Les clichés de la Figure II.12 qui ont été réalisés au Microscope Electronique à Balayage (MEB) sur les trois lots comprimés à 90% de la TMD puis déconsolidés au bain d'ultrasons à faible puissance illustrent l'effet de la compression sur l'état des grains.

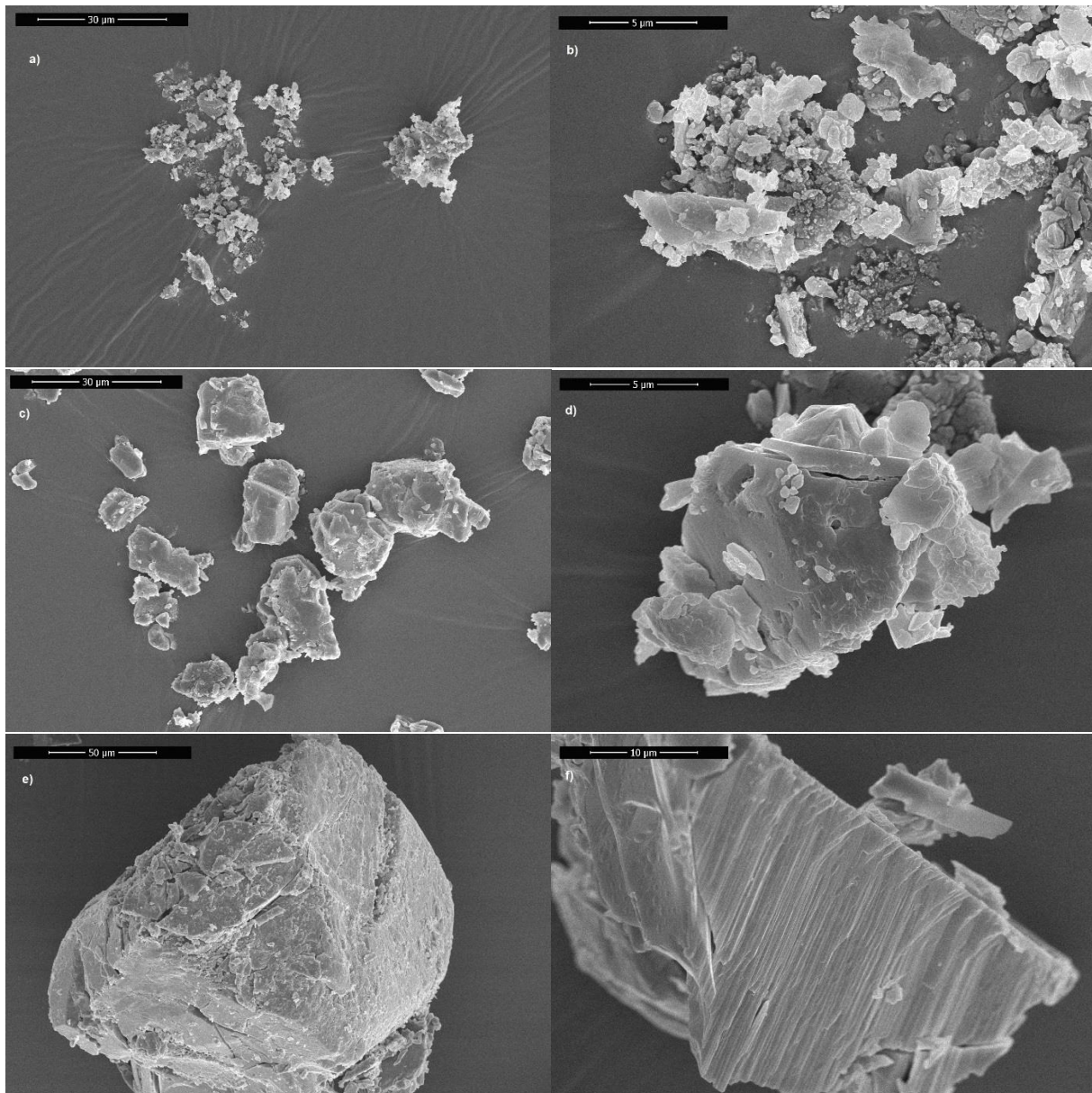


Figure II.12 - Clichés MEB des lots comprimés à 90% puis déconsolidés par un bain d'ultrasons : a. M3c $\times 1000$, b. M3c $\times 5000$, c. Classe E $\times 1000$, d. Classe E $\times 5000$, e. 150-200 $\times 500$, f. 150-200 $\times 2500$

Les clichés de gauche Figure II.12 (a, c et e) sont des prises de vue globales respectivement du M3c, du Classe E et du 150-200 tandis que les clichés de droites (b, d et f) tentent de montrer les particularités de ces mêmes lots comprimés. Ces clichés sont à comparer avec ceux effectués sur les lots pulvérulents Figure II.2 et à mettre en parallèle avec les granulométries LASER. Il est ainsi possible d'observer l'effet des compressions sur les grains selon leur granulométrie initiale. Ainsi, on peut voir que les particules de HMX 150-200 (Figure II.12 e-f) se fracturent beaucoup tandis que les grains de M3c (Figure II.12 a-b) ont plus tendance à s'agglomérer sans se fracturer. Les clichés montrent également que les grains de

Classe E (Figure II.12 c-d) présentent les deux comportements. En effet, les Figure II.12 c-d montrent des agglomérats de grains dont une partie a été fracturée en de très petits grains. Les particules 150-200 initialement sphérisées ne le sont plus, présentant des arêtes vives.

Finalement, à ces taux de compression, les répartitions granulométriques des différents lots comprimés sont relativement semblables. Il est à noter que les caractérisations n'ont pas pu être faites sur le HMX 150-200 comprimé à 80% de la TMD car la pression de compression n'était pas suffisante pour que le comprimé soit suffisamment cohésif et garde son intégrité après le démoulage. Afin d'y remédier et étant donné les résultats pour le Classe E comprimé à 80% de la TMD, nous avons considéré par la suite que les résultats pour le 150-200 étaient proches des deux autres courbes obtenues.

Cela signifie que les répartitions granulométriques qui sont assez similaires d'un lot à l'autre ne seront pas a priori le paramètre prépondérant dans les différences de comportement qui pourront être observées lors d'une transition déflagration-détonation pour les divers lots sélectionnés ici.

II.2.e. Physisorption Gazeuse

A l'issue de ces mesures, étant donnée la similitude entre les granulométries des différents lots, il a été nécessaire d'identifier et de caractériser d'autres paramètres pouvant influencer le déroulement de la transition entre le régime de déflagration et de détonation de l'explosif.

Ainsi, des mesures de physisorptions gazeuses ont été pratiquées sur les lots d'explosif, pulvérulents puis comprimés, à l'aide d'un appareil Micromeritics ASAP2020. Ces manipulations consistent à injecter un gaz, dans notre cas du Krypton, à une certaine pression dans une cellule hermétique contenant l'échantillon à caractériser qui a été auparavant séché en étuve sous vide. En mesurant la baisse de pression du gaz, on en déduit le volume consommé lors de la physisorption. Connaissant le volume de la cellule, et en utilisant la théorie Brunauer-Emmett-Teller (BET) [106] qui décrit la distribution de molécules de gaz absorbées par une surface solide, il est alors possible de calculer la surface spécifique de l'échantillon. Ce paramètre est l'un des plus importants puisqu'il influence directement la vitesse de décomposition de l'explosif [47]. Les échantillons ont été préparés de la même façon que pour les mesures de granulométries : comprimés dans un moule puis démoulés sans endommagement. Pour ces mesures, les comprimés n'ont pas été déconsolidés, l'objectif étant de déterminer la surface initiale accessible aux gaz dans la poudre comprimée. Certaines mesures ont cependant été difficiles à réaliser puisque, pour avoir un résultat exploitable et fiable la surface spécifique doit être d'au moins 0.2 m^2 au total, ce qui pour les plus grosses

granulométries nécessite une grande quantité de matière. Dans certains cas, il a fallu mettre en œuvre jusqu'à 4 g de matière par mesure à partir de comprimés ne pesant que 60 mg chacun environ. Les résultats sont présentés sur la Figure II.13 et récapitulés dans le Tableau II.3. Ce moyen de caractérisation possède un grand avantage par rapport à la granulométrie LASER puisqu'il n'est pas destructif. Ainsi, les échantillons étudiés ont pu être réutilisés pour d'autres caractérisations. Il est à noter que les résultats présentés à 65% de la TMD sont relatifs à l'état pulvérulent.

Ces résultats, et notamment les calculs d'erreur fournis par l'appareil de mesure, montrent des mesures assez fiables avec une erreur maximale qui dépasse à peine les 2%. Ces mesures renseignent sur le comportement des lots pendant le processus de compression.

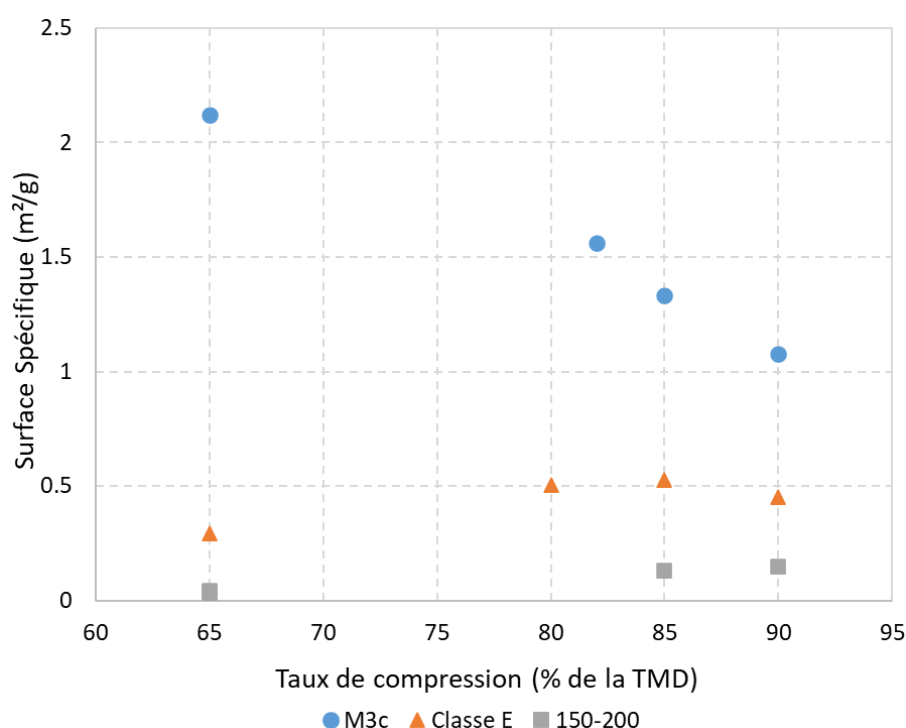


Figure II.13 - Surfaces spécifiques déterminées par BET

Tout comme pour les granulométries présentées précédemment, des comportements différents peuvent être observés selon les lots. Ainsi, pour le HMX 150-200 qui possède les plus gros grains sous forme pulvérulente, la surface spécifique augmente avec le taux de compression, ce qui est le signe d'une diminution de la taille des grains due à la fracturation des grains. Au contraire, pour le M3c qui a initialement les grains les plus petits, la surface spécifique diminue lorsque le lot est comprimé. Cela peut indiquer que des agrégats se soient formés et que des pores se soient fermés pendant la compression, avec des cavités ayant été rendues inaccessibles pour la pénétration de gaz. Dans le cas du lot intermédiaire, le Classe E, les deux comportements peuvent être observés. Dans un premier temps, on observe une

augmentation de la surface spécifique due à une fragmentation des grains, puis celle-ci diminue à cause de l'agrégation des grains qui ne peuvent plus se fracturer davantage.

	Taux de compression	Surface Spécifique (m ² /g)	Erreur (m ² /g)	Erreur (%)
M3c	Pulvérulent	2.1208	0.0479	2.26
	80%	1.5633	0.0314	2.01
	85%	1.3328	0.0183	1.37
	90%	1.0778	0.0168	1.56
Classe E	Pulvérulent	0.2911	0.0037	1.27
	80%	0.5031	0.0065	1.29
	85%	0.5272	0.0086	1.63
	90%	0.4504	0.0042	0.93
150-200	Pulvérulent	0.0355	0.0006	1.69
	80%	-	-	-
	85%	0.1305	0.0010	0.77
	90%	0.1488	0.0012	0.81

Tableau II.3 - Résultats de la physisorption au Krypton

II.2.f. Porosimétrie Mercure

La porosimétrie par intrusion de mercure permet d'obtenir les caractéristiques de porosité des matériaux solides à savoir la porosité mais surtout la distribution de taille des pores et la densité. Pour réaliser ces mesures, les échantillons de 4 mm de hauteur maximale ont été séchés en étuve sous vide. Ils ont ensuite été introduits dans des cellules dans lesquelles du mercure a été injecté. Une fois qu'un certain volume de mercure a été injecté, un gradient de pression lui est appliqué, poussant le mercure à s'infiltrer progressivement dans les pores de l'échantillon. Plus la pression appliquée est élevée, plus les pores infiltrés par le mercure sont petits. Ainsi, en mesurant la variation du volume de mercure en fonction de la pression qui lui est appliquée, il est possible d'obtenir la répartition des populations de tailles de pores. Les résultats obtenus lors de ces caractérisations sont présentés sur les Figure II.14, Figure II.15 et Figure II.16 respectivement pour les lots à 80%, 85% et 90%.

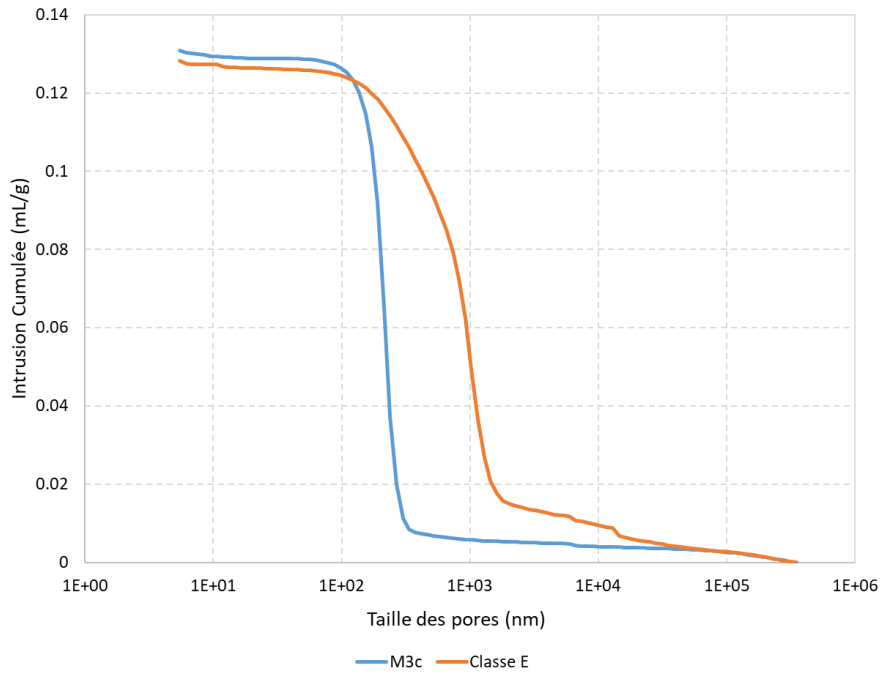


Figure II.14 - Intrusion cumulée de mercure dans les pores des différents lots à 80% de la TMD

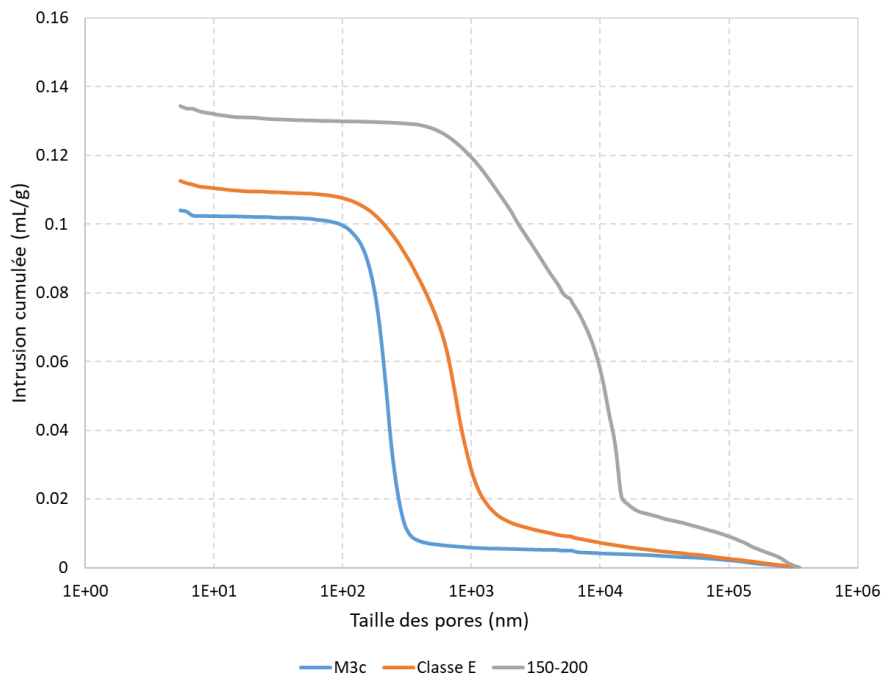


Figure II.15- Intrusion cumulée de mercure dans les pores des différents lots à 85% de la TMD

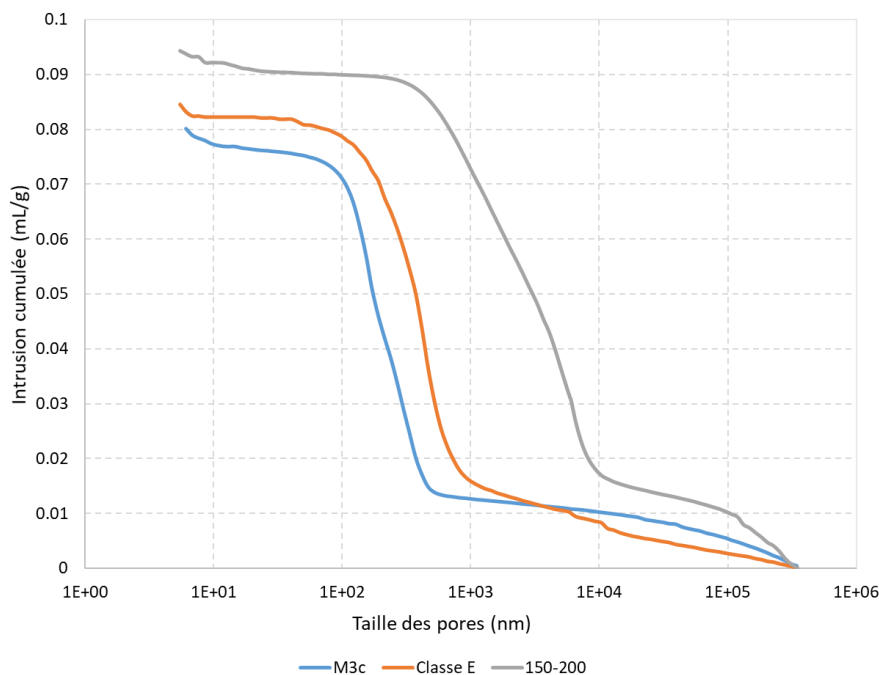


Figure II.16 - Intrusion cumulée de mercure dans les pores des différents lots à 90% de la TMD

Ces courbes représentent les intrusions cumulées (totales) de mercure dans les pores des échantillons pour les trois lots de HMX, elles ont été regroupées sur un même graphique selon le taux de compression. À la différence de la granulométrie LASER, technique de caractérisation qui ne révélait pas de différence notable entre les grains pour un même taux de compression, on observe une différence entre les lots. La taille des pores est indiquée par la variation du volume de mercure introduit. Il faut cependant noter que les extrémités inférieures et supérieures des courbes ne doivent pas être prises en compte. En effet, comme évoqué précédemment, le mercure s'infiltré à l'intérieur des pores de l'échantillon à l'aide d'une augmentation progressive de la pression. Ainsi, l'application initiale de la pression va comprimer les échantillons, les amenant à se contracter légèrement dû à l'élasticité du matériau et du réarrangement des liaisons intergranulaires. Puis pour les valeurs supérieures d'intrusion cumulée, la pression peut atteindre 228 MPa, ce qui risque d'endommager les pores.

Les Figure II.17, Figure II.18 et Figure II.19 représentent respectivement les populations de pores pour les différents taux de compression de 80%, 85% et 90%.

Ainsi, de façon générale, la population de pores du M3c est plus resserrée que celle du Classe E et du 150-200, avec une plus grande population de petits pores. Tous les lots sauf le M3c à 80 et 85% présentent deux voire trois populations de tailles de pores, matérialisées par deux ou trois maxima locaux.

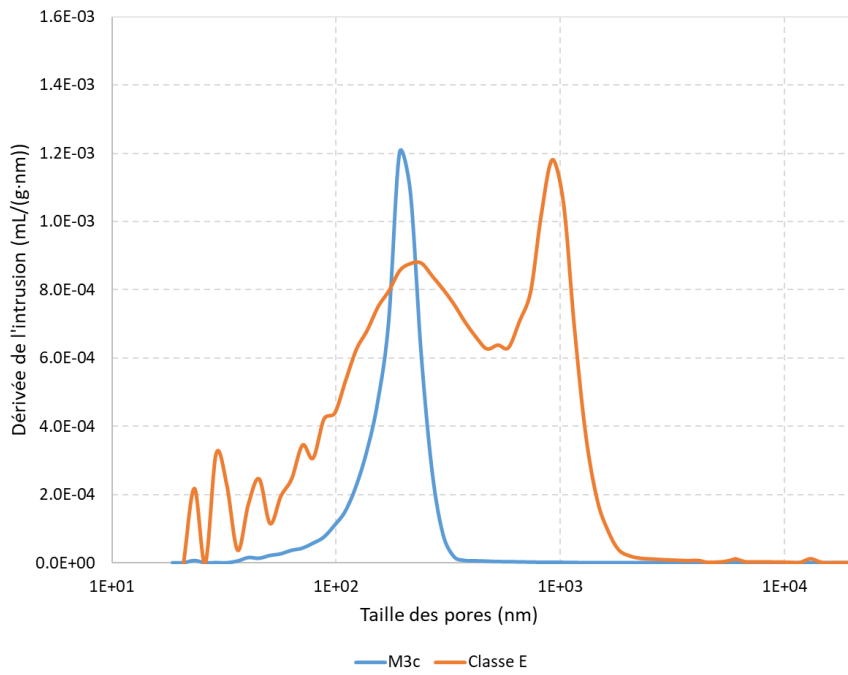


Figure II.17- Population de tailles de pore des différents lots à 80% de la TMD

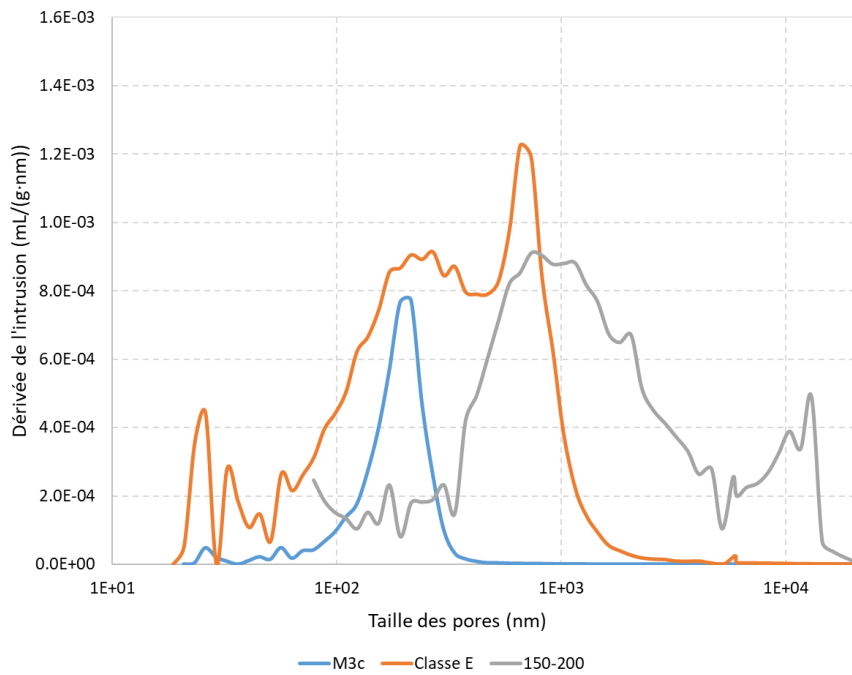


Figure II.18- Population de tailles de pore des différents lots à 85% de la TMD

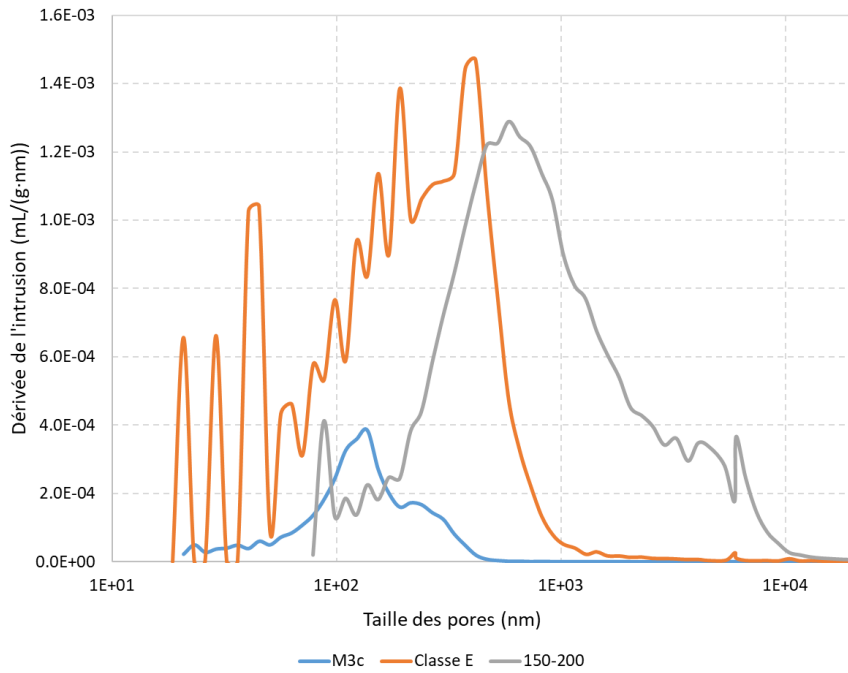


Figure II.19 - Population de tailles de pore des différents lots à 90% de la TMD

Afin d'exploiter au mieux les résultats, chaque distribution a été approchée par une courbe normale, définie par l'équation suivante :

$$y = C \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-(x - \mu)^2}{2\sigma^2}\right)$$

avec : x la taille des pores, μ l'espérance, σ l'écart type et C une constante permettant de recalculer la loi normale avec la courbe expérimentale. En utilisant cette approximation, il a été possible de proposer une valeur approchée de tailles de pores représentative pour chaque lot à chaque taux de compression. La Figure II.20 illustre le résultat de cette approximation pour le M3c comprimé à 90% :

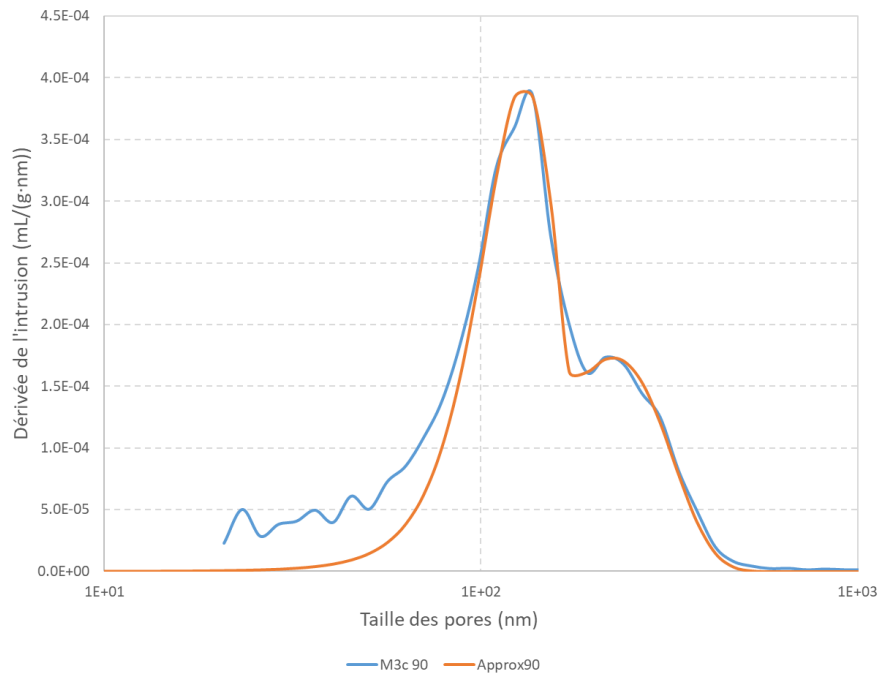


Figure II.20 - Exemple de courbe expérimentale approchée par une courbe normale

Après traitement de l'ensemble des courbes de mesure, les valeurs approchées pour les deux populations de taille de pores sont détaillées dans le Tableau II.4.

		C_1	μ_1 (nm)	σ_1 (nm)	C_2	μ_2 (nm)	σ_2 (nm)	Taille de pore moyenne (nm)
M3c	80%	0.109	195	35	-	-	-	195
	85%	0.085	199	42	-	-	-	199
	90%	0.0382	224	88	0.0307	130	31	176
Classe E	82%	0.53	831	178	0.239	202	108	507
	85%	0.455	685	145	0.504	254	220	454
	90%	0.334	400	89	0.461	292	165	311
150-200	80%	-	-	-	-	-	-	-
	85%	1.9	10500	1550	1.795	825	795	2798
	90%	2.61	3500	2950	1.04	605	321	1603

Tableau II.4 - Résultats des porosimétries mercure

Ce tableau rassemble les valeurs des trois paramètres définissant la courbe normale approchant chaque courbe expérimentale de populations de taille de pores. Une taille moyenne de pores a également été estimée. Il est à noter que certains résultats présentent plusieurs populations de taille de pores distinctes. Elle permet cependant, de suivre l'évolution globale des tailles de pores en fonction du taux de compression (voir Figure II.21). D'après ces

moyennes, il y a une grande différence à la fois dans les valeurs de tailles de porosités et dans leur évolution en fonction du taux de compression.

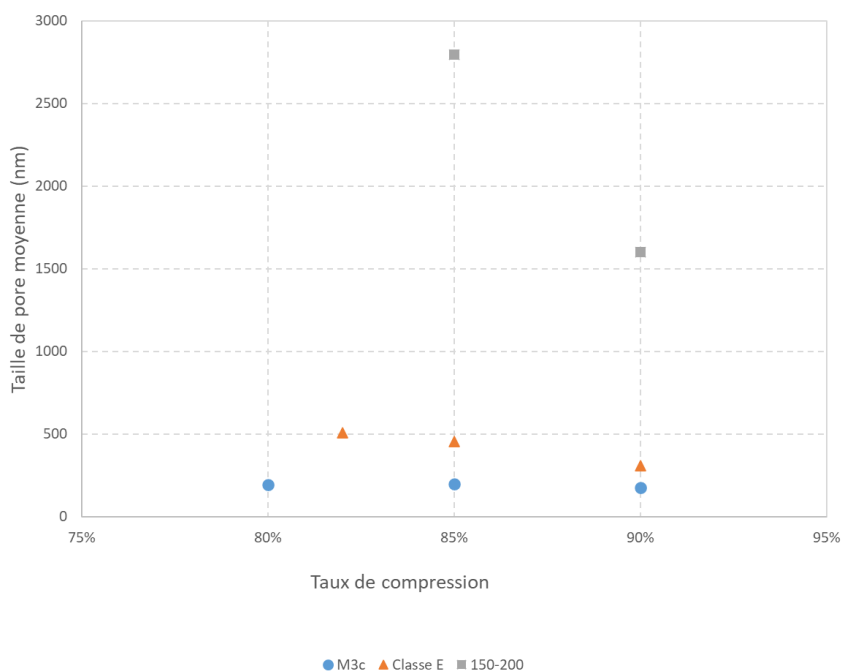


Figure II.21 - Comparaison des tailles moyennes de pores de chaque lot comprimé

Le M3c comprimé faiblement (80% et 85%) ne présente qu'une seule population de tailles de pores, du fait de la non-fracturation des grains, au contraire de tous les autres lots. On peut remarquer également la différence d'ordre de grandeur entre les populations de tailles de pores.

On peut supposer qu'une plus grande taille de pores comme celle du 150-200 favorise la transition entre le régime de déflagration et de détonation puisque de plus grands pores facilitent l'infiltration des gaz chauds en amont du front réactif, conduisant au préchauffage de l'explosif et ainsi à l'accélération du front dans les premiers instants.

On peut également constater que la plus petite des deux populations de pores du Classe E comprimé à 80% est proche de la population de taille du M3c. De même, les populations de tailles de pores les plus petites du 150-200 comprimé à 85% sont relativement proches des plus grandes populations de tailles de pores du Classe E.

II.2.g. Pycnométries sur comprimés

Finalement, des pycnométries Hélium ont été également pratiquées sur les deux plus petits lots comprimés afin d'obtenir une information sur la quantité de pores fermés par la compression, les pores intergranulaires fermés étant inaccessibles à l'Hélium. Le principe des mesures est le même que celui décrit dans la partie I. L'échantillon, un comprimé de diamètre 4 mm et de hauteur d'environ 4 mm, est introduit dans une cuve au volume pré-établi lors de la calibration. La différence de volume donnera le volume du comprimé sans les porosités accessibles pour l'Hélium. Cependant, afin de réduire l'erreur de mesure, il faut maximiser le volume à mesurer, et le volume d'un échantillon est assez faible. C'est la raison pour laquelle les comprimés, qui pour rappel sont réalisés dans des moules en bronze, n'ont pas été démoulés avant les mesures, afin d'ajouter le volume de la matrice en bronze. Il a cependant fallu connaître le volume précis des matrices seules afin de déduire le volume de l'échantillon de la mesure finale. Pour ce faire, avant chaque compression, des pycnométries Hélium ont été réalisées sur les matrices nettoyées à l'acétone puis séchées.

Les résultats de ces mesures (erreur de masse volumique comprise entre 1.49% et 1.91%) ont permis de déterminer une masse volumique des comprimés qui a été comparée à leur masse volumique apparente, mesurée au pied à coulisse et à la masse volumique du matériau pulvérulent mesurée par pycnométrie. Le résultat de la comparaison de l'ensemble des mesures est présenté ci-dessous dans le Tableau II.5.

HMX	Taux de compression atteint	TMD (g/mL)	MV moyenne pycnométrie pulvérulent (g/mL)	MV moyenne comprimés par mensuration (g/mL)	MV moyenne pycnométrie comprimés (g/mL)	Volume massique inclusions (μL/g)	Volume massique porosités extracristallines (μL/g)	Volume massique porosités fermées par compression (inaccessibles à l'He) (μL/g)
	80%	1.905	1.9017	1.5316	1.8620	0.9109	115.8551	11.2116
M3c	85%	1.905	1.9017	1.6156	1.8496	0.9109	78.3077	14.8121
	90%	1.905	1.9017	1.7174	1.8013	0.9109	27.1209	29.3093
	82%	1.905	1.8931	1.5604	1.8311	3.2997	94.7415	17.8857
Classe E	85%	1.905	1.8931	1.6179	1.8246	3.2997	70.0198	19.8312
	89%	1.905	1.8931	1.6993	1.8278	3.2997	41.3718	18.8717

Tableau II.5 - Résultats des pycnométries Hélium sur comprimés.

Les éléments de chaque colonne ont été obtenus de la façon suivante : la masse volumique (MV) moyenne du pulvérulent a été obtenue comme décrit dans la partie I. Elle a permis, en la comparant à la densité théorique maximale, d'obtenir la proportion d'inclusions dans les différents lots. Les mensurations des comprimés ont ensuite été relevées au pied à coulisse afin d'obtenir leur masse volumique apparente et également de calculer le taux de

compression obtenu en comparant cette valeur à celle de la densité théorique maximale. Enfin la dernière masse volumique présentée a été obtenue avec les valeurs des mesures de pycnométrie sur les comprimés.

Grâce à ces valeurs, il a été possible d'obtenir des volumes massiques intéressants. Tout d'abord, le volume massique des inclusions est obtenu simplement en comparant le volume massique du pulvérulent et celui obtenu avec la densité théorique maximale. Ensuite, le volume massique des porosités extracristallines (pores ouverts comme fermés) a été obtenu en comparant le volume massique obtenu avec le pied à coulisse et celui du HMX pulvérulent afin de ne pas prendre en compte les inclusions. Cette valeur englobe les pores ouverts et fermés. Enfin, le volume massique de porosités fermées a été obtenu en comparant le volume massique obtenu avec les pycnométries sur comprimé et le volume massique obtenu avec les pycnométries sur pulvérulent.

Cette dernière colonne est à mettre en parallèle avec les résultats des analyses BET. On remarque que pour le M3c, les résultats sont cohérents avec les résultats de physisorption : le volume massique de porosités fermées augmente avec le taux de compression, ce qui signifie que de plus en plus de porosités sont fermées, ce qui explique la baisse de surface spécifique (voir Figure II.13). Concernant le Classe E, le volume massique des pores fermés reste relativement constant, au contraire des résultats de la surface spécifique obtenue par BET. En effet, il est à noter que les résultats présentés sont moins précis que ceux obtenus avec la surface BET. En effet, pour les obtenir, on a considéré que la masse de gaz présente dans les porosités était négligeable par rapport à la masse de HMX, de même que pour le solvant saturé en HMX présent dans les inclusions [10]. De plus, de nombreuses mesures ont été nécessaires pour chaque échantillon. Aussi, les résultats et valeurs présentés ci-dessus ne doivent pas être considérés comme irrévocables mais plutôt permettre de dégager des tendances.

II.2.h. Résumé

De nombreuses caractérisations ont été pratiquées sur les trois lots de HMX retenus au cours de l'étude pour leur différence initiale de taille de grains : le HMX M3c ayant des grains de l'ordre du micromètre, le HMX Classe E ayant des grains de l'ordre de la dizaine de micromètres et le 150-200 ayant des grains de l'ordre de la centaine de micromètres. Dans un premier temps, il a fallu caractériser les explosifs bruts pulvérulents. Des granulométries LASER ont donc été pratiquées et ont permis de déterminer la taille moyenne des grains de ces lots ainsi que la répartition granulométrique. Des observations au microscope électronique à balayage ont également été réalisées afin de préciser et conforter les résultats des granulométries laser et de les illustrer.

Une fois ces caractérisations effectuées, la poudre comprimée a été caractérisée à différents taux de compression, donnés en pourcentage de la densité maximale théorique. Pour ce faire, il a tout d'abord fallu établir les courbes de compression des différents lots, c'est-à-dire la courbe décrivant le taux de compression obtenu pour une certaine pression appliquée sur la poudre. Différents chargements ont donc été appliqués sur la poudre dans des matrices en bronze pour former des comprimés dont les mensurations ont été relevées au pied à coulisse, permettant ainsi d'en obtenir la masse volumique apparente. Chaque point résulte d'une moyenne de deux à trois mesures de densité.

Ces courbes ont ensuite permis de viser des taux de compression précis, se trouvant dans le domaine qui nous intéresse c'est-à-dire entre 80% et 90% de la TMD. Des comprimés à 80%, 85% et 90% ont donc été réalisés puis déconsolidés au bain d'ultrasons afin d'en mesurer les nouvelles granulométries, sur les lots comprimés cette fois. Pour chaque taux de compression et pour chaque lot, un ensemble de trois mesures a été effectué. L'ensemble de ces mesures ont montré de façon inattendue que, malgré un grand écart entre les tailles de grains des lots en pulvérulent, cet écart disparaissait lorsque ces lots étaient comprimés. Ainsi, la moyenne des tailles de grain est comprise entre 1.2 et 2.3 μm . Cela signifie que la granulométrie seule ne peut pas expliquer les différences de comportement entre les lots et les taux de compression lors d'une Transition Déflagration-Détonation. Des clichés au microscope électronique à balayage ont également de nouveau été effectués, confirmant la forte fracturation des grains les plus gros lors des compressions, les ramenant à des tailles de l'ordre du micromètre. En outre, le 150-200 comprimé présente des arêtes vives, suite à la fracturation des gros grains initiaux.

Il a donc été nécessaire de pratiquer d'autres mesures sur les lots comprimés. Ainsi, des physisorptions de Krypton ont été réalisées sur des comprimés de chaque lot ainsi que sur les lots pulvérulents comme référence. Ces mesures permettent de connaître précisément la surface spécifique des comprimés (erreur inférieure à 2%), qui est un des paramètres prépondérants influant la vitesse de décomposition des matériaux énergétiques. Les résultats ont montré différentes variations selon les lots et surtout, des valeurs d'une différence significative entre

chaque lot pour un même taux de compression. Ainsi, pour tous les taux de compression, la surface spécifique du M3c est plus grande que celle du Classe E, elle-même plus grande que celle du 150-200. Lors du passage de l'état pulvérulent à un état comprimé à 90%, le rapport entre les surfaces spécifiques du Classe E et du 150-200 varie d'un facteur de 3 à 8 et le rapport entre les surfaces spécifiques du M3c et du 150-200 varie de 7 à 60. Pour chaque lot, la surface spécifique augmente tout d'abord à cause de la fracturation des grains, puis diminue suite à la formation d'agrégats et à la fermeture des pores.

Enfin, des mesures de porosimétrie mercure ont été faites sur les mêmes échantillons que pour la physisorption gazeuse afin de mesurer la taille des pores dans les comprimés. La taille des pores est un paramètre majeur permettant aux produits de combustion de remonter plus ou moins facilement en amont du front de combustion afin de préchauffer le mélange gaz/poudre et ainsi d'accélérer le front de combustion. Des tailles de pore plus importantes favorisent également l'apparition de points chauds au passage d'une onde de pression lors de la phase de combustion compressive. Ces résultats ont révélé, tout comme pour la physisorption gazeuse, de grands écarts de tendances entre les différents lots aux mêmes taux de compression, ainsi que des variations marquées d'un taux de compression à l'autre pour les plus grosses granulométries, à cause d'une plus forte tendance du grain à se fracturer. La distribution des tailles de pores est principalement bimodale pour le 150-200 (0.7-7 μm) et le Classe E (0.25-0.64 μm). De grandes différences existent avec le M3c qui présente des tailles de pores plus petites (0.2 μm).

II.3. Tests de déflagration

A l'issue de la phase de caractérisation des différents lots, des tests de déflagration ont été effectués. Ces tests ont pour but de voir s'il est possible, en fonction du taux de compression et de la granulométrie initiale, de transiter d'un régime de déflagration à un régime de détonation et de connaître la distance nécessaire dans l'explosif pour réaliser cette transition. Les tubes de déflagration ont été initiés thermiquement avec une source LASER délivrant une puissance constante d'un tir à l'autre. De la même manière, les conditions de confinement ont été dans la mesure du possible conservées pour les différents tests d'une même campagne de tir. Les quatre campagnes expérimentales seront successivement décrites, ainsi que deux essais de faisabilité avec l'observation des transitions avec des caméras à fente. Une synthèse présentera un résumé des essais ainsi que des premières conclusions.

a. Observation avec caméra à fente de tubes de déflagration transparents

En préliminaire, des tirs ont été effectués dans une configuration de tube de déflagration utilisant un tube transparent afin de tenter d'observer le phénomène de transition à l'aide d'une caméra à fente. Le principe d'une caméra à fente est de restreindre la fenêtre d'observation d'un phénomène à une fente d'une largeur de quelques dizaines de micromètres et de dérouler celle-ci sur un axe temporel. Cela permet d'obtenir un enregistrement se présentant sous la forme d'un diagramme $x - t$.

Ainsi, pour ces essais préliminaires, du HMX Classe E a été comprimé dans deux tubes de 80 mm de long et 4 mm de diamètre interne. L'un de ces tubes était en plexiglass et l'autre en polycarbonate, moins transparent mais plus résistant. Afin d'augmenter leur résistance, ces tubes ont été dotés d'un sur-confinement en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa) muni d'une fente d'observation, les deux tubes étant maintenus ensemble entre deux plaques serrées par quatre boulons, comme illustré sur la Figure II.22 ci-dessous.

Les tubes transparents ont été remplis de HMX Classe E comprimé à 110 MPa, pression ayant conduit à l'obtention d'un taux de compression de 91% de la TMD. Comme précisé pour les caractérisations, ces compressions ont été réalisées par incrément de 4 mm de hauteur environ, correspondant au diamètre interne du tube afin d'éviter un gradient de taux de densité dans l'incrément d'explosif. Le dispositif est initié par une diode LASER dont l'énergie est déposée sur l'explosif par une fibre optique placée au contact de ce dernier comme illustré sur le schéma du montage vu en coupe (Figure II.23). Cependant, les cristaux de HMX étant transparents à la longueur d'onde du LASER (940 nm), il a été nécessaire de rajouter une couche de 1 mm de HMX Classe E mélangé avec 3% de noir de carbone qui agit comme dopant optique permettant d'absorber toute l'énergie du LASER. La fibre optique est amenée au contact de cette composition à l'aide d'un connecteur spécifique vissé dans le tube. L'herméticité et

l'étanchéité sont assurées grâce à l'usage d'un frein-filet permettant de maintenir les hautes pressions et hautes températures dans les conditions de déflagration. Finalement, le tube a été chargé avec 1.9 g de HMX (2.3 g en équivalent TNT).

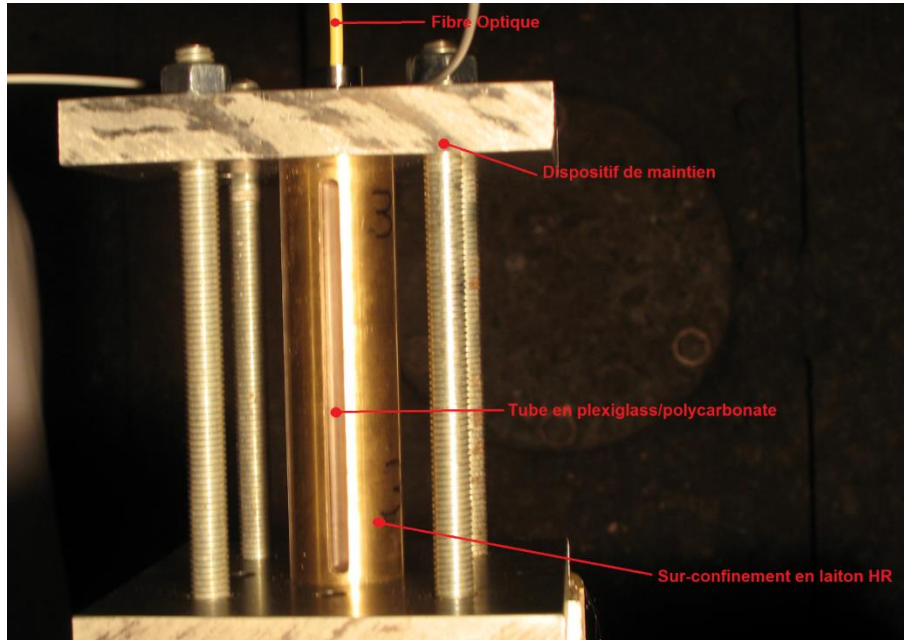


Figure II.22 - Illustration du montage du tube pour les tirs avec caméra à fente

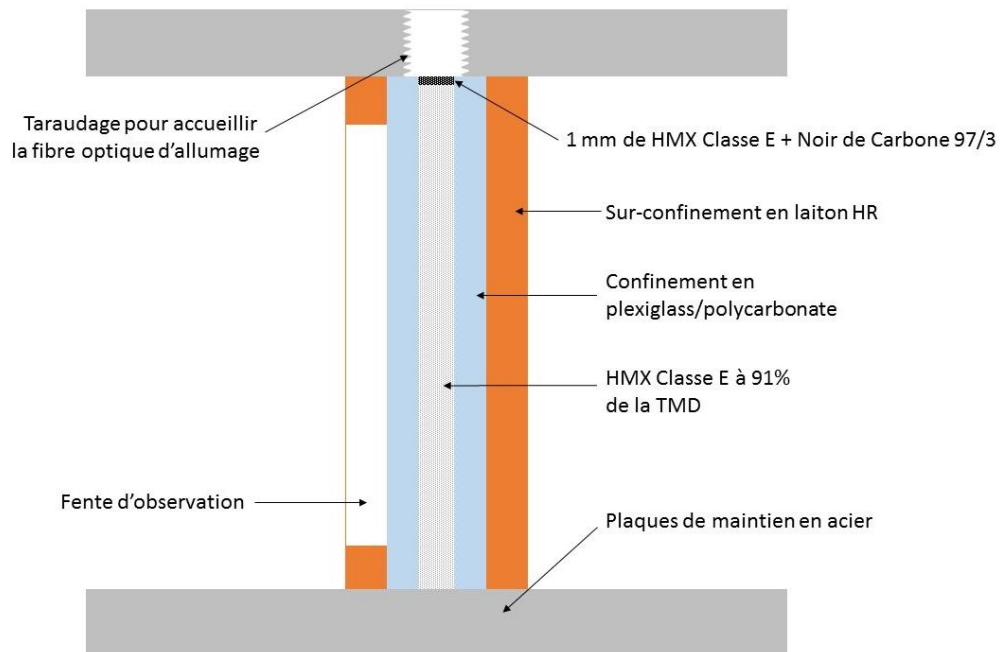


Figure II.23 - Schéma du montage des tubes pour les tirs avec caméra à fente

Le schéma sur la Figure II.24 présente le dispositif mis en place pour observer ce test.

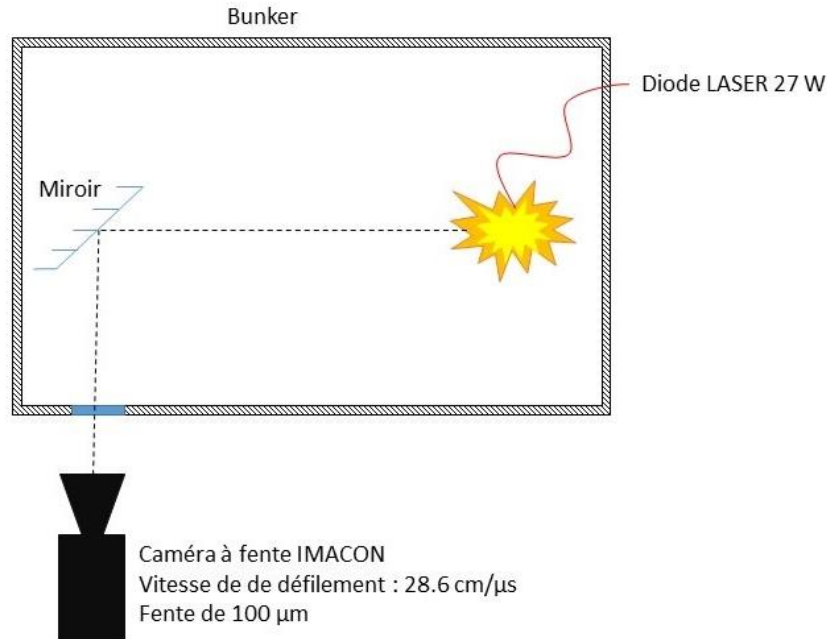


Figure II.24 - Schéma du dispositif expérimental pour les tirs avec caméra à fente

Ce tir a été observé avec une caméra à fente Imacon placée à l'extérieur du bunker de tir derrière un hublot de protection. Un miroir permet de renvoyer l'image sur cette dernière afin de ne pas exposer la fenêtre d'observation aux éclats. L'alignement de la fente de la caméra avec la fente d'observation dans le tube de laiton ainsi que la mise au point ont été effectués à l'aide d'une cible papier possédant des graduations afin de fournir une échelle spatiale de référence, en prenant un cliché statique avec la caméra (voir Figure II.25 ci-dessous).

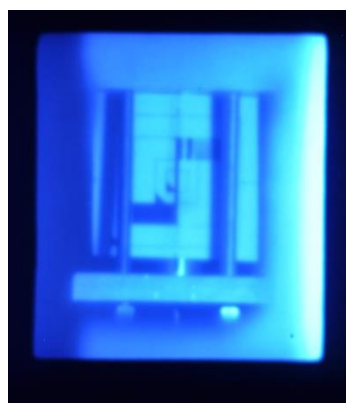


Figure II.25 - Cible utilisée à la fois comme échelle spatiale (40 mm entre le haut et le bas des deux bandes noires) et pour régler l'alignement de la fente avec le tube

Malheureusement, ces observations ont échoué car la fenêtre d'enregistrement temporelle réglée était trop courte ne permettant pas de capturer le phénomène (comme montré

Figure II.26). De plus, le confinement en polycarbonate renforcé avec un sur-confinement en laiton haute résistance a cédé de façon prématurée sous la brutale montée en pression due à la décomposition de l'explosif, conduisant à un déconfinement rapide de celui-ci. Tout ce qui est visible sur le cliché n'est donc qu'un flash lumineux dû à la post-combustion du HMX éjecté du confinement.



Figure II.26 - Cliché pris avec la caméra à fente présenté sous forme de diagramme $x-t$

Suite à ces deux échecs, les tirs en caméra à fente avec confinement transparent ont été abandonnés. Ces expériences n'ont cependant pas été inutiles car elles nous ont permis de corriger les erreurs de synchronisation des différents appareils lors des tirs suivants.

b. Première campagne de tirs avec tubes pleins

Il a donc été décidé de passer à l'étude expérimentale mettant en œuvre un confinement renforcé tel qu'initialement prévu. Pour ce faire, le montage présenté sur la Figure II.27 a été mis en place. Ce schéma représente une partie du dispositif expérimental mis en place afin d'étudier l'influence du taux de compression et de la granulométrie initiale sur le phénomène de Transition Combustion-Déflagration-Détonation. L'échantillon devant être étudié est comprimé dans un tube totalement en laiton Haute Résistance (limite élastique de 625 MPa) d'un diamètre intérieur de 4 mm et d'une épaisseur de 2 mm. Ce tube est fermé à une extrémité par un bouchon et comporte à son autre extrémité un taraudage permettant d'accueillir le connecteur de la fibre optique mentionné dans la partie précédente. A l'intérieur de ce tube, le lot choisi est comprimé à la pression désirée sur 80 mm de hauteur, par incréments de 4 mm, puis est surmonté d'une couche de 1 mm de composition d'allumage composée de 97% en masse de HMX Classe E mélangé avec 3% de noir de carbone. Cette composition est conservée pour tous les lots testés afin de faire varier au minimum le temps d'initiation en combustion de

la poudre explosive par le LASER. Cette composition est comprimée à la même pression que l'échantillon à tester afin de ne pas impacter le taux de compression de celui-ci.

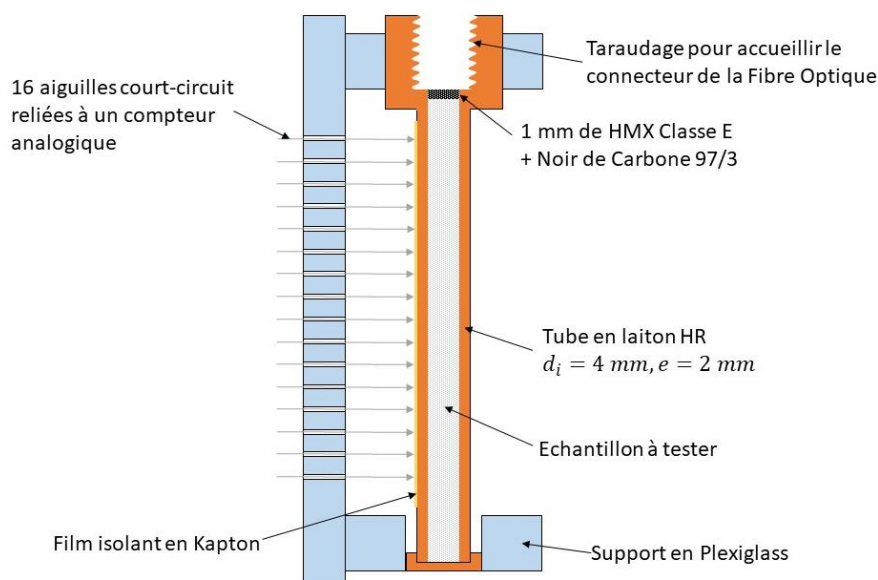


Figure II.27 - Schéma de principe du montage de tir des tubes métalliques avec caméra rapide

En suivant le protocole qui a été décrit plus tôt (partie II.2.a), plusieurs dizaines de tubes ont été remplis avec les différents lots de HMX comprimés à des taux de compression compris entre 75% et 90% de la TMD. Et bien que des problèmes techniques aient été rencontrés lors des compressions et lors de la préparation des tirs, les résultats ont été probants. Ces problèmes concernaient la phase de compression de la poudre explosive, et plus particulièrement les frottements entre le piston et le tube. En effet, pendant une phase de compression, de la poudre peut remonter entre le piston et le tube et créer des frottements supplémentaires, voir un blocage. Pour remédier à cela, le piston était nettoyé à l'acétone entre chaque compression, et il fallait poncer celui-ci à l'aide de papier de verre afin de retirer de potentielles traces de poudre trop comprimées pour se dissoudre facilement dans l'acétone. De plus, pour faciliter l'extraction du piston, la presse a été munie d'une fourchette permettant d'agripper le piston et de l'extraire en commandant la presse depuis l'extérieur de la cellule. Malgré cela, certains tubes ont été mal remplis et possédaient le mauvais taux de compression. Il est même arrivé qu'un piston reste bloqué dans le tube à moitié rempli et celui-ci a dû être détruit par mesure de sécurité.

Les tirs ont été observés grâce au dispositif expérimental décrit sur le schéma de la Figure II.28.

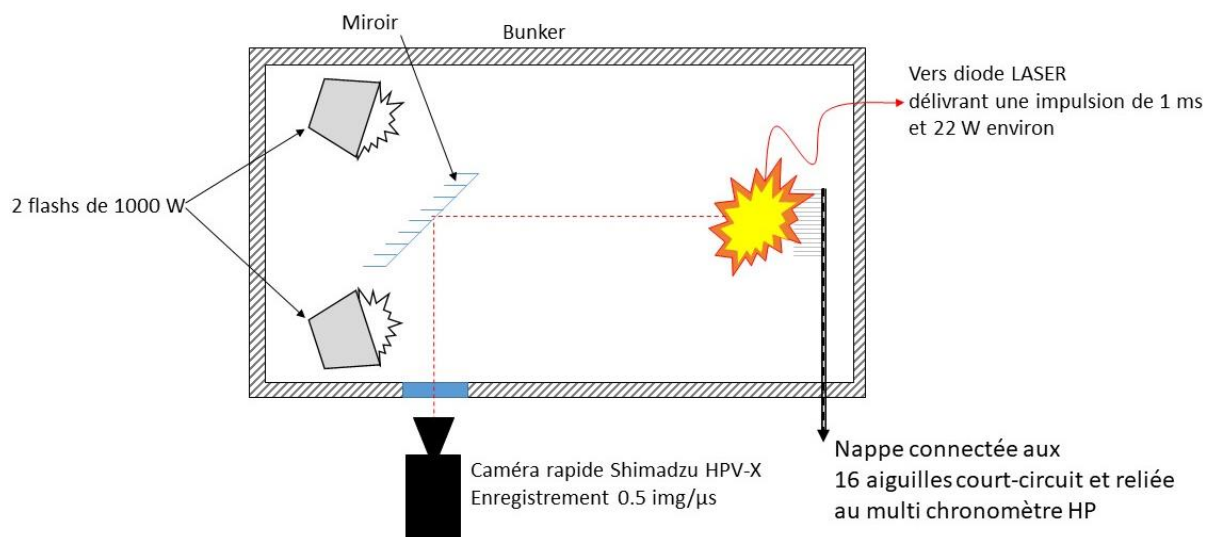


Figure II.28 - Schéma du dispositif de mesure des tirs de tubes pleins avec caméra rapide

Les différents phénomènes dynamiques sont observés à l'aide d'une caméra rapide Shimadzu HPV-X enregistrant une image toutes les $2 \mu\text{s}$ pour une durée totale d'enregistrement de $256 \mu\text{s}$. Deux flashes de 1000 W chacun fournissent la lumière nécessaire pour l'observation du phénomène avec un temps de pause extrêmement court. Comme montré sur les Figures précédentes Figure II.27 et Figure II.28, le tube est placé sur un support en plexiglass et couvert en partie de kapton. Des aiguilles à court-circuit sont mises au contact du kapton et reliées à l'aide d'une nappe à un chronomètre haute précision (HP). Après initiation du dispositif, et sous l'effet du relèvement du tube, les aiguilles percent le kapton, envoyant un signal électrique au chronomètre capable d'enregistrer un temps avec une précision de 2 ns. Les 16 aiguilles étant à distance constante de 4,5 mm les unes des autres, il est possible de connaître la position du front de réaction dans le tube en fonction du temps et ainsi d'observer une éventuelle transition entre une déflagration et une détonation.

Concernant le déroulement du tir, de la même façon que pour les tirs avec la caméra à fente, la fibre optique amenant le pulse LASER permettant d'initier thermiquement l'explosif est mise au contact de la composition d'allumage à l'aide d'un connecteur Haute Température Haute Pression (HTHP) vissé directement dans le tube. Tous les équipements de mesure permettant l'observation du phénomène sont alors synchronisés afin d'enregistrer de la façon suivante le phénomène qui a une durée caractéristique de $\sim 100 \mu\text{s}$.

- Un premier signal de déclenchement est envoyé aux flashes, le temps d'illumination étant plus long que tous les autres phénomènes.

- Avec un délai de 450 μs qui permet aux flashes d'atteindre le maximum d'éclairement, un signal est envoyé à la diode LASER qui délivre alors une impulsion de 22 W environ à l'explosif.
- Après un deuxième délai de 50 μs , l'enregistrement de la caméra est déclenché. Ce délai permet de prendre en compte le temps d'initiation de la composition d'allumage par le LASER et permet d'être sûr que l'ensemble du phénomène est enregistré par la caméra.
- L'enregistrement des signaux des aiguilles à court-circuit se déclenche automatiquement lors de la détection du premier signal.

En utilisant cette méthode, les tirs ont pu être enregistrés pour les différents lots à différents taux de compression. Lors d'une première campagne de tirs, les trois lots ont été testés à des taux de compression de 80%, 85% et 90% de la TMD. Et bien que les premiers tirs aient échoué à cause d'un mauvais remplissage du tube (la composition d'allumage n'étant pas en contact avec le connecteur de la fibre optique), les résultats ont été globalement satisfaisants. Différents comportements ont en effet été observés selon le lot de HMX utilisé et le taux de compression étudié. Un exemple de résultat est donné Figure II.29 ci-dessous, illustrant une transition déflagration-détonation typique.

Cette illustration est extraite de la vidéo enregistrée par la caméra rapide. Lors de ce tir, un tube en laiton rempli avec du HMX 150-200 comprimé à 83% de la TMD (environ 1.580 g/cm^3) a été initié thermiquement à l'aide d'une fibre optique visible sur la droite de la photo. Les aiguilles à court-circuit sont quant à elles disposées à l'arrière du tube par rapport à la caméra (fils visibles sous le tube). Sur ce cliché sont visibles les deux régimes de décomposition séparés par une frontière assez nette qui correspond au point de transition qui nous intéresse. À droite de cette frontière, près du point d'initiation, on voit que le tube explose en gros fragments, signe d'une déflagration (puissance libérée relativement plus faible), laissant dans le même temps échapper de la poudre claire qui est en fait du HMX non consommé. À gauche de cette frontière, on voit que les fragments du tube sont beaucoup plus petits, signe d'une détonation avec une puissance libérée bien plus importante, et une fumée noire s'échappant du tube qui est due aux produits de détonation. Ces deux phénomènes sont encore mieux mis en évidence par la vidéo du tir dans laquelle on voit nettement la forte accélération du front de réaction.

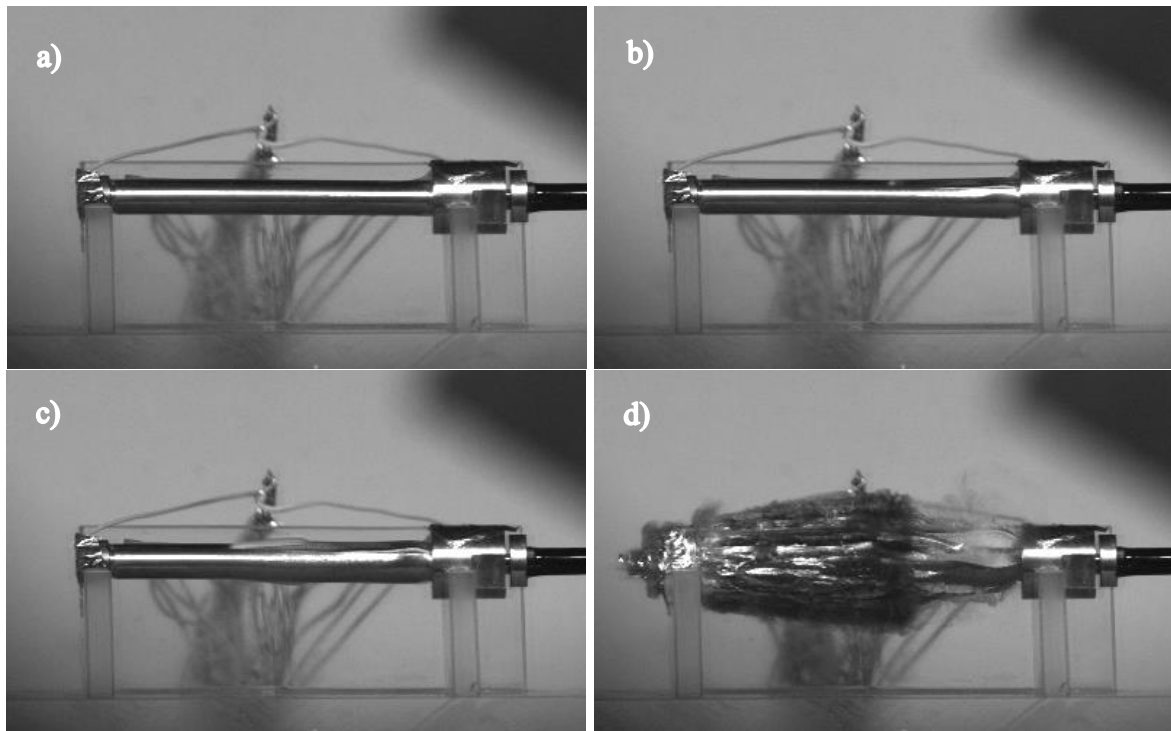


Figure II.29 - Illustration mettant en évidence le phénomène de TCoDD avec du HMX 150-200 comprimé à 83% de la TMD à a) t_0 , b) $t_0 + 30 \mu s$, c) $t_0 + 32 \mu s$, d) $t_0 + 44 \mu s$

Cette accélération du front réactif est également mise en évidence par les aiguilles court-circuit qui ont donné de très bons résultats de mesure dans la majorité des cas. Le diagramme $x - t$ résultant des mesures des aiguilles à court-circuit lors du tir est présenté sur la Figure II.30.

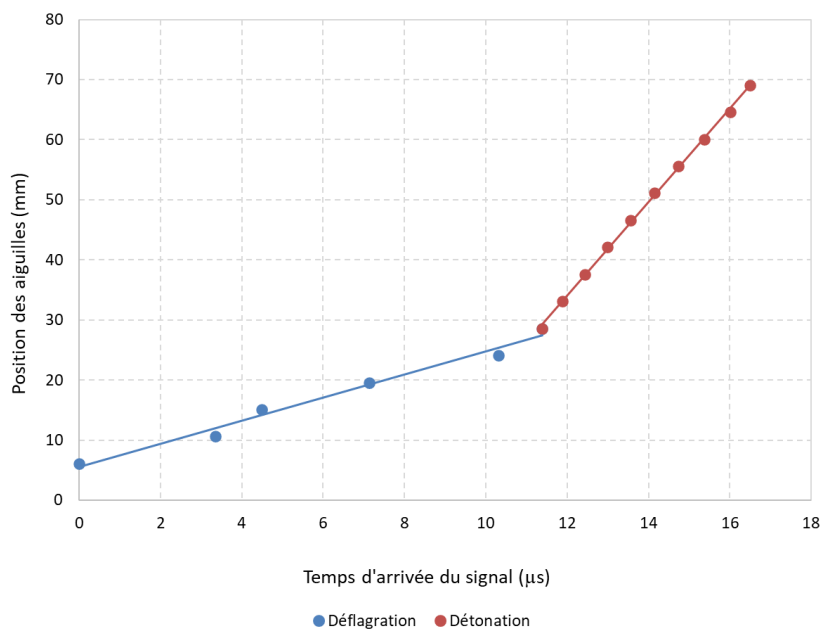


Figure II.30 - Résultat des aiguilles court-circuit pour le HMX 150-200 à 83% de la TMD

Sur ce diagramme, l'espace étant donné sur l'axe des ordonnées et le temps sur l'axe des abscisses, plus la pente est raide, plus le front réactif est rapide. Ici, chaque point représente le signal d'une aiguille qui témoigne du gonflement du tube au passage de l'onde réactive. On observe très clairement une augmentation brutale de la pente à l'instant $11.5 \mu\text{s}$, signe d'une accélération de la réaction. On a tout d'abord la courbe bleue qui représente une déflagration avec une vitesse de propagation moyenne de 1976 m/s . En effet, cette phase n'est pas complètement stationnaire et est sujette à une accélération progressive. Plusieurs études expérimentales ont d'ailleurs mis en évidence ce phénomène d'accélération, comme les tests de déflagration réalisés par Luebcke *et al.* [61] avec de la pentrite (PETN) poreux observé avec une caméra à fente à travers une fenêtre transparente dans le tube. Cette expérience montre clairement l'accélération du front en deux phases de déflagration de vitesse quasi-constante. Cependant, sur le graphique de la Figure II.30, on n'observe pas le même comportement : la vitesse de déflagration semble être relativement constante. Cela pourrait être dû au fait que les conditions expérimentales soient différentes, ou bien que les moyens d'observation mis en œuvre n'aient pas une résolution spatiale suffisante.

On a ensuite un changement brutal de pente, avec la courbe rouge représentant la détonation. La pente de cette portion de la courbe nous donne une vitesse moyenne de 7793 m/s , ce qui est cohérent avec une vitesse de détonation de HMX avec une faible porosité (pour rappel, à la TMD, la vitesse de détonation est de 9100 m/s). Il est à noter que toutes les aiguilles n'ont pas toujours renvoyé de signal, ou bien que celui-ci n'était pas exploitable, c'est la raison pour laquelle les 16 aiguilles ne sont pas toujours toutes représentées sur les graphiques. Pour chaque tir, dans le cas où une détonation a eu lieu, la distance de transition est obtenue en calculant l'intersection des deux droites de tendance définissant respectivement la déflagration et la détonation. Ici, la distance de transition calculée est de 26.9 mm par rapport au point d'initiation de l'explosif.

Afin d'être sûr que tous les paramètres influençant la distance de transition sont contrôlés ainsi que pour s'assurer des résultats obtenus, tous les tirs pour une configuration donnée (même lot et même taux de compression) ont été systématiquement doublés. Le résultat des aiguilles à court-circuit de deux tirs ayant la même configuration est présenté sur la Figure II.31. Sur ce graphique sont affichés les résultats du tir présenté plus tôt et ceux du deuxième essai réalisé dans les mêmes conditions. Le résultat est très satisfaisant. Certes, les transitions ne se produisent pas au bout de la même durée, probablement à cause de différences dans le temps d'occurrence des mécanismes pré-transition. Cela se traduit par des vitesses moyennes différentes de 1976 m/s et de 1605 m/s pour les deux tirs. Cependant, les transitions se produisent sensiblement à la même distance, ce qui veut dire que les tirs sont reproductibles. On peut noter que les vitesses de détonation sont similaires pour les deux tirs (vitesse moyenne de 7829 m/s pour le second tir), résultat attendu puisque la vitesse de détonation dépend du taux de compression du matériau énergétique.

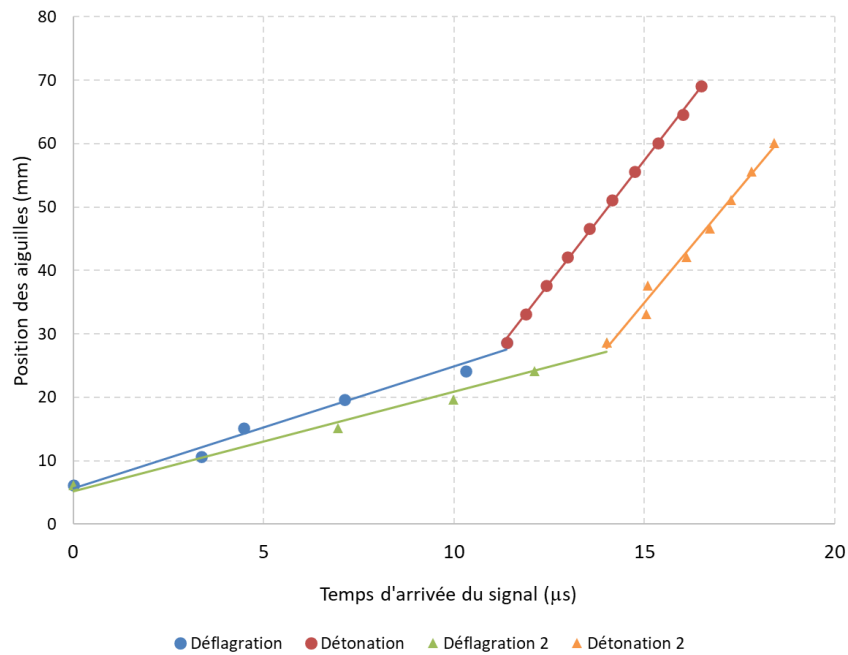


Figure II.31 - Comparaison de deux tirs de deux lots identiques comprimés avec la même pression

Cette reproductibilité est confirmée visuellement lorsque l'on compare deux clichés pris avec la caméra rapide et la distance qui sépare le début du tube de la frontière décrite plus tôt, comme illustré par la Figure II.32. Comme on peut le voir sur cette figure, les distances de transition entre les deux dispositifs chargés selon la même configuration sont sensiblement identiques. Cela témoigne du fait que les paramètres influant sur cette distance sont tous bien maîtrisés : confinement et microstructure.

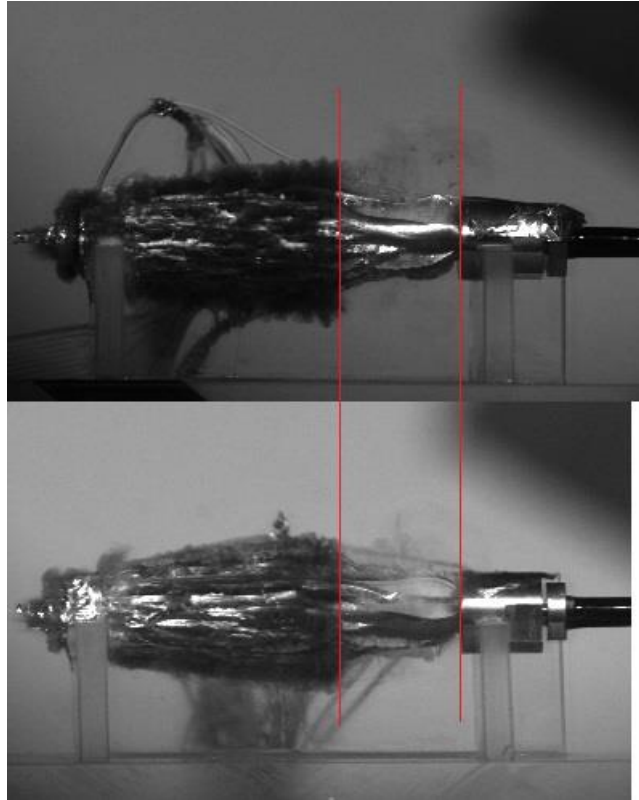


Figure II.32 - Illustration de la reproductibilité des tirs – HMX 150-200 à 83%

Durant cette première campagne de tir, un total de 19 essais ont été conduits pour les trois lots, à différents taux de compression. En cas de non-feu, résultant d'un mauvais contact entre la fibre optique et la composition d'allumage, les compositions d'allumage ont été recomprimées et les tubes tirés. Le détail de ces tirs est donné dans le Tableau II.6.

La première chose que l'on peut noter à propos de cette campagne de tir, c'est que les phénomènes de transitions n'ont été observés que pour le HMX 150-200 comprimé. En effet, pour le Classe E et le M3c, la montée en pression au démarrage de la réaction semble beaucoup plus rapide que pour le 150-200, si bien que l'intégrité du confinement n'a pu être maintenue. Celui-ci cède en fait dès les premiers instants, laissant échapper beaucoup de matière et d'énergie avant que la réaction n'ait atteint une vitesse suffisante, au contraire du 150-200 pour lequel le confinement cède également, mais bien plus lentement par rapport à la vitesse de propagation du front, ce qui permet à la réaction d'accélérer et à la transition de se produire. La Figure II.33 illustre ce phénomène de rupture du confinement pour le Classe E.

Étude expérimentale

# tir	Lot de HMX	Taux de compression (% de TMD)	Masse Volumique (g/cm ³)	Pression de compression (MPa)	Puissance LASER déposée (W)	Transition ?	Distance de transition (±2,25 mm)	Vitesse du front de détonation (km/s)
2	150-200	83	1.581	40.5	22.73	☑	27.0	7.793
3	150-200	83	1.581	40.5	23.23	☑	26.9	7.829
4	150-200	88	1.676	78.6	22.98	☑	?	?
5	150-200	88	1.676	78.6	21.72	☑	50.4	9.032
6	Classe E	77	1.467	55.6	22.73	☒	/	/
7	Classe E	77	1.467	55.6	22.98	☒	/	/
8	Classe E	83	1.581	117.1	21.21	☒	/	/
9	Classe E	83	1.581	117.1	22.98	☒	/	/
10	Classe E	90	1.715	181.0	21.97	☒	/	/
11	Classe E	90	1.715	181.0	22.73	☒	/	/
12	M3c	80	1.524	55.6	22.98	☒	/	/
13	M3c	80	1.524	55.6	22.98	☒	/	/
14	M3c	84	1.600	104.3	22.73	☒	/	/
15	M3c	84	1.600	104.3	22.98	☒	/	/
16	150-200	81	1.543	28.0	22.98	☑	23.1	7.693
17	150-200	81	1.543	28.0	22.73	☑	22.7	7.693
18	150-200	78	1.486	13.8	23.23	☑	24	7.896
19	150-200	78	1.486	13.8	22.73	☑	24	7.623
22	150-200	65	1.238	0.0	22.98	☑	30.2	5.860

Tableau II.6 - Résumé des tirs de la première campagne. ☑ transition effective, ☒ pas de transition observée par les aiguilles et la caméra vers la détonation.

Zone en orange : transition observée uniquement par la caméra. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 2 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

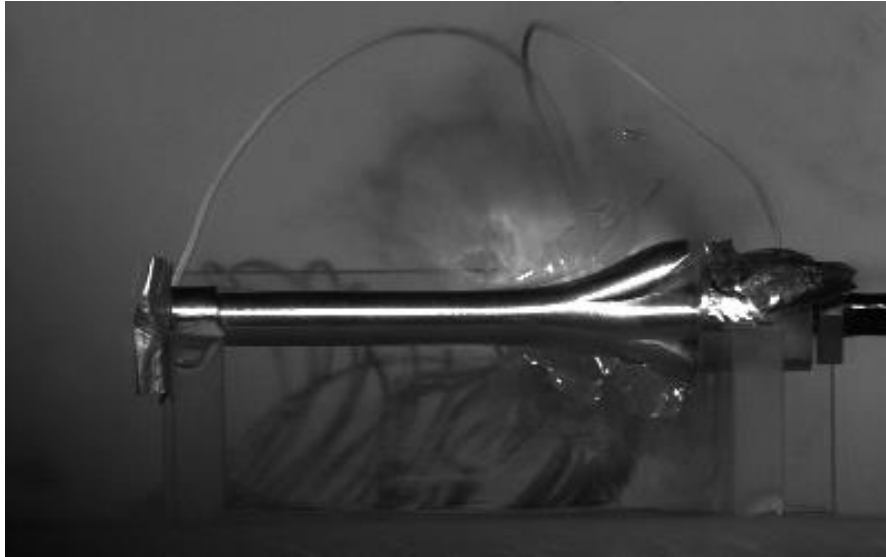


Figure II.33 - Rupture de confinement pour du HMX Classe E comprimé à 83% de la TMD

Il est à noter cependant que pour les tirs 12 et 13, mettant en œuvre du HMX M3c comprimé à 80%, il n'y a pas eu de transition sur les 80 mm du tube, bien que le confinement ait résisté. Ce résultat, qui nous a paru plutôt anodin lors de cette campagne, s'est révélé primordial par la suite, ce qui sera confirmé par les campagnes suivantes. Cela peut indiquer que le point de transition se situe après 80 mm.

La deuxième chose importante de cette campagne de tir, est la variation de la distance de transition pour le HMX 150-200 en fonction du taux de compression. Cette variation est très nette. En effet, la distance de transition a un minimum qui se situe entre 65% de la TMD, taux de compression obtenu en remplissant simplement le tube de poudre sous forme pulvérulente (sans lui appliquer de compression) et 81% de la TMD. Pour 88%, on note une nette augmentation de cette distance. Plusieurs tirs ne peuvent malheureusement pas être exploités. En effet, pour le tir 4, bien qu'une transition ait eu lieu (présence de produits de détonation visibles à la caméra), il est impossible de la localiser à l'aide des aiguilles ou de la caméra. Les tirs 18 et 19 posent également problème puisque, à la suite d'une mauvaise préparation des aiguilles, celles-ci n'ont pas donné de résultat. Les résultats affichés dans le tableau et surlignés en orange ont été obtenus en tentant de suivre le front réactif sur les images de la caméra rapide, ce qui est bien entendu moins précis du fait de la relative résolution temporelle de l'enregistrement (une image toutes les 2 μ s) et de la difficulté de percevoir visuellement le début du gonflement du tube.

Un autre point remarquable est qu'excepté les tirs que l'on vient de mentionner, la vitesse de détonation lorsqu'elle se produit est d'autant plus grande que la poudre est fortement comprimée, ce qui est cohérent avec de précédentes études, comme celle de Steinberg [107].

Cette campagne de tir a donc permis de dégager une première tendance pour la variation de la distance de transition en fonction du taux de compression pour le lot 150-200. Des essais complémentaires sont bien sûr nécessaires pour confirmer cette évolution. Ils seront décrits lors de la présentation des campagnes 3 et 4 ci-après.

L'objet de la deuxième campagne a été plutôt de tenter d'obtenir une tendance pour les deux autres lots, de granulométrie initiale plus fine. Pour ce faire, et puisque la montée en pression de ces lots était trop importante pour maintenir l'intégrité des tubes utilisés pendant la phase de déflagration, des tubes différents ont été réalisés. Ceux-ci ont été conçus comme ceux de la première campagne de tir, mais avec une épaisseur de paroi beaucoup plus importante. Ainsi, les tubes sont passés d'une épaisseur de 2 mm pour la première campagne, à une épaisseur de 6 mm, garantissant à priori une meilleure tenue mécanique lors de la phase de déflagration.

c. Deuxième campagne de tirs

Cette deuxième campagne a d'abord mis en œuvre 8 tubes épais (6 mm d'épaisseur au lieu de 2 mm) tirés dans la même configuration que pour la campagne précédente. Puis un tube d'une épaisseur de 2 mm rempli avec du HMX 150-200 comprimé à 83% a été mis en œuvre afin de tester les possibilités de visualisation offertes par une caméra à fente numérique nouvellement acquise par le groupe PCD (Physique des Chocs et Détonations). Nous reviendrons sur ce dernier essai par la suite. Les tubes plus épais ont été remplis avec du Classe E pour 5 tubes et du M3c pour les 3 autres tubes. Le Tableau II.7 résume l'ensemble de ces tirs.

On remarque tout d'abord que, lors de cette campagne, tous les tirs mettant en œuvre du HMX Classe E ont transité en détonation, alors que pour le M3c seul le tir où celui-ci a été le moins comprimé a transité en détonation.

Comme on pouvait s'y attendre, l'exploitation des résultats des aiguilles à court-circuit a été rendue difficile à cause de l'épaisseur du tube qui a empêché le confinement de gonfler au passage de l'onde réactive, rendant celle-ci indétectable en-dessous d'un régime de détonation. Cela a également rendu imprécise la détermination du point de transition. Il est à noter également que les résultats des aiguilles du premier tir (en orange) n'ont pas pu être exploités, dû à une mauvaise préparation du tir ; les résultats présentés ont été obtenus en exploitant l'enregistrement vidéo. Le tir surligné en rouge a été écarté en raison d'une erreur de réglage de la pression lors de la phase de compression de l'explosif.

Un problème qui n'avait pas été anticipé est le comportement mécanique différent du confinement par rapport à la première campagne lors des compressions. En effet, comme on peut le voir dans le Tableau II.7, les taux de compression obtenus pour une même pression appliquée sont plus faibles que ceux obtenus lors de la première campagne. Par exemple, pour le Classe E comprimé à 55.6 MPa, on obtenait un taux de compression de 77% lors de la première campagne contre 70% ici. Cela est dû au fait que le tube se dilate moins lorsque la pression de compression est appliquée du fait de sa plus grande résistance, augmentant les forces de frottement sur le piston. Il est à noter que le piston gonfle également (déformation élastique) et ce d'autant plus que la pression exercée augmente. Il faut rajouter à cela le possible passage de particules de HMX Classe E entre le piston et le tube. Tout cela résulte en une diminution de l'effort de compression appliqué directement sur la poudre, d'où la baisse de taux de compression atteint.

# tir	Lot de HMX	Taux de compression (% de TMD)	Masse Volumique (g/cm ³)	Pression de compression (MPa)	Puissance LASER déposée (W)	Transition ?	Distance de transition (±2,25 mm)	Vitesse du front de détonation (km/s)
1	Classe E	70	1.334	55.6	22.98	☑	26	7.005
2	Classe E	70	1.334	55.6	22.98	☑	28.6	7.223
3	Classe E	75	1.429	65.8	22.73	☑	28.6	7.784
4	Classe E	75	1.429	65.8	22.98	☑	24.1	7.704
5	Classe E	84	1.600	65.8	21.72	☑	24.1	8.167
6	M3c	79	1.505	65.8	22.98	☒	/	/
7	M3c	79	1.505	65.8	22.47	☒	/	/
8	M3c	59	1.124	0.0	22.73	☑	61.0	6.140

Tableau II.7 - Résumé des tirs de la deuxième campagne ☑ transition effective, ☒ pas de transition observée par les aiguilles et la caméra vers la détonation. Zone en orange : transition observée uniquement par la caméra, zone en rouge : anomalie obtenue lors de la phase de compression. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 6 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

Cela a également posé problème lorsque la pression a été augmentée pour atteindre un taux de compression plus élevé pour le Classe E. Le piston s'est en effet retrouvé définitivement bloqué dans le tube en partie chargé et le tout a dû être détruit par des raisons de sécurité. C'est la raison pour laquelle le taux de compression des tirs avec le Classe E ne dépasse pas les 75%. Pour remédier à ce problème, il faudrait mettre en place un nouvel outillage de compression, ce qui n'a été pas réalisé durant cette thèse, faute de temps.

Concernant le Classe E, 4 tirs ont été effectués qui ont tous transité en détonation. La Figure II.34 illustre le diagramme de marche $x - t$ à 75% de la TMD. Un phénomène de rétonation (points rouges) ainsi qu'une sur-détonation (vitesse supérieure à la vitesse de détonation établie) sur les quatre premières aiguilles peuvent être observées.

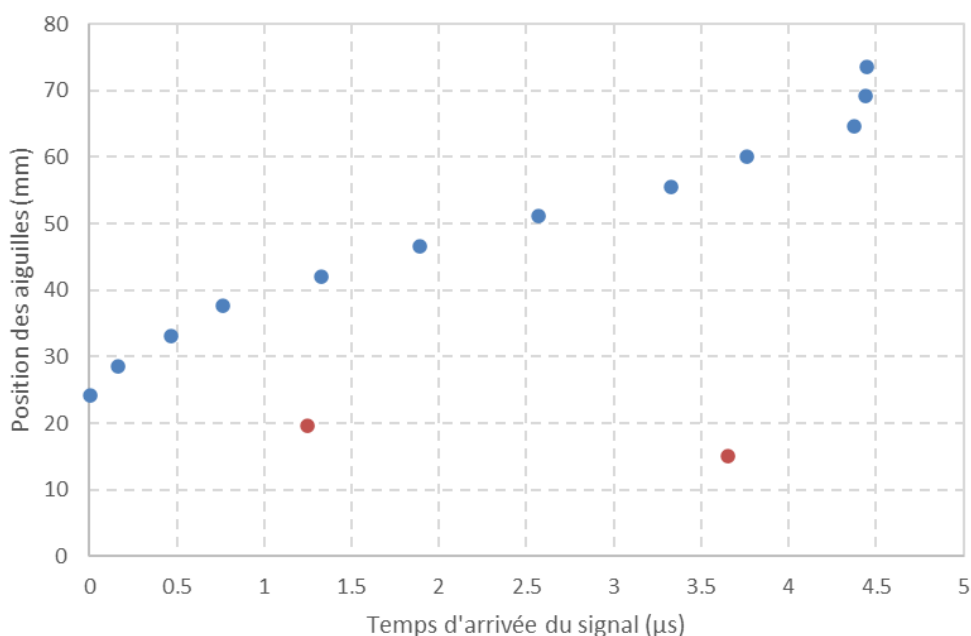


Figure II.34 - Résultat des aiguilles court-circuit pour le HMX Classe E à 75% de la TMD

Concernant le M3c, 3 tirs ont été réalisés, 2 à un taux de compression de 79% de la TMD et 1 n'ayant pas été comprimé du tout : la poudre a simplement été tassée dans le tube à l'aide du piston afin de séparer les agrégats formés à cause de la taille des grains, et d'avoir une poudre uniforme dans le tube résultant en un taux de compression de 59% de la TMD. Seul le troisième échantillon a conduit à une détonation, information importante au vu des résultats de la première campagne, et qui sera approfondi lors d'une troisième campagne. Les deux Figure II.35 et Figure II.36 illustrent le comportement observé pour la détonation dans un tube épais, à la fois du point de vue de la caméra rapide et des aiguilles à court-circuit.

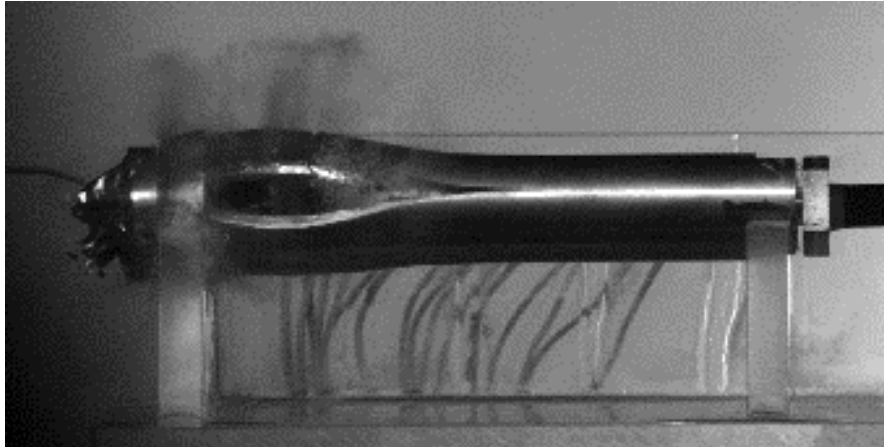


Figure II.35 - Transition Déflagration-Détonation pour du HMX M3c à 59% de la TMD

On retrouve sur la Figure II.35 le contraste entre la poudre blanchâtre non réagie et les produits de détonation plus sombres, signe qu'une transition s'est produite. On observe également que le tube n'a pas gonflé lors de la déflagration et a seulement éclaté lors de la détonation, provoquant alors un gonflement du tube en amont du point de transition. Ce comportement du tube est retrouvé sur le graphique $x - t$ sur la Figure II.36 résultant des aiguilles à court-circuit.

Comme on pouvait s'y attendre, et contrairement à la première campagne, la déflagration n'est pas visible avec les aiguilles ce qui signifie que la paroi extérieure du tube n'a pas du tout gonflé. On peut alors considérer que le point de transition entre la déflagration et la détonation est donné par le premier signal détecté par les aiguilles, en l'occurrence ici à 61 mm du point d'initiation de l'explosif. En effet, c'est le point à partir duquel la pression est suffisante pour faire rompre le confinement, c'est-à-dire le point à partir duquel la détonation s'est produite.

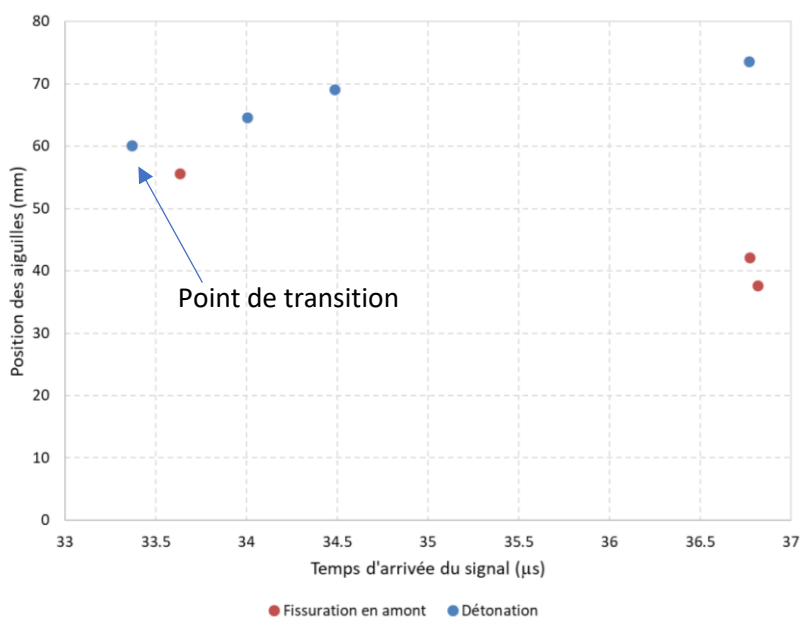


Figure II.36 - Résultat des aiguilles court-circuit pour le HMX M3c à 59% de la TMD

On peut également remarquer deux parties à cette courbe, partant de ce point. Ces parties ont été représentées de deux couleurs différentes afin de les mettre en évidence : en bleu, la courbe partant du point de transition et allant vers la fin du tube, représentant la détonation ; et en rouge, la courbe partant également du point de transition mais remontant le tube. C'est probablement dû à la présence d'une rétonation. Ces points en rouge sont liés au gonflement du tube et sont probablement liés à la propagation d'une onde réactive qui remonte vers l'amont du tube, confirmé par la caméra. Des courbes similaires ont été obtenues pour les tirs de HMX Classe E, dénotant un comportement du tube identique à celui du M3c lors d'une transition déflagration-détonation.

Cette campagne a donc permis de confirmer le comportement du M3c observé lors de la première campagne démontrant sa difficulté à transiter en détonation par rapport aux deux autres lots. En effet, celui-ci n'a détonné qu'à un taux de compression très bas, et le point de transition était situé relativement loin dans le tube. Si on compare ce résultat avec la tendance observée pour le HMX 150-200 lors de la première campagne de tir qui montre que la distance de transition augmente lorsque le taux de compression initial s'accroît, on peut supposer que le M3c ne détonne dans les 80 mm du tube que lorsqu'il n'est pas comprimé. Comme on peut le voir dans le Tableau II.7, les distances de transition pour le M3c varient moins avec le taux de compression, en comparaison avec celles du HMX 150-200 (voir Tableau II.6).

Cette campagne a également permis de mettre en évidence les problèmes techniques concernant les tirs de HMX Classe E, qui ne concernent pas le M3c. En effet, les pressions de compression mis en œuvre permettent d'obtenir des taux de compression supérieurs au Classe E.

d. Troisième campagne de tirs

La troisième campagne de tirs est le prolongement de la deuxième. Des tubes épais ont été chargés avec du M3c pour effectuer 5 tirs et du Classe E pour effectuer 2 tirs afin de confirmer et/ou compléter des mesures et essayer de préciser les tendances de variation de la distance de transition en fonction du taux de compression pour ces deux lots.

Pour le Classe E, un tube a été rempli de poudre comprimée à 75% de la TMD afin de confirmer ou infirmer l'un des deux résultats obtenus lors de la deuxième campagne de tirs au même taux de compression qui différaient entre eux (cf. Tableau II.7, tirs 3 et 4). Un autre tube a été chargé de HMX Classe E comprimé à 79% de la TMD afin d'essayer de compléter la tendance obtenue jusque-là pour ce lot.

Concernant le M3c, les tirs déjà réalisés concernaient des taux de compression compris entre 79% et 84% de la TMD si on omet le tir où la poudre n'était pas comprimée (sous forme pulvérulente). Pour ce lot, l'objectif a été de diminuer le taux de compression pour élargir la gamme de taux de compression. Ainsi, 2 tirs ont été effectués à 70% de la TMD et 2 autres tirs à 75%. Un cinquième tir a été réalisé mais la compression a là encore posé problème avec un taux de compression final qui n'était pas celui attendu. Ce tube a néanmoins été tiré. L'ensemble des tirs est détaillé dans le Tableau II.8.

On peut voir que, là encore, aucun tir avec du M3c comprimé n'a conduit à une détonation. Le tir du tube ayant été mal comprimé affiche un comportement cohérent puisqu'il n'a pas non plus détoné et que le taux de compression est compris entre ceux des autres tirs. Concernant le Classe E, la distance de transition mesurée pour le tir à 75% semble confirmer les résultats du tir numéro 4 de la deuxième campagne tandis que les résultats du tir à 79% sont conformes à ce qu'on pourrait attendre. On notera que les valeurs des vitesses de détonation ne sont pas cohérentes, en particulier pour le tir 6, à cause de l'imprécision des aiguilles à court-circuit, dû à l'épaisseur très grande du tube.

Nous disposons finalement d'assez de points pour tracer les tendances de variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial pour le lot de HMX M3c, sur la Figure II.37.

Étude expérimentale

# tir	Lot de HMX	Taux de compression (% de TMD)	Masse Volumique (g/cm ³)	Pression de compression (MPa)	Puissance LASER Déposée (W)	Transition ?	Distance de Transition (±2,25mm)	Vitesse du front de détonation (km/s)
1	M3c	72	1.372	28.0	23.32	☒	/	/
2	M3c	75	1.429	45.5	23.58	☒	/	/
3	M3c	75	1.429	45.5	22.50	☒	/	/
4	M3c	70	1.334	28.0	22.66	☒	/	/
5	M3c	70	1.334	28.0	22.93	☒	/	/
6	Classe E	75	1.429	65.8	22.75	☑	28.6	9.034
7	Classe E	79	1.505	88.7	22.50	☑	33.1	7.408

Tableau II.8 - Résumé des tirs de la troisième campagne. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 6 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

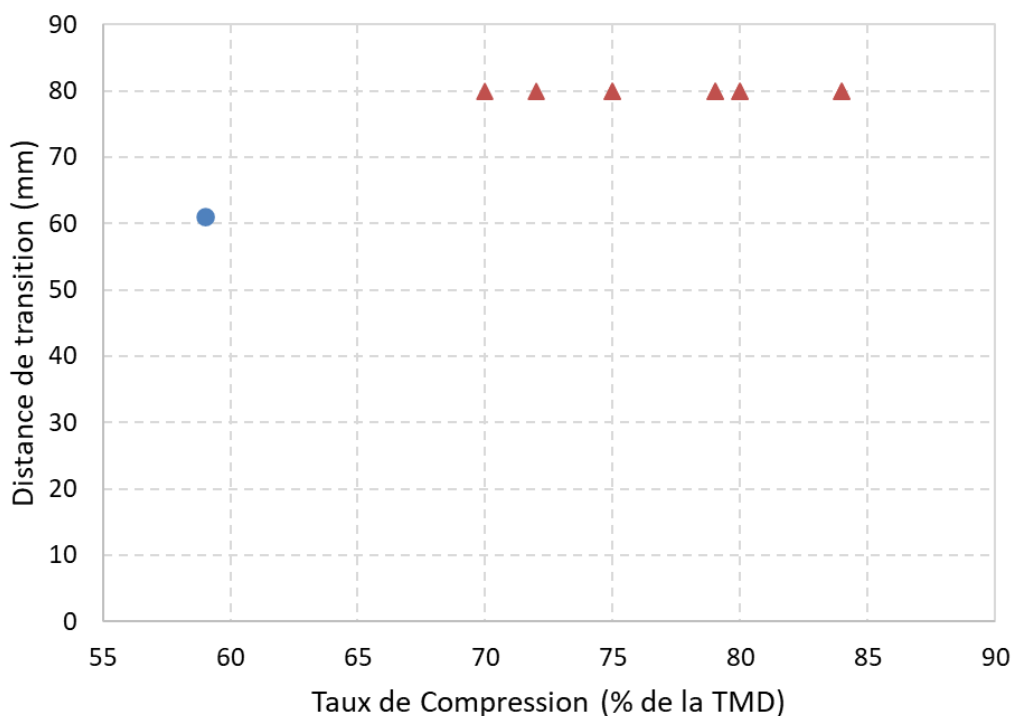


Figure II.37 - Variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial pour le HMX M3c

Sur cette figure, les tirs n'ayant pas transité en détonation ont été identifiés par des triangles rouges à 80 mm (c'est-à-dire la fin du tube). On voit donc que seul le tir avec du M3c comprimé à 59% de la TMD a transité en détonation. Il est à noter que le fait que certains taux de compression ne transitent pas en détonation ne signifie pas qu'ils ne transitent en aucun cas ; mais plutôt que, pour la configuration du tube choisie (diamètre interne, résistance du confinement), 80 mm de longueur de tube ne suffisent pas à établir la transition vers la détonation.

La tendance pour le HMX Classe E est donnée sur la Figure II.38. La gamme des taux de compression étudiée est plus restreinte que pour les autres lots, dû aux difficultés techniques évoquées plus tôt liées au remplissage du tube et aux risques de sécurité pour les taux de compression élevés. Une certaine dispersion des mesures est observée, due au fait que les aiguilles deviennent moins sensibles quand le confinement est épaissi.

Néanmoins, on peut dessiner un début de tendance. En effet, un minimum de la distance de TCoDD en fonction du taux de compression initiale semble se dessiner à 75%. Afin de confirmer cette tendance, il faudrait mettre au point un nouveau dispositif de compression permettant de limiter les frottements entre le tube et le piston de compression afin d'éviter que celui-ci ne se coince.

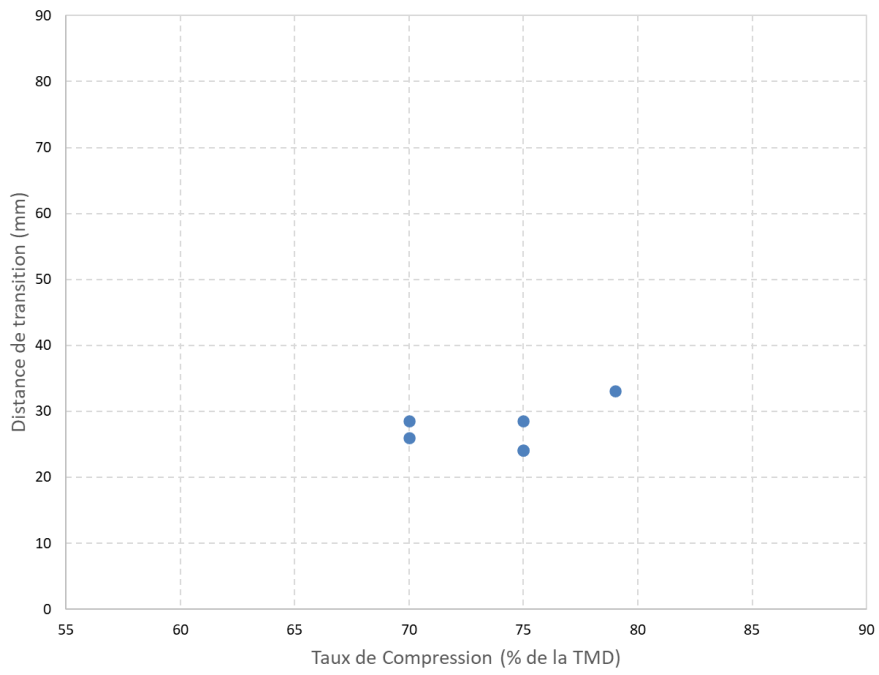


Figure II.38 - Variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial pour le HMX Classe E

e. Quatrième campagne de tirs

Une quatrième et dernière campagne de tirs a été effectuée. Pour le lot de HMX M3c, les tirs effectués et les résultats fiables couvrent une large plage de taux de compression et ne nécessitent pas d'être complétés. Les tirs mettant en œuvre du Classe E ne couvrent quant à eux qu'une partie réduite de la plage de taux de compression et permettent seulement de dessiner un éventuel minimum pour la variation de la distance de transition en fonction du taux de compression. Ces résultats devraient être complétés mais ne l'ont malheureusement pas été à cause de contraintes techniques et de sécurité détaillées plus tôt. La quatrième campagne de tir n'a donc concerné que le HMX 150-200 qui n'a pour l'instant été étudié que pendant la première campagne de tirs. Il est en effet encore nécessaire de compléter les premiers points obtenus afin de préciser la tendance.

Dans un même temps, il est apparu nécessaire de contrôler l'influence de la résistance du confinement sur le phénomène de transition. En effet, pour rappel, l'épaisseur du confinement a été augmentée entre la première campagne et les deux suivantes afin d'assurer une meilleure tenue aux niveaux de pression de déflagration des deux lots aux granulométries les plus faibles. Ainsi, durant cette dernière campagne, des tirs ont été réalisés à des taux de compression déjà testés durant la première campagne mais dans des tubes n'ayant qu'une épaisseur de paroi de 1 mm. Ces tirs sont résumés dans le Tableau II.9.

Durant cette campagne, 6 tirs ont donc été effectués, les quatre premiers (tirs #1 à #4) ayant mis en œuvre des tubes fins de 1 mm. Malheureusement, pour les tirs #1 et #2, ces tubes se sont révélés trop peu résistants pour résister à la pression lors de la mise en œuvre du HMX 150-200 comprimé à 83% de la TMD, et ont cédé de la même façon que les tubes de la première campagne de tirs pour le Classe E et le M3c. Ces tubes ont cependant résisté à la montée en pression pour les deux tirs #3 et #4, mettant en œuvre du HMX 150-200 comprimé à 74% de la TMD qui a transité dans les deux cas en détonation. Malheureusement, pour le tir #3, la caméra a été mal réglée et n'a fourni aucune image. De même, les résultats des aiguilles court-circuit ne permettent pas d'établir une distance de transition. En effet, celles situées en fin de tube attestent du passage d'une onde de détonation mais l'inversion de l'ordre de certaines aiguilles rend la détermination du point de transition impossible. Pour le tir #4 qui a fourni des données exploitables, la distance de transition a été mesurée à 22.4 mm du point d'initiation de l'explosif, ce qui est cohérent avec la tendance obtenue pendant la première campagne.

Les deux derniers tirs #5 et #6 ont été réalisés avec des confinements identiques à ceux de la première campagne. Des tubes de 2 mm d'épaisseur ont été utilisés et avaient pour but de compléter la tendance obtenue lors de la première campagne. Ainsi, le cinquième tir a mis en œuvre du 150-200 comprimé à 86% de la TMD et le sixième tir à 72% de la TMD. Ce dernier tir a été comprimé très faiblement, sous la limite des pressions mesurables.

# tir	Lot de HMX	Taux de compression (% de TMD)	Masse Volumique (g/cm ³)	Pression de compression (MPa)	Puissance LASER Déposée (W)	Transition ?	Distance de Transition (±2,25mm)	Vitesse du front de détonation (km/s)
1	150-200	83	1.581	40.5	22.41	☒	/	/
2	150-200	83	1.581	40.5	22.57	☒	/	/
3	150-200	74	1.410	6.3	21.98	☑	?	?
4	150-200	74	1.410	6.3	22.57	☑	22.4	6.518
5	150-200	86	1.638	78.6	21.98	☑	42.8	8.029
6	150-200	72	1.372	0.0	22.48	☑	?	?

Tableau II.9 - Résumé des tirs de la quatrième campagne Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 1 mm pour les tirs #1-#4 et de 2 mm pour les tirs #5-#6.
Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

Le tir #5 a fourni des résultats intéressants à la fois avec la caméra rapide et avec les aiguilles à court-circuit. Il a été observé que la transition se produisait à 42.8 mm du point d'initiation de l'explosif, ce qui est cohérent avec la tendance obtenue jusqu'alors pour ce lot. Les Figure II.39 et Figure II.40 ci-dessous illustrent ces résultats. On peut constater sur la Figure 39, qu'au début du tube, lors de la phase de déflagration, le HMX n'a pas été complètement consommé (présence de la poudre blanche). Elle est éjectée à l'extérieur du tube, dont le confinement a rompu. Le HMX s'est réamorcé lors de son interaction avec le support en plexiglas.

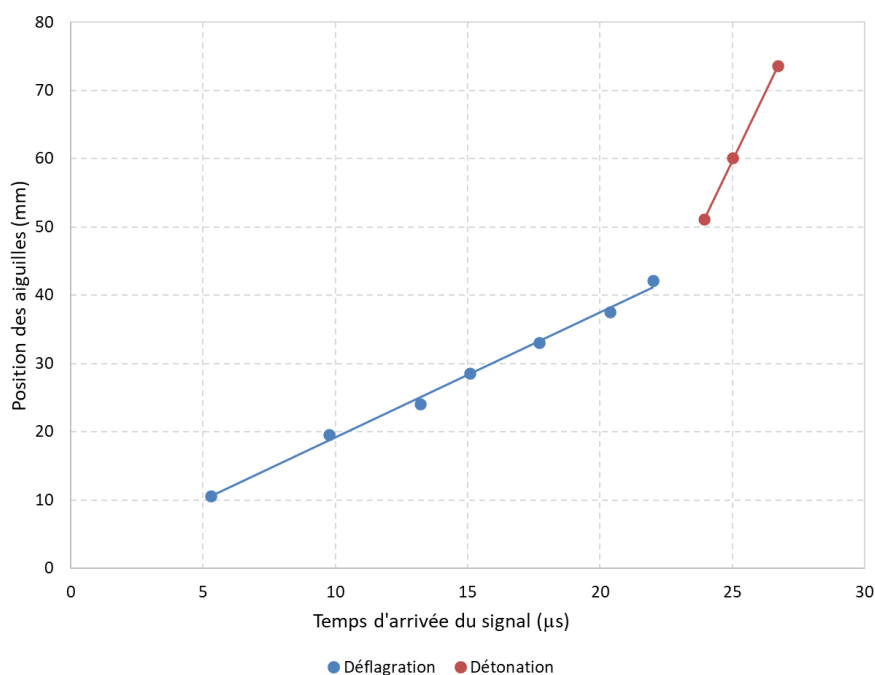


Figure II.39 - Résultats aiguilles à court-circuit pour HMX 150-200 à 86% de la TMD (tir #5)

Concernant le tir #6 avec le tube rempli avec l'explosif comprimé à 72% de la TMD, là encore ni la caméra ni les aiguilles n'ont donné de résultats. Pour la caméra, la faute vient d'un mauvais réglage et pour les courts-circuits, à cause d'une série d'aiguilles non connectées dans la zone de la transition, les dernières aiguilles montrant néanmoins qu'une détonation s'est produite. Ces tirs n'ont pas été refaits faute de temps.

Cette dernière campagne de tir nous a cependant permis d'obtenir une courbe de variation de la distance de transition déflagration-détonation en fonction du taux de compression pour le lot de HMX 150-200, courbe illustrée sur la Figure II.41. Ces points sont tous issus de tirs mettant en œuvre des tubes de 2 mm d'épaisseur à l'exception du point à 74% de la TMD qui a mis en œuvre un tube ayant une épaisseur de paroi de 1 mm (cf. tir #4 de la quatrième campagne de tir).

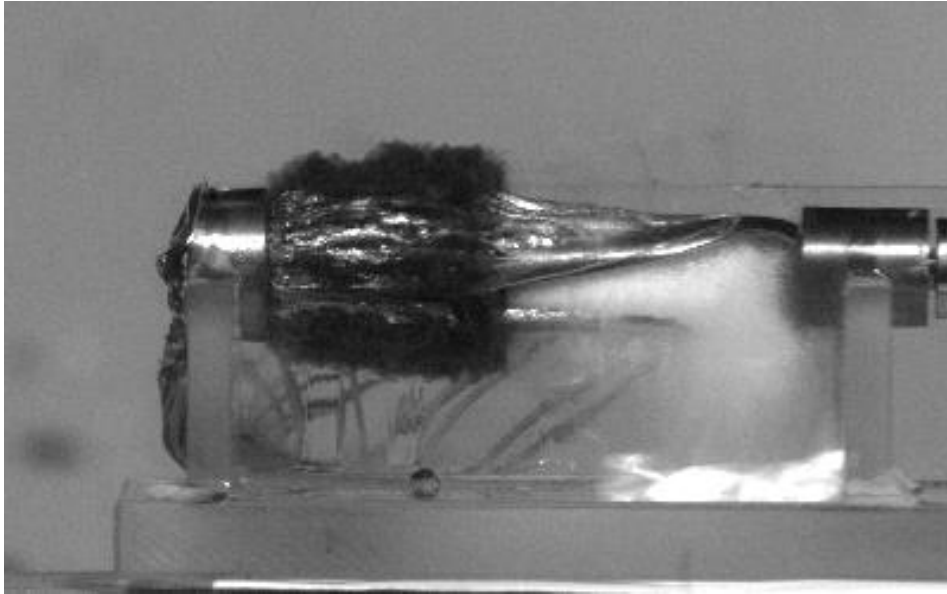


Figure II.40 - Cliché de la transition de HMX 150-200 comprimé à 86% de la TMD obtenu à la caméra rapide (tir #5)

La distance de transition pour les tirs de HMX 150-200 a un comportement non-monotone pour la gamme de taux de compression étudiée. Le minimum semble se préciser aux alentours de 70-75%, ce qui est cohérent avec les études de Griffiths et Groocock [23].

Cette dernière campagne a permis de compléter la courbe de variation de la distance de pré-détonation en fonction du taux de compression pour le HMX 150-200 dont les premiers points avaient été obtenus lors de la première campagne de tirs.

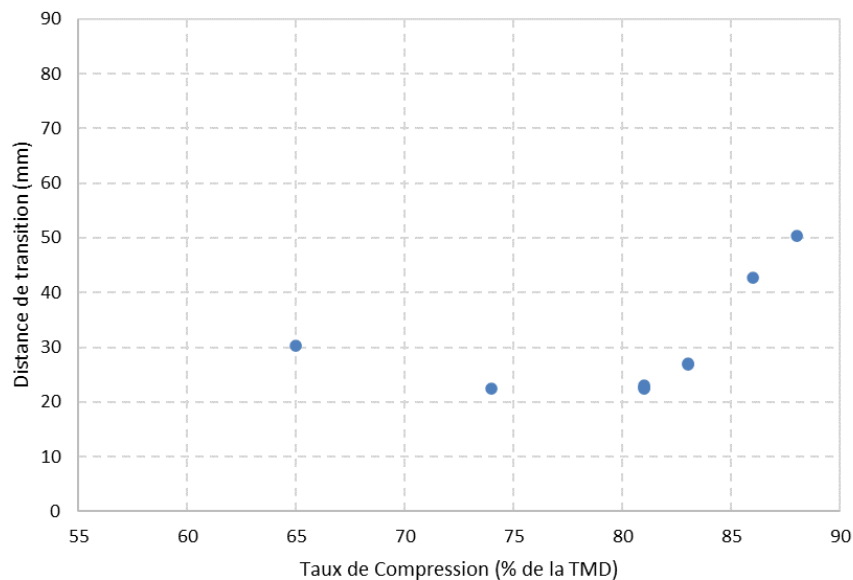


Figure II.41 - Variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial pour le HMX 150-200. Diamètre intérieur de 4 mm. Epaisseur de 2 mm, sauf pour le tir à 74% de la TMD où l'épaisseur est de 1 mm. Tube en laiton haute résistance.

f. Observation avec caméra à fente de tube de déflagration en laiton

Lors de la deuxième campagne de tir (partie II.3.c), il a été mentionné qu'un neuvième tir avait été effectué mais qui n'avait pas été présenté dans cette partie car réalisé dans une configuration particulière. En effet, ce tir a été réalisé dans le cadre d'une phase de test visant à valider la caméra à fente CORDIN model 131™ acquise nouvellement par l'ISL. Celle-ci est constituée d'un miroir tournant à haute vitesse dont le rôle est de réfléchir l'image observée à travers la fente sur un capteur CCD très large format qui permet son acquisition. Le cliché enregistré illustre l'évolution du phénomène observé par la fente en fonction du temps, de la même façon que la caméra IMACON, avec une plus grande résolution temporelle et spatiale (CCD de 6400x21000 pixels).

Cependant, à la différence des tirs observés par la caméra à fente IMACON (partie II.3.a), les tubes observés étaient des tubes en laiton haute résistance, les mêmes que pour la première campagne de tir (partie II.3.b).

La progression du front réactif a été observée par la caméra en éclairant le tube à l'aide des deux flashes de 1000 W utilisés lors des campagnes précédentes. Ainsi, lors du passage de l'onde, la déformation de la génératrice du tube observée a modifié la façon dont il réfléchissait la lumière des flashes, différence capturée par la caméra à fente.

A part le remplacement de la caméra rapide Shimadzu par la caméra à fente Cordin, le dispositif expérimental était le même que pour les précédentes campagnes (1-4) : le tir était observé à travers un hublot et par la réflexion d'un miroir afin de protéger les moyens mis en place des éclats générés par l'éclatement du tube. Des aiguilles court-circuit ont également été mises en place comme pour les autres tirs afin de fournir des données de mesure complémentaires.

Ce tir ayant pour but de tester la caméra à fente, il a été décidé de mettre en œuvre une configuration dont nous étions sûrs qu'elle menait à une transition. Le tube a donc été rempli avec du HMX 150-200 comprimé à 81% de la TMD, comme pour les tirs 16 et 17 de la première campagne de tir (voir Tableau II.6).

La configuration expérimentale est décrite sur la Figure II.42. A la différence des autres tirs, c'est ici la caméra à fente qui déclenche l'enregistrement et non les flashes. En effet, pour enregistrer le phénomène étudié de la façon souhaitée, il faut que le miroir de la caméra à fente ait atteint la bonne vitesse de rotation ; c'est le paramètre déclencheur. Une fois que cette vitesse est atteinte et reste stable, les flashes ainsi que le LASER sont déclenchés avant le début de l'enregistrement avec des délais respectifs de 500 μ s et 70 μ s. Ces délais servent à coordonner les différents appareils. Cependant, comme pour les tirs précédents, le temps d'initiation de l'explosif par LASER n'est pas connu très précisément. De plus, le phénomène de transition déflagration-détonation est lent par rapport aux phénomènes normalement observables avec

cette caméra. Pour être sûr de capturer l'ensemble du phénomène de transition, la fenêtre d'observation temporelle a donc été étendue au maximum, ce qui signifie que la vitesse de rotation du miroir est réduite au minimum conduisant ainsi à une résolution temporelle plus faible. La vitesse de rotation du miroir a donc été réglée à 200 tours par seconde, ce qui correspond à une durée d'enregistrement de 119 μ s.

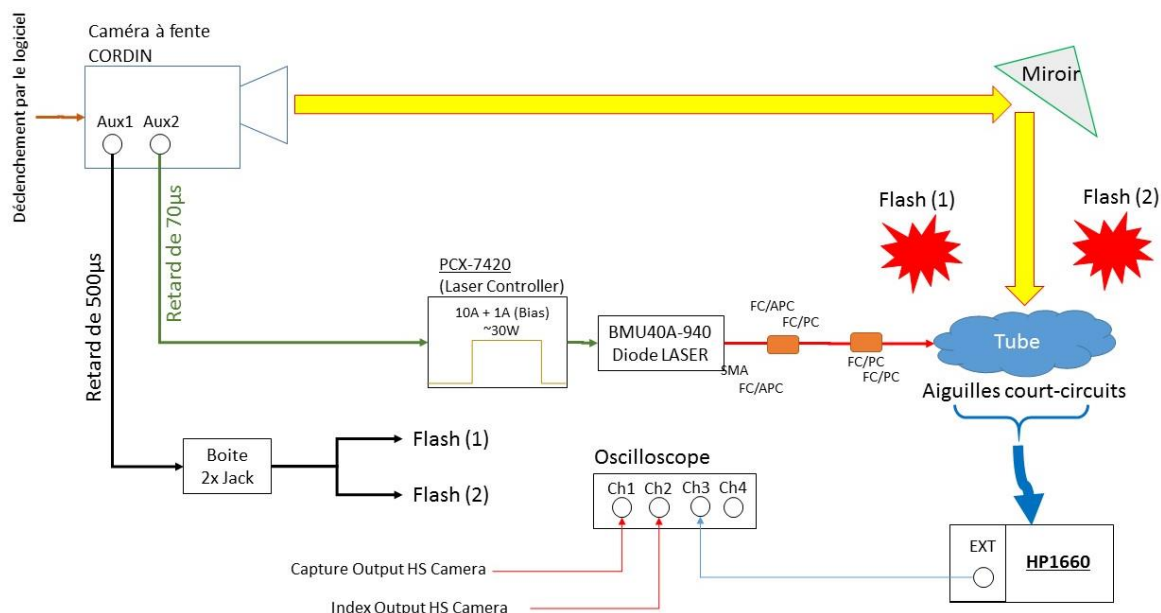


Figure II.42 - Dispositif du tir utilisant la caméra à fente CORDIN model 131™

Les différents paramètres du tir sont résumés dans le Tableau II.10.

# tir	Lot de HMX	Taux de compression (% de TMD)	Masse Volumique (g/cm ³)	Pression de compression (bar)	Puissance LASER Déposée (W)	Transition ?	Distance de Transition ($\pm 2,25$ mm)	Vitesse du front de détonation (km/s)
9c	150-200	81%	1.543	28.0	26.7	☑	22.4	7.532

Tableau II.10 - Paramètres du tir Cordin

Les résultats donnés dans ce tableau sont tirés des mesures de caméra à fente et concordent avec les résultats obtenus lors de la première campagne de tir pour le HMX 150-200 comprimé à 81%. Ainsi, on obtient une transition à 22.4 mm du point d'ignition de l'explosif contre 23.1 mm et 22.7 mm pour les tirs 16 et 17 de la première campagne de tir. Le diagramme $x - t$ tiré des mesures des aiguilles court-circuit est donné sur la Figure II.43. On remarque qu'il manque quelques points à cause du mauvais fonctionnement de certaines aiguilles, mais

il est tout de même possible d'observer les tendances des deux régimes de déflagration et de détonation.

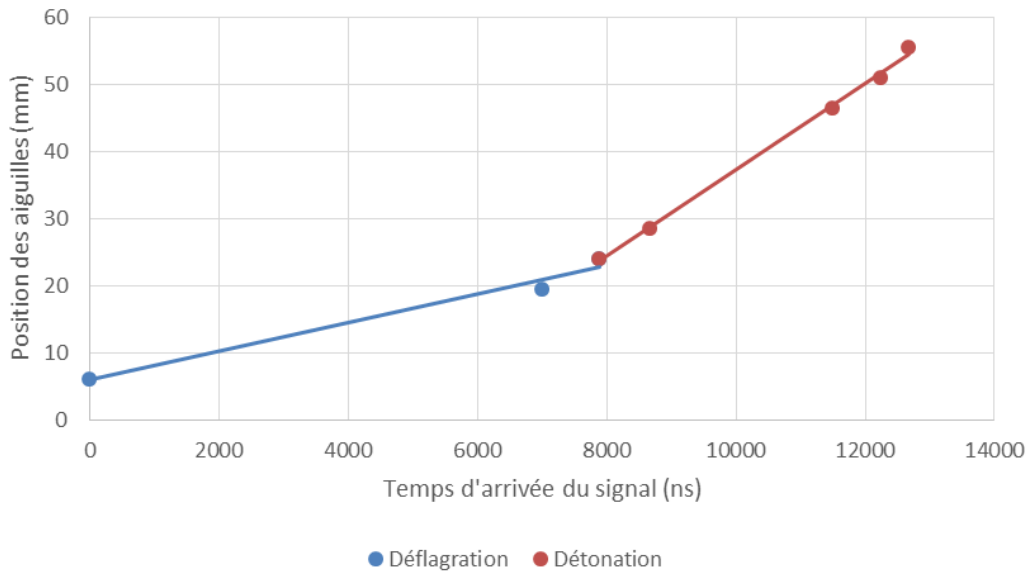


Figure II.43 - Résultats des aiguilles court-circuit du tir Cordin pour HMX 150-200 à 81% de la TMD

Le résultat le plus intéressant de ce tir est cependant celui donné par la caméra à fente. En effet, malgré la faible luminosité du phénomène à observer pour un enregistrement si rapide et la faible résolution liée à la vitesse du miroir, le cliché réalisé (voir Figure II.44) permet de visualiser très précisément les régimes de fonctionnement sous la forme d'un diagramme $x - t$. L'image enregistrée a été réduite pour ne présenter que le phénomène d'intérêt.

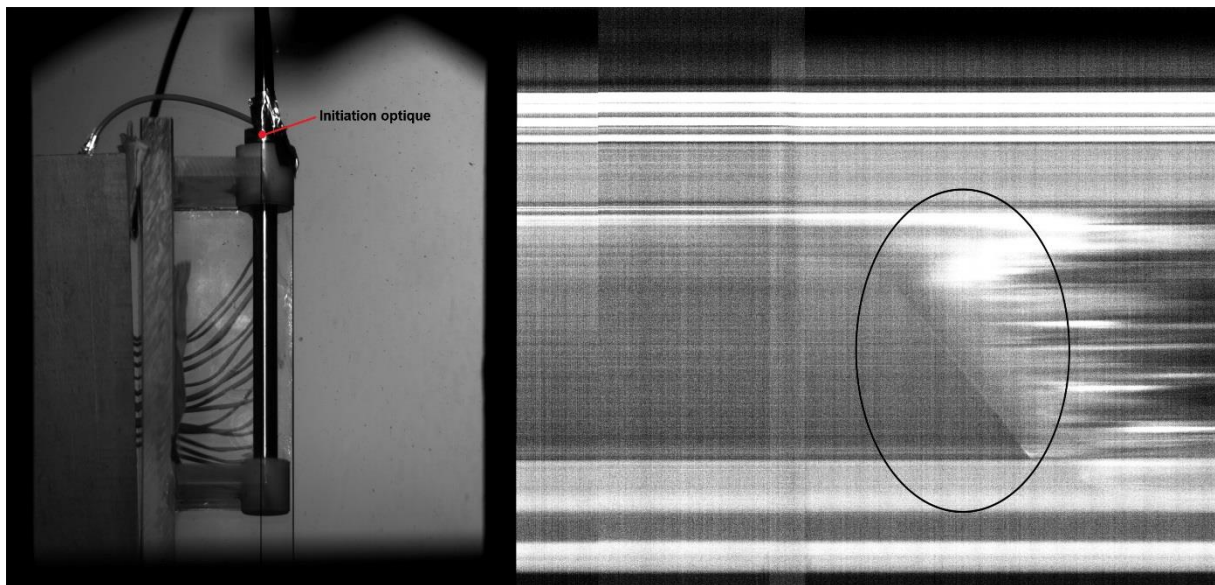


Figure II.44 - Cliché caméra à fente Cordin

Le tube initial rempli d'octogène est représenté en image statique sur la gauche du cliché (référence dimensionnelle) tandis que la partie droite donne l'évolution dynamique de ce dernier après initiation de l'explosif. On peut y voir le phénomène étudié, entouré ici en noir. La première pente est liée à la déflagration et la deuxième pente très distincte est due à la détonation. En augmentant le contraste, on peut même voir que la déflagration n'a pas une vitesse constante mais accélère, comme dans l'expérience de Luebcke [61]. Cela signifie également que le fait que les aiguilles court-circuit ne mettent pas en évidence cette accélération est probablement dû à un manque de résolution de cette méthode d'observation (résolution néanmoins suffisante pour détecter efficacement le point de transition). La Figure II.45 permet de mieux visualiser ces phénomènes.

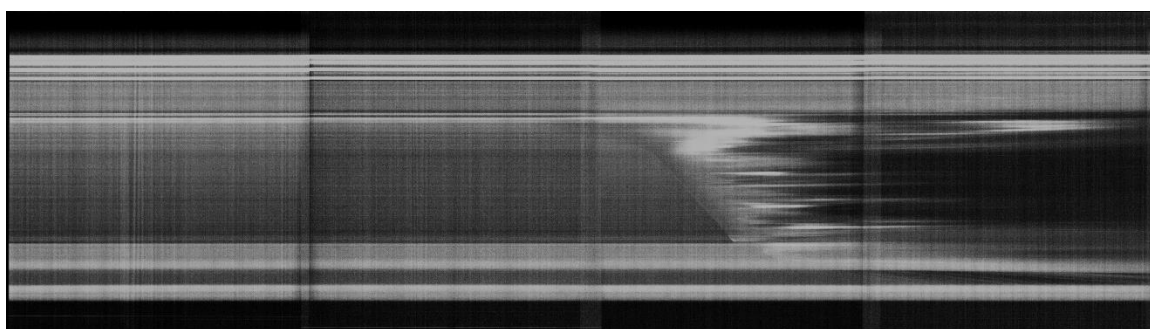


Figure II.45 - Mise en évidence du caractère non stationnaire de la déflagration

On observe également des émissions lumineuses après le passage de l'onde réactive dues à la fragmentation du tube. Il est intéressant de noter que la déflagration est également marquée par un flash de lumière qui perdure plus longtemps que celui correspondant à la détonation avec de surcroît une intensité supérieure. Ces phénomènes sont mis en évidence sur la figure suivante qui est l'exploitation de la Figure II.46.

Cette image a été réalisée à partir du cliché de base réalisé par la CORDIN model 131™. Tout d'abord, les deux modes de décomposition ont été différenciés, puis l'ensemble des paramètres a été calculé en relevant les coordonnées des points pertinents et en calculant les échelles temporelles et spatiales (respectivement 5.58 ns/px et 38.8 μm/px). Il en résulte que le point de transition entre la déflagration et la détonation, situé à l'intersection des deux droites, se produit à une abscisse de 22.96 mm ce qui est cohérent avec les données expérimentales obtenues avec les aiguilles court-circuit (pour rappel, la précision des aiguilles court-circuit est de 2.25 mm), une vitesse de déflagration de 2.524 km/s et une vitesse de détonation de 7.634 km/s (voir Figure II.43). Ces valeurs sont fiables puisqu'elles proviennent d'une observation directe du phénomène avec une haute résolution, et elles confirment les résultats obtenus par les aiguilles court-circuit.

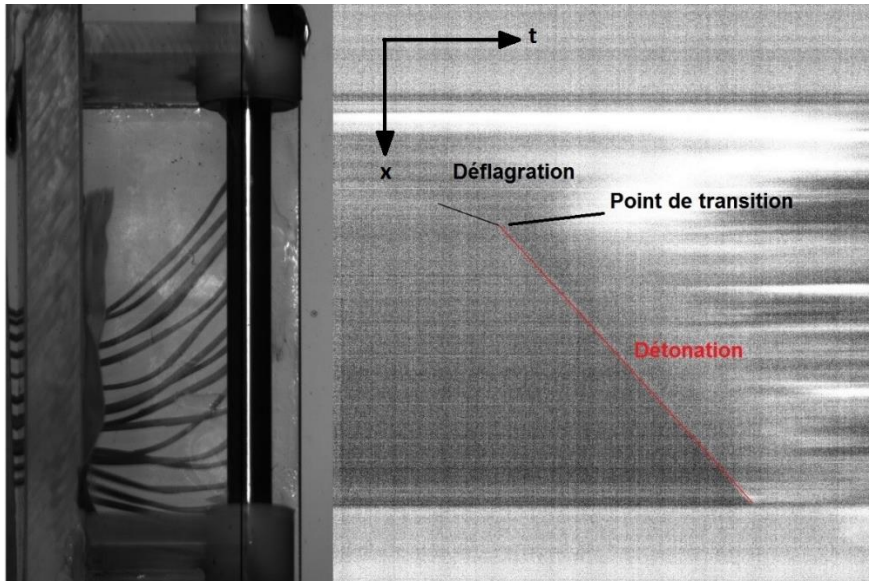


Figure II.46 - Exploitation du cliché de la caméra rapide Cordin. Le tube fait 80 mm de longueur. La vitesse de détonation est de 7.634 km/s et la vitesse de déflagration est de 2.524 km/s.

g. Résumé des différentes campagnes expérimentales

Dans cette partie, des dizaines de tirs ont été réalisés, mettant en œuvre les trois différents lots de HMX choisis : le M3c, le Classe E et le 150-200. Ces trois lots ont été comprimés à différents taux de compression, compris entre 70% et 90% de la TMD, dans des tubes en laiton haute résistance de 80 mm de longueur et de diamètre intérieur de 4 mm. Lors de la première campagne de tir, ces tubes avaient une épaisseur de 2 mm. Cependant, ce confinement n'a pas suffi à contenir la déflagration des deux lots ayant la plus faible granulométrie (M3c et Classe E). Les deux campagnes de tir suivantes ont donc mis en œuvre ces deux lots comprimés dans des tubes plus épais de paroi 6 mm. La quatrième campagne a quant à elle mis en œuvre le 150-200 comprimé dans les mêmes tubes que pour la première campagne afin de compléter les résultats des tirs précédents, mais également des tirs dans des confinements de 1 mm. Le Tableau II.11 résume l'ensemble des tirs qui ont été effectués durant ces quatre campagnes.

Les tirs réalisés pendant ces campagnes ont tous été observés à l'aide d'une caméra rapide SHIMADZU HPV-X (à l'exception de celui observé par la caméra à fente CORDIN model 131™ pendant la deuxième campagne, tir# 9c) et par des aiguilles court-circuit disposées le long du tube permettant ainsi de suivre la progression de l'onde réactive et de déterminer le cas échéant le point de transition en détonation. Ces résultats sont donnés dans les trois dernières colonnes du tableau. Celui-ci reprend les tirs qui n'ont pas transité, marqués d'une croix rouge, et ceux qui ont transité en détonation, marqués en vert.

Les tirs surlignés en rouge sont ceux ayant présenté une anomalie pendant la phase de compression (comme le blocage d'un piston par exemple) et ne seront pas pris en compte dans l'analyse des résultats. Les résultats surlignés en orange ont été obtenus à l'aide de la caméra rapide à la suite d'une mauvaise installation des aiguilles court-circuit qui rendait impossible l'exploitation de leurs résultats. Les tirs avec des points d'interrogation n'ont pu être exploités à cause d'une mauvaise installation des aiguilles et un film non exploitable. Ces tirs ne seront pas pris en compte dans l'analyse qui suit.

Étude expérimentale

Campagne	# tir	Lot de HMX	Taux de compression (% de TMD)	Masse Volumique (g/cm ³)	Pression de compression (MPa)	Puissance LASER Déposée (W)	Transition ?	Distance de Transition (±2,25mm)	Vitesse du front de détonation (km/s)	
1	2	150-200	83	1.581	40.5	22.73	☑	27.0	7.793	
	3	150-200	83	1.581	40.5	23.23	☑	26.9	7.829	
	4	150-200	88	1.676	78.6	22.98	☑	?	?	
	5	150-200	88	1.676	78.6	21.72	☑	50.4	9.032	
	6	Classe E	77	1.467	55.6	22.73	☒	/	/	
	7	Classe E	77	1.467	55.6	22.98	☒	/	/	
	8	Classe E	83	1.581	117.1	21.21	☒	/	/	
	9	Classe E	83	1.581	117.1	22.98	☒	/	/	
	10	Classe E	90	1.715	181.0	21.97	☒	/	/	
	11	Classe E	90	1.715	181.0	22.73	☒	/	/	
	12	M3c	80	1.524	55.6	22.98	☒	/	/	
	13	M3c	80	1.524	55.6	22.98	☒	/	/	
	14	M3c	84	1.600	104.3	22.73	☒	/	/	
	15	M3c	84	1.600	104.3	22.98	☒	/	/	
	16	150-200	81	1.543	28.0	22.98	☑	23.1	7.693	
	17	150-200	81	1.543	28.0	22.73	☑	22.7	7.693	
	18	150-200	78	1.486	13.8	23.23	☑	24	7.896	
	19	150-200	78	1.486	13.8	22.73	☑	24	7.623	
	22	150-200	65	1.238	0.0	22.98	☑	30.2	5.860	
	2	1	Classe E	70	1.334	55.6	22.98	☑	26	7.005
		2	Classe E	70	1.334	55.6	22.98	☑	28.6	7.223
		3	Classe E	75	1.429	65.8	22.73	☑	28.6	7.784
4		Classe E	75	1.429	65.8	22.98	☑	24.1	7.704	
5		Classe E	84	1.600	65.8	21.72	☑	24.1	8.167	

Étude expérimentale

	6	M3c	79	1.505	65.8	22.98	☒	/	/
	7	M3c	79	1.505	65.8	22.47	☒	/	/
	8	M3c	59	1.124	0.0	22.73	☑	61	6.140
Cordin	9c	150-200	81	1.543	28.0	26.7	☑	22.4	7.532
	1	M3c	72	1.372	28.0	23.32	☒	/	/
	2	M3c	75	1.429	45.5	23.58	☒	/	/
	3	M3c	75	1.429	45.5	22.50	☒	/	/
3	4	M3c	70	1.334	28.0	22.66	☒	/	/
	5	M3c	70	1.334	28.0	22.93	☒	/	/
	6	Classe E	75	1.429	65.8	22.75	☑	28.6	9.034
	7	Classe E	79	1.505	88.7	22.50	☑	33.1	7.408
	1	150-200	83	1.581	40.5	22.41	☒	/	/
	2	150-200	83	1.581	40.5	22.57	☒	/	/
4	3	150-200	74	1.410	6.3	21.98	☑	?	?
	4	150-200	74	1.410	6.3	22.57	☑	22.4	6.518
	5	150-200	86	1.638	78.6	21.98	☑	42.8	8.029
	6	150-200	72	1.372	0.0	22.48	☑	?	?

Tableau II.11 - Résumé de tous les tirs.

Première campagne. ☑ transition effective, ☒ pas de transition observée par les aiguilles et la caméra vers la détonation. Zone en orange : transition observée uniquement par la caméra. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 2 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

Deuxième campagne ☑ transition effective, ☒ pas de transition observée par les aiguilles et la caméra vers la détonation. Zone en orange : transition observée uniquement par la caméra, zone en rouge : anomalie obtenue lors de la phase de compression. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 6 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

Tir Cordin : Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 2 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

Troisième campagne. Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 6 mm. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa)

Quatrième campagne Diamètre intérieur de 4 mm, épaisseur de 1 mm pour les tirs #1-#4 et de 2 mm pour les tirs #5-#6. Tube en laiton haute résistance (limite élastique de 625 MPa).

Une bonne partie des tirs a cependant pu être exploitée. Cela a permis l'établissement de tendances en ce qui concerne la distance de transition d'un régime de déflagration à un régime de détonation en fonction du taux de compression initial pour chacun des trois lots. Ces tendances sont présentées sur la Figure II.47. Pour rappel, la grande majorité de ces tirs a été doublée pour s'assurer de leur reproductibilité (points pour la plupart quasi-confondus sur la Figure II.47).

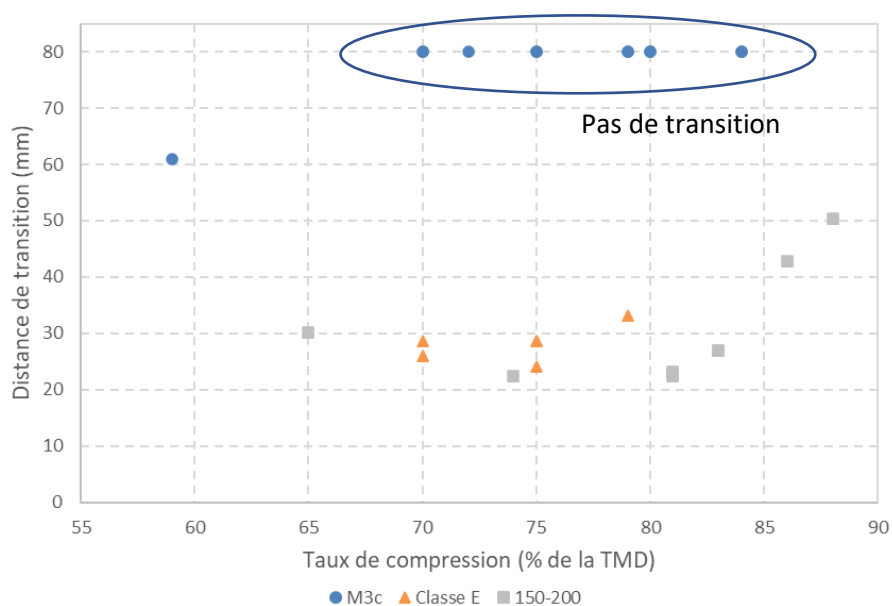


Figure II.47 - Illustration des distances de transition en fonction du taux de compression de tous les tirs

Pour les résultats du M3c, les tirs n'ayant pas transité sont représentés à 80 mm, longueur du tube. Cela signifie qu'ils pourraient transiter éventuellement pour une longueur plus élevée. Pour ce lot, dans cette configuration (tube de 80 mm de long et de 4 mm de diamètre intérieur), seul l'explosif granulaire très peu comprimé (58% de la TMD) a transité. Concernant les deux autres lots (Classe E et 150-200), tous les tirs ont transité. Pour le 150-200, un minimum semble être obtenu à 70-75%, avec une augmentation assez nette observée jusqu'à 88%. Un minimum semble être présent au voisinage de 75 % pour le lot Classe E.

On observe cependant pour chaque granulométrie initiale une différence de comportement selon le taux de compression initial. On remarque également que chaque lot se comporte différemment, la plus grande différence étant entre le lot de HMX M3c qui n'a détonné qu'une fois dans les 80 mm du tube et les deux autres lots qui ont détonné à chaque fois. Des différences moindres dans les longueurs de détonation sont également présentes entre le Classe E et le 150-200.

Ces tirs ne sont pas les seules expériences qui ont été menées. En amont de la première campagne de tir, deux tubes en polycarbonate et en plexiglass ont été remplis de HMX comprimé et tirés avec un allumage optique. Ces tirs ont été observés avec une caméra à fente Imacon et non avec une caméra rapide intégrale. Ils n'ont malheureusement pas été concluants car bien que les tubes aient été sur-confinés avec du laiton haute résistance muni d'une fente d'observation, ils n'ont pas résisté à la pression et ont cédé dès le début du tir. De plus, une méconnaissance des temps d'initiation ont conduit à un mauvais réglage du temps de déclenchement de l'enregistrement de la caméra à fente, qui n'a pas pu enregistrer le début du phénomène. Ces tirs ont cependant été bénéfiques puisqu'ils nous ont permis de corriger ces différents problèmes pour les campagnes de tir qui ont suivi.

Un troisième tir a été observé avec une caméra à fente numérique acquise par l'ISL (Cordin) afin de tester ses performances. Ce tir a mis en œuvre un tube identique à ceux de la première campagne de tir et a permis de mettre en évidence le phénomène de TCoDD. Une observation à l'aide d'aiguilles court-circuit a été réalisée en parallèle. Les résultats de ce tir ont permis de visualiser les phénomènes différemment au travers d'une illustration sous la forme d'un diagramme (x, t) .

Résumé et conclusion

Cette partie importante de la thèse a consisté en deux phases distinctes : la caractérisation des explosifs choisis sous forme pulvérulente puis comprimés et le tir de tubes de déflagration mettant en œuvre ces explosifs initiés thermiquement. Le but est d'obtenir l'évolution de la distance de transition d'un régime de déflagration à un régime de détonation en fonction de la microstructure de l'explosif.

Les explosifs choisis sont trois lots d'octogène comportant des granulométries initiales sensiblement différentes : de l'ordre du micromètre pour le M3c, de l'ordre de la dizaine de micromètres pour le Classe E et de l'ordre de la centaine de micromètres pour le 150-200. La première étape a été de caractériser ces trois lots à l'état pulvérulent afin d'obtenir des données de référence pour les caractérisations des comprimés. Ainsi, des granulométries LASER ont été effectuées sur les trois lots en suspension dans une solution afin d'obtenir leur répartition granulométrique. Des physisorptions au krypton ont également été pratiquées afin de connaître la surface spécifique des trois poudres et ainsi que des pycnométries hélium afin de connaître plus précisément la densité des différents grains (et ainsi leur fraction volumique d'inclusion). Afin d'illustrer ces mesures, des clichés de ces trois lots ont été réalisés à la fois à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) et d'un microscope optique pour les grains dans une solution dont l'indice de réfraction était proche du HMX afin de faire apparaître les défauts internes des cristaux.

Il a ensuite fallu caractériser les lots comprimés aux taux de compression désirés, c'est-à-dire compris entre 70% et 90% de la densité théorique maximale (TMD de 1.905 g/cm^3). Cependant, pour atteindre ces taux de compression, la pression à appliquer sur la poudre n'est pas la même pour tous les lots. De multiples compressions ont donc été effectuées à différentes pressions pour les trois lots et les dimensions des comprimés en résultant ont été mesurées afin d'obtenir leur masse volumique apparente. Une courbe de compression pour chaque lot a ainsi été obtenue. Par la suite, la densité a été vérifiée à chaque compression.

A partir de ces courbes de compression, des comprimés ont pu être obtenus à des taux de compression fixes afin d'être caractérisés : à 80%, 85% et 90% de la TMD et ce pour chaque lot. Des caractérisations ont été effectuées sur ces comprimés afin de connaître l'impact des contraintes de compressions sur la microstructure des grains selon le taux de compression appliqué et la granulométrie initiale.

Ainsi, des granulométries LASER ont été effectuées sur les comprimés déconsolidés à l'aide d'un traitement au bain d'ultrasons. Il en résulte que, pour un taux de compression donné, les différents lots comprimés puis déconsolidés ont au final une distribution de taille de grains quasi similaire, avec une taille moyenne de 1.2 à 2.3 μm . Cela signifie que la granulométrie

finale du comprimé ne serait pas un paramètre influant dans l'évolution de la distance de transition déflagration-détonation.

Comme pour les lots pulvérulents, des physisorptions au Krypton ont été effectuées pour chaque lot comprimé afin de connaître la variation de la surface spécifique des comprimés due au procédé de compression. Il en résulte que les différences entre les lots comprimés à un taux de compression donné sont significatives. En effet, on observe que la surface spécifique du M3c diminue fortement au fur et à mesure qu'il est comprimé, cela pouvant être la conséquence d'une fermeture des pores dans le comprimé rendant ceux-ci inaccessibles aux gaz. Au contraire, la surface du 150-200 augmente lorsqu'il est comprimé, cela pouvant être le signe d'une fracturation des grains lors du procédé de compression, fracturation confirmée par ailleurs sur les clichés MEB. Enfin, on observe les deux phénomènes pour le HMX Classe E. Ainsi, pour tous les taux de compression, la surface spécifique du M3c est plus grande que celle du Classe E (2 à 7 fois), elle-même plus grande que celle du 150-200 (3 à 8 fois).

Enfin, des mesures de porosimétrie au mercure ont été effectuées sur les comprimés afin de connaître la variation de la taille des pores de ceux-ci. Il en résulte que plus la granulométrie initiale du lot est élevée, plus la taille de pores est importante, pour un même taux de compression donné. La distribution des tailles de pores est bimodale pour le 150-200 (0.7-7 μm) et le Classe E (0.25-0.64 μm). De grandes différences existent avec le M3c (0.2 μm), ayant des tailles de pores plus petites.

L'ensemble de ces résultats est à mettre en parallèle avec les tests de déflagration qui ont été réalisés. En effet, une étude de la variation de la distance de TCoDD a été réalisée mettant en œuvre chaque lot comprimé à différents taux de compression compris entre 70% et 90% de la TMD dans des tubes en laiton haute résistance de différentes épaisseurs, faisant office de confinement fort. Cette transition a été observée à l'aide d'aiguilles à court-circuit et d'une caméra rapide à image intégrale permettant de visualiser le phénomène. Après plusieurs campagnes de tir, l'ensemble des résultats obtenus a été compilé sur la Figure II.48.

Le lot 150-200, qui est le lot ayant la granulométrie initiale la plus élevée, révèle une variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial, avec un minimum aux alentours de 70-75%, valeurs que l'on retrouve dans les résultats de Griffith et Grocock [23]. C'est donc un lot qui transite facilement en détonation dans cette configuration.

Le M3c, ayant la granulométrie initiale la plus faible, n'a quant à lui transité que pour le tir mettant en œuvre le taux de compression le plus faible, ce qui signifie que la distance de transition des autres taux de compression pourrait se situer au-delà de la longueur des tubes de 80 mm mis en œuvre. Au contraire du 150-200, c'est donc un lot qui transite difficilement en détonation lorsqu'il est comprimé. En effet, il n'a transité qu'à un taux de compression de 59%, taux de compression pour lequel interviennent des mécanismes de TCoDD de Type II (voir Tableau I.3). De plus, cette transition a été rendue possible quand l'épaisseur du confinement a

augmenté. Dans ce tube plus épais, la présence d'une probable rétonation a été également mise en évidence.

Enfin pour le Classe E, lot ayant une granulométrie intermédiaire aux deux autres lots, les quelques essais réalisés qui ont réussi à transiter en détonation dans des confinements épais dessinent une tendance, avec un minimum se situant à 75%. Cependant, trop peu d'essais ont été réalisés à cause de problèmes techniques qui n'ont pu être réglés faute de temps. Il est à noter que, ces résultats ayant été obtenus dans des confinements plus épais que pour le 150-200, paramètre ayant tendance à favoriser la TCoDD, il est probable que la distance de transition du Classe E aurait été plus élevée par rapport au 150-200 pour des confinements similaires. Des phénomènes de rétonation qui remontent à des vitesses comprises entre 3 et 5 mm/μs, et qui se propagent vers l'amont dans un mélange de HMX partiellement consommé et de produits de combustion ainsi qu'une sur-détonation (vitesse supérieure à la vitesse CJ) ont été également observés lors de la 2^{ème} campagne pour les tubes plus épais.

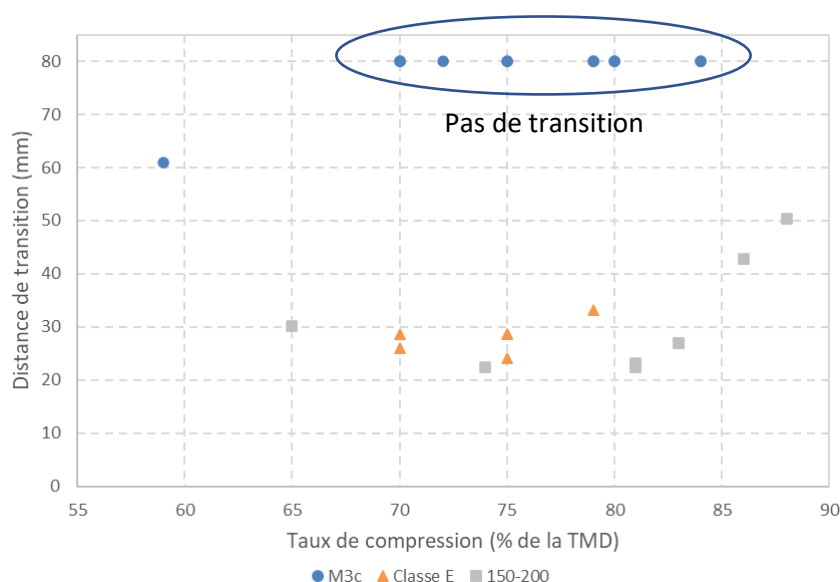


Figure II.48 – Distance de transition à la détonation en fonction du taux de compression pour l'ensemble des tirs

Ces résultats sont à mettre en relation avec les caractéristiques de la microstructure des comprimés. La granulométrie LASER ne permet pas de discriminer les différents comportements observés. En effet, les distributions de tailles de grains sont très proches entre les différents lots (Figure II.8, Figure II.9, Figure II.10), avec une taille moyenne de 1 à 2 μm. Le comportement du M3c est très différent des deux autres. Ce lot se caractérise par une surface spécifique plus importante (physisorption gazeuse, Figure II.13) et des pores ouverts très petits (< 0.2 μm à 80% de la TMD Figure II.17, Figure II.18, Figure II.19, Figure II.21). La propension

des gaz chauds à s'infiltrer en amont de l'onde réactive et à préchauffer le milieu non réagi est un paramètre déterminant pour la distance de transition de déflagration à la détonation (combustion convective). De plus, le flux surfacique de chaleur déposé à l'interface du pore, dû à la compaction du milieu granulaire se dissipe trop rapidement au sein du matériau solide si le pore est trop petit. Cela ne permet pas au mécanisme réactionnel de s'installer à l'interface [87], comme cela a été également constaté par [108], [109] dans un autre contexte. Ainsi, la plupart des petits pores ne peuvent pas participer au dégagement de chaleur nécessaire à une accélération du front de déflagration. De plus, l'équation (3.6) de [87] donne la puissance déposée aux interfaces $q_c \sim \beta d_{pore}/\tau$. Ainsi, à 85% de la TMD, à l'aide des résultats de compression Figure II.7 et des tailles de pores Tableau II.4, on a $q_{c,Classe E}/q_{c,M3c} \sim 3$ et $q_{c,150-200}/q_{c,M3c} \sim 6$. Ces deux mécanismes conjugués peuvent ainsi expliquer les différences observées entre le M3c qui présente de petits pores et les deux autres lots du Classe E et du 150-200.

La longueur de transition est plus petite pour le lot 150-200 par rapport au Classe E. Cela pourrait provenir de la présence de plus gros pores (autorisant une combustion convective plus importante), de la présence de défauts internes plus importants ainsi qu'un état de surface plus rugueux avec présence d'arêtes vives. Mais il est difficile de discriminer ces trois critères pour expliquer ces différences.

Le M3c finit par transiter grâce à une surface spécifique très importante, pour un faible taux de compression mettant en œuvre des mécanismes différents que pour les autres tirs, mais également avec un confinement plus important.

Une tendance claire peut être dégagée de l'ensemble de ces résultats : lorsque la taille de grain initiale augmente, la taille des pores après compression augmente et donc la distance de transition diminue.

L'exploitation des aiguilles à court-circuit nous permet par ailleurs de relever les vitesses de l'onde précurseur de pression moyenne (voir Figure I.9) lors de certains tirs, notamment ceux mettant en œuvre du HMX 150-200. La Figure II.49 montre l'évolution des vitesses de déflagration moyennes mesurées lors des tirs pour le HMX 150-200 en fonction du taux de compression initial. La vitesse de déflagration diminue lorsque le taux de compression initial augmente. Cette tendance est inverse de celle observée par Baer *et al.* [55] pour du CP. Dans ces expériences, la première étape de la transition était caractérisée par un front de combustion convective de 1 mm/ μ s, puis par une deuxième liée à la combustion compressive d'une vitesse de 1.3-1.6 mm/ μ s. Cette dernière vitesse croissait faiblement avec la densité du chargement. Price et Clairmont [53] mentionnent également la présence de deux fronts dans du 90.3% TMD 75/25 HMX/5 μ m Al, le premier front réactif initialement à 1.1 mm/ μ s, se faisant rattraper par le deuxième front de pression à 2.2 mm/ μ s. Comme Baer, Price associe le premier front à celui de combustion convective, et le second au phénomène de combustion compressive.

Les niveaux de vitesse observés dans nos expériences semblent correspondre à ceux du phénomène de combustion compressive qui serait donc prépondérant dans la détermination de la longueur de transition à la détonation.

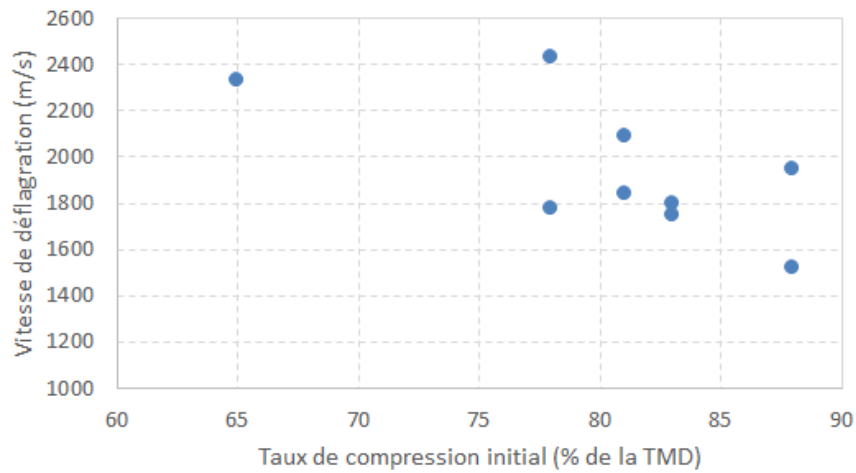


Figure II.49 - Vitesses de déflagration en fonction du taux de compression initial pour du HMX 150-200

L'exploitation des mesures des aiguilles court-circuit a également permis d'obtenir la vitesse de détonation du mélange en fonction du taux de compression initial, là encore principalement avec le HMX 150-200. Ces résultats sont présentés sur la Figure II.50.

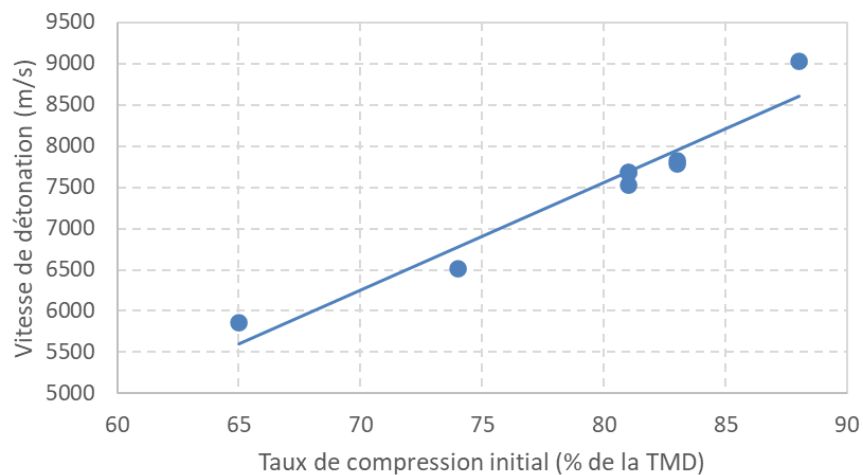


Figure II.50 - Vitesses de détonation en fonction du taux de compression initial pour le HMX 150-200

On peut observer sur ce graphique qu'à l'inverse de la vitesse de déflagration, la vitesse de détonation augmente lorsque le taux de compression augmente. Ce résultat était attendu puisque, pour une configuration donnée, la vitesse de détonation est directement liée à la masse volumique du milieu [110]. Ces résultats expérimentaux ont été ensuite comparés aux vitesses de détonation de Chapman-Jouguet aux différents taux de compression étudiés données par le code développé par le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) QUERCY [111] et le code de thermochimie plus récent SIAME [112] [77], également développé au CEA. Ces résultats sont présentés sur la Figure II.51.

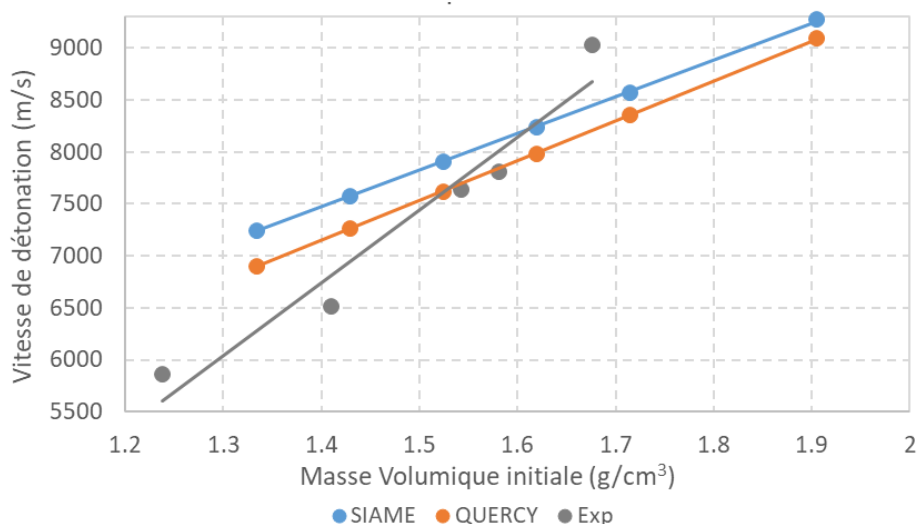


Figure II.51 - Comparaison des vitesses de détonation expérimentales et issues de calculs thermochimiques en fonction de la masse volumique initiale

Sur ce graphique sont affichés les vitesses de détonation de Chapman-Jouguet pour les deux codes de calcul ainsi que les vitesses de détonation mesurées expérimentalement lors de nos campagnes de tir. On observe une bonne correspondance des résultats pour les masses volumiques initiales d'environ 1.55 g/cm^3 , correspondant à des taux de compression d'environ 80% de la TMD. On observe cependant que les courbes ne varient pas de la même façon. En effet, les résultats expérimentaux varient plus rapidement que les résultats de calcul thermochimique. Cela est très probablement dû au fait que les codes de calcul considèrent les détonations comme idéales et ne prennent pas en compte l'influence et la déformation du confinement, ainsi que l'expansion latérale des produits de détonation qui y est associée. De plus, la longueur de l'échantillon de 80 mm n'est probablement pas suffisante pour obtenir une détonation stable.

Un dernier aspect intéressant qui a été remarqué est le fait que le rapport entre la vitesse de déflagration moyenne et la vitesse de détonation pour les tirs présentés sur les graphiques

précédents est quasi-constant pour les hauts taux de compression, comme illustré sur la Figure II.52.

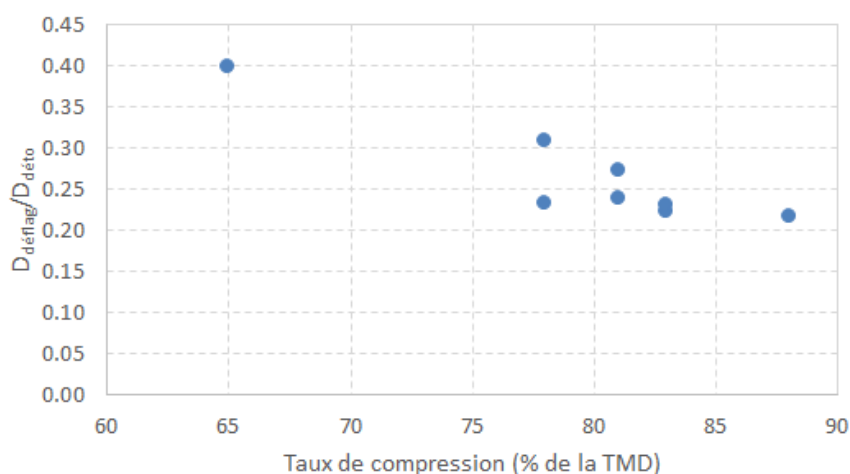


Figure II.52 - Rapport de la vitesse de déflagration sur la vitesse de détonation

On voit sur ce graphique que, à part pour le point à 65% de la TMD, le rapport entre la vitesse de déflagration moyenne et la vitesse de détonation diminue légèrement, voire reste a priori constante, à la dispersion des résultats prêt. Ce constat est intéressant, bien que nous ne l'expliquions pas.

L'influence du confinement a également été étudiée. La Figure II.53 montre la longueur de la transition à la détonation, adimensionnée par le diamètre intérieur du tube où l'explosif est chargé. On constate un bon accord avec d'autres données de la littérature, où le confinement est fait de laiton ou d'acier, et où le diamètre initial des grains est assez important (de l'ordre de 100 à 200 μm). Deux familles peuvent être dégagées. La première où le rapport se situe entre 4.5 et 7 pour des taux de compression inférieurs à 85% avec un minimum vers 72%. La deuxième famille où le rapport se situe entre 6 et 14 pour des taux de compression au-dessus de 85% TMD avec une médiane autour de 10. On observe que dans cette deuxième famille, l'influence du confinement soit importante. Cette tendance est beaucoup moins visible pour des taux de compression inférieurs à 85% ce qui est un résultat intéressant.

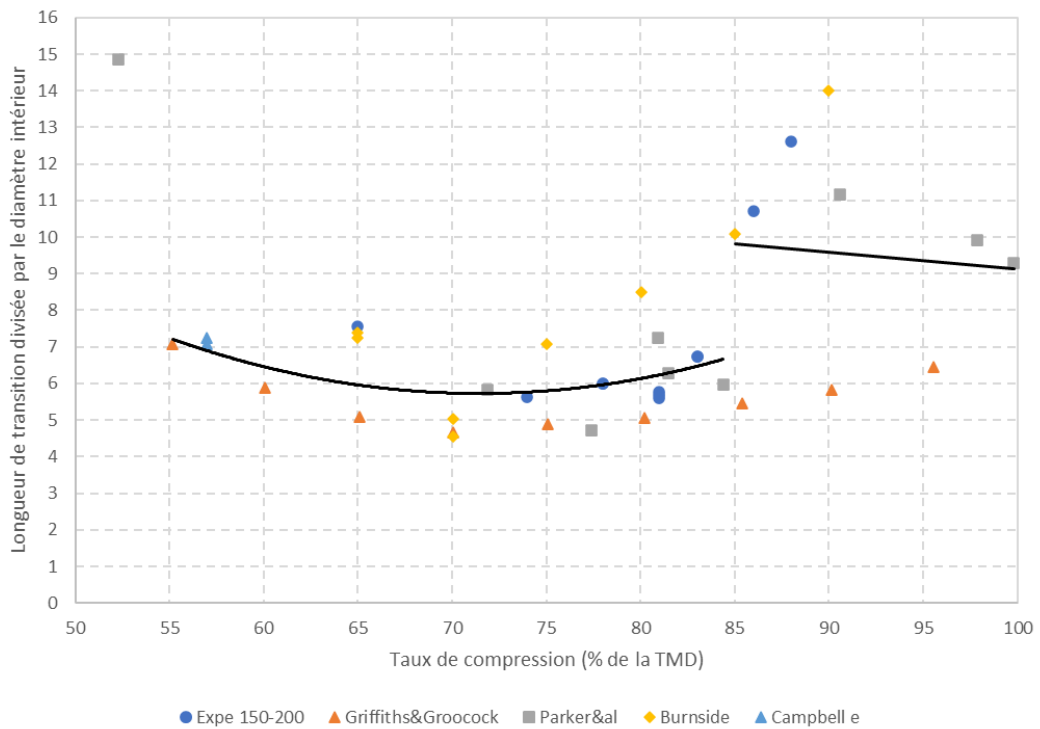


Figure II.53 : Longueur de transition de la déflagration à la détonation adimensionnée par le diamètre intérieur en fonction du taux de compression. ▲ Griffiths & Grocock, ■ Parker et al., ◆ Burnside, ▲ Campbell

III. Modélisation numérique

Introduction	140
III.1. Modèle multiphasique	140
III.2. Energie de configuration	143
III.3. Cas d'un tube à choc non réactif	145
III.4. Modélisation de l'état de Chapman-Jouguet	146
III.5. Modélisation de la transition de la déflagration à la détonation	150
Conclusion	162

Introduction

Cette dernière partie concerne les travaux de modélisation du phénomène de la transition à la détonation menés durant la thèse, en parallèle de l'étude expérimentale. Le but de cette partie est de parvenir à reproduire certains comportements observés expérimentalement et présentés dans la partie précédente à l'aide d'un modèle spécifique développé en nous appuyant sur la base de certains modèles présentés dans la partie bibliographie.

Cette partie montre l'évolution du travail effectué à partir du modèle de base afin de parvenir *in fine* à reproduire les différents mécanismes mis en œuvre lors d'une transition d'une déflagration à la détonation pour le lot HMX 150-200.

III.1. Modèle multiphasique

Le modèle utilisé est un modèle monodimensionnel multiphasique issu du modèle de Baer et Nunziato [80] modifié par les auteurs dont les travaux sont cités dans la partie bibliographique. Ce modèle étendu à trois phases est défini par les équations suivantes :

$$\frac{\partial \alpha_s}{\partial t} + u_{Is} \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} = (\mu \Delta \pi)_s + \frac{\dot{m}}{\rho_l} \quad (1)$$

$$\frac{\partial (\alpha \rho)_s}{\partial t} + \frac{\partial (\alpha \rho u)_s}{\partial x} = \dot{m} \quad (2)$$

$$\frac{\partial (\alpha \rho u)_s}{\partial t} + \frac{\partial (\alpha \rho u^2 + \alpha p)_s}{\partial x} = \pi_{Is} \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} + F_{Ds} + \dot{m} u'_l \quad (3)$$

$$\frac{\partial (\alpha \rho E)_s}{\partial t} + \frac{\partial (\alpha \rho E u + \alpha p u)_s}{\partial x} = \pi_{Is} u_{Is} \frac{\partial \alpha_s}{\partial x} - \pi'_{Is} (\mu \Delta \pi)_s + F_{Ds} u'_l + \dot{Q}_s + \dot{m} E_l \quad (4)$$

$$\frac{\partial (\alpha \rho n)_s}{\partial t} + \frac{\partial (\alpha \rho n u)_s}{\partial x} = (\alpha \rho)_s \dot{n}_s \quad (5)$$

$$\frac{\partial \alpha_g}{\partial t} + u_{Ig} \frac{\partial \alpha_g}{\partial x} = (\mu \Delta \pi)_g \quad (6)$$

$$\frac{\partial (\alpha \rho)_g}{\partial t} + \frac{\partial (\alpha \rho u)_g}{\partial x} = 0 \quad (7)$$

$$\frac{\partial (\alpha \rho u)_g}{\partial t} + \frac{\partial (\alpha \rho u^2 + \alpha p)_g}{\partial x} = \pi_{Ig} \frac{\partial \alpha_g}{\partial x} + F_{Dg} \quad (8)$$

$$\frac{\partial (\alpha \rho E)_g}{\partial t} + \frac{\partial (\alpha \rho E u + \alpha p u)_g}{\partial x} = \pi_{Ig} u_{Ig} \frac{\partial \alpha_g}{\partial x} - \pi'_{Ig} (\mu \Delta \pi)_g + F_{Dg} u'_l + \dot{Q}_g \quad (9)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho n)_g}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho nu)_g}{\partial x} = (\alpha\rho)_g \dot{n}_g \quad (10)$$

$$\frac{\partial\alpha_p}{\partial t} + u_{I_p} \frac{\partial\alpha_p}{\partial x} = (\mu\Delta\pi)_p - \frac{\dot{m}}{\rho_I} \quad (11)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho)_p}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho u)_p}{\partial x} = -\dot{m} \quad (12)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho u)_p}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho u^2 + \alpha p)_p}{\partial x} = \pi_{I_p} \frac{\partial\alpha_p}{\partial x} + F_{D_p} - \dot{m}u'_I \quad (13)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho E)_p}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho Eu + \alpha pu)_p}{\partial x} = \pi_{I_p} u_{I_p} \frac{\partial\alpha_p}{\partial x} - \pi'_{I_p} (\mu\Delta\pi)_p + F_{D_p} u'_I + \dot{Q}_p - \dot{m}E_I \quad (14)$$

$$\frac{\partial(\alpha\rho n)_p}{\partial t} + \frac{\partial(\alpha\rho nu)_p}{\partial x} = (\alpha\rho)_p \dot{n}_p \quad (15)$$

Les paramètres α_k, ρ_k (kg/m³), u_k (m/s), p_k (Pa), E_k (J/kg) représentent respectivement les fractions volumiques, masses volumiques, vitesses matérielles, pressions et énergies totales de la phase k . L'indice s est relatif à la phase solide, g à la phase gazeuse (pores intergranulaires) et p aux produits de combustion. On a également π_k qui représente la pression effective telle que $\pi_k = p_k - \beta_k$ avec β_k la pression intergranulaire, paramètre présenté dans la partie bibliographique. On a enfin l'énergie totale de la phase k E_k telle que $E_k = e_k + \frac{u_k^2}{2} + B_k$ avec $e_k = e_k(p_k, \rho_k)$ l'énergie interne de la phase k , donnée par son équation d'état, et B_k l'énergie de configuration issue de la pression intergranulaire β_k . Dans le cas des deux phases gazeuse, $B_p = B_g = 0$ et $\beta_g = \beta_p = 0$.

Le nombre d'inclusions par unité de masse est $n_k = N_k/(\alpha\rho)_k$, N_k pouvant être le nombre de grains par unité de volume ou le nombre de pores par unité de volume, selon la phase. Le terme \dot{n}_k provient de l'endommagement des grains.

Les termes $\dot{m}, F_{D_k}, \dot{Q}_k$ représentent respectivement le taux de décomposition du solide en produits gazeux, la force de traînée de la phase k , le transfert de chaleur de la phase k . La relaxation des pressions est représentée par le terme $(\mu\Delta\pi)_k$. Ici, le paramètre μ caractérise le taux de relaxation des pressions vers l'équilibre.

La discrétisation des termes proportionnels au gradient des fractions volumiques, qui sont indicés $Ik, k = s, g, p$ est donnée dans [99]. On a la contrainte de saturation $\alpha_s + \alpha_g + \alpha_p = 1$ et également $\dot{Q}_s + \dot{Q}_g + \dot{Q}_p = 0$.

Les différents termes sources d'interaction sont maintenant décrits pour chaque configuration.

La relaxation des pressions à taux fini a été modélisée de la façon suivante,
 $(\mu\Delta\pi)_g = \mu_{gs}(\pi_g - \pi_s)$, $(\mu\Delta\pi)_p = \mu_{ps}(\pi_p - \pi_s)$ et $(\mu\Delta\pi)_s = -(\mu\Delta\pi)_g - (\mu\Delta\pi)_p$,
 $\pi'_{I_g} = \frac{\pi_g/(\rho c)_g + \pi_s/(\rho c)_s}{1/(\rho c)_g + 1/(\rho c)_s}$, $\pi'_{I_p} = \frac{\pi_p/(\rho c)_p + \pi_s/(\rho c)_s}{1/(\rho c)_p + 1/(\rho c)_s}$

d'où $\pi_{Is}(\mu\Delta\pi)_s = -\pi'_{Ig}(\mu\Delta\pi)_g - \pi'_{Ip}(\mu\Delta\pi)_p$, c_k étant la vitesse du son dans la phase k .

Le coefficient de relaxation des pressions dépend du rayon des grains R_s selon les relations

$$\mu_{gs} = \frac{3\alpha_s\alpha_g}{2(\rho_s c_s + \rho_g c_g)R_s} \text{ et } \mu_{ps} = \frac{3\alpha_s\alpha_p}{2(\rho_s c_s + \rho_p c_p)R_s}$$

Les deux phases gazeuses vont à la même vitesse matérielle. On adapte la procédure de relaxation des vitesses infinie [99] [113] uniquement pour les deux phases gazeuses, la vitesse de la phase solide pouvant être très différente de celles des gaz lors de la phase de combustion convective.

Les forces de traînée entre la phase solide et les deux phases gazeuses sont

$$F_{Dg} = \frac{\alpha_g \rho_g}{6(1-\alpha_s)} C_D S (u_s - u_g) |u_s - u_g| \text{ et } F_{Dp} = \frac{\alpha_p \rho_p}{6(1-\alpha_s)} C_D S (u_s - u_p) |u_s - u_p|$$

avec $F_{Ds} = -F_{Dg} - F_{Dp}$.

Le coefficient de traînée est donné par $C_D = \frac{150\alpha_s}{Re_p} + 1.75$ [97].

Le nombre de Reynolds particulaire Re_p est défini par

$$Re_{p,k} = \alpha_k \rho_k |u_s - u_k| (2R_s) / \mu_g, \quad k = g, p,$$

μ_g la viscosité dynamique de la phase g donnée par la loi de Sutherland [114]

$$\mu_g = 17.16 \times 10^{-6} (T_g/273)^{2/3}.$$

Ces équations permettent de restituer l'infiltration des gaz chauds dans les porosités de l'explosif, afin de modéliser le phénomène de combustion convective. Ici, S est la surface d'échange entre les phases gazeuses et solide.

Par la suite, afin de simplifier l'implémentation, on prendra $u'_l = u_s$, vu que l'impédance acoustique du solide est plus grande que celle des gaz. De même, $\rho_l = \rho_s$, $E_l = E_s$.

Le transfert de masse est traité par une loi de Vieille

$$\dot{m} = A \rho_s S (p_g)^n$$

avec A et n les paramètres empiriques, ρ_s la masse volumique solide, p_g la pression de la phase gazeuse. Pour nos calculs, les paramètres empiriques ont été fixés tels que :

$A = 1.5 \times 10^{-9} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-n}$ et $n = 0.9$, utilisé par [36] et [87] dans le cas de la transition du choc à la détonation dans du PBX9501, à base de HMX.

La surface spécifique S est

$$S = 4N\pi R^2.$$

Ici, dans le cas d'une combustion par la surface externe des grains, $N = N_s$ est le nombre de grains par unité de volume et R_s leur rayon, calculé tel que

$$R_s = \left(\frac{3\alpha_s}{4\pi N_s} \right)^{1/3}.$$

Dans le cas d'une combustion par la surface des pores, $N = N_g + N_p$ est le nombre de pores par unité de volume et R_g leur rayon, calculé tel que

$$R_g = \left(\frac{3\alpha_g}{4\pi(N_g+N_p)} \right)^{1/3}.$$

Le passage d'une combustion par pores à une combustion par grains s'effectue quand la fraction volumique solide passe en deçà d'un certain seuil α_{SW} , limite de fluidisation, due à la déconsolidation du matériau poreux en un milieu granulaire [36] [37].

Dans la référence [114], les valeurs d'interface indicées de I représentant les grandeurs exprimées à l'interface entre deux phases étaient données sous une forme plus générale. Ainsi, la pression effective à l'interface valait $\pi'_I = \frac{\sum \pi_k / (\rho_k c_k)}{\sum 1 / (\rho_k c_k)}$, tout comme la vitesse à l'interface $u'_I = \frac{\sum \rho_k c_k u_k}{\sum \rho_k c_k}$. Dans le cas d'un transfert de masse, [87] exprime la masse volumique et l'énergie totale à l'interface par $\rho_I = \frac{\rho_s c_s^2 / \alpha_s + \rho_p c_g^2 / \alpha_g}{c_s^2 / \alpha_s + c_g^2 / \alpha_g - dB/d\alpha_s}$ avec $C_k^2 = c_k^2 + \alpha_k^2 \frac{d^2 B_k}{d\alpha_k^2}$ et $E_I = E_s + \frac{p_s}{\rho_s} - \frac{\pi_s}{\rho_I} + \frac{u_s + u_p}{2} (u'_I - u_s)$. On retrouve les valeurs précédentes dans le cas d'une impédance acoustique de la phase solide beaucoup plus grande que celles des deux autres phases gazeuses et d'une faible différence de vitesses entre phases.

III.2. Energie de configuration

L'énergie de configuration désigne l'énergie issue des efforts que les grains solides exercent les uns sur les autres. Ce paramètre, ainsi que la pression intergranulaire qui lui est associée, sont obtenus à partir de données expérimentales, dans notre cas les courbes de compression d'un explosif dont un exemple est donné Figure III.1. La courbe de compression représente l'évolution du taux de compression d'un milieu hétérogène en fonction de la pression qui lui est appliquée. L'énergie de configuration est obtenue de la façon suivante pour une phase donnée.

On définit tout d'abord que, pour $\alpha < \alpha_0$, autrement dit lorsque la fraction volumique solide est inférieure à sa fraction volumique initiale $B = 0$, puisque dans cette configuration les grains ne sont pas en contact.

Dans le cas où $\alpha \geq \alpha_0$ l'énergie de configuration doit être ajustée aux données expérimentales à l'aide d'une fonction définie telle que [96]

$$B(\alpha) = a \left[(1 - \alpha) \ln(1 - \alpha) + (\alpha - \alpha_0) (1 + \ln((1 - \alpha_0))) - (1 - \alpha_0) \ln(1 - \alpha_0) \right]^n$$

avec α_0 la fraction volumique initiale du solide et a et n deux paramètres empiriques permettant de recalculer l'équation sur les données expérimentales.

En définissant la pression intergranulaire telle que

$$\beta(\alpha) = \alpha \rho \frac{dB(\alpha)}{d\alpha},$$

il est alors possible de reproduire une courbe de compression, comme celle de la Figure III.1.

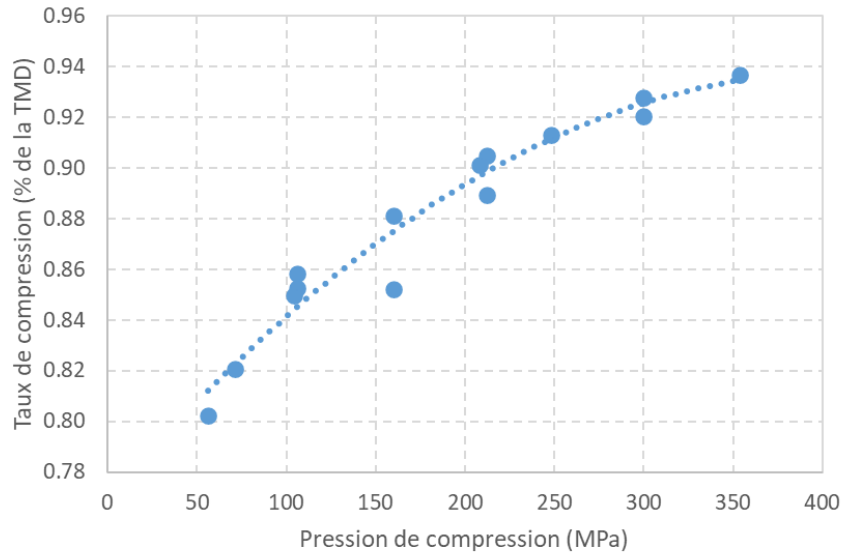


Figure III.1 - Exemple de courbe de compression, entre la pression de configuration β_s et le taux de compression pour du M3c

En essayant au mieux d'approcher l'équation de la pression intergranulaire de cette courbe expérimentale, en fixant $\rho_0 = 1903 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ on obtient $\alpha_0 = 0.72$, $a = 68225 \text{ Pa}$ et $n = 1.0$. La courbe de la pression intergranulaire et les points expérimentaux sont présentés sur la Figure III.2.

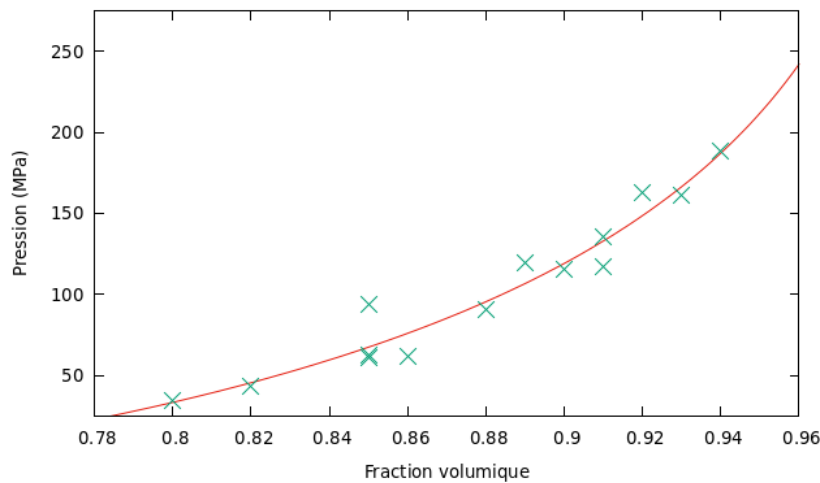


Figure III.2 - Calibration de la courbe de pression intergranulaire β_s avec les points expérimentaux du HMX M3c

Grâce à ces paramètres, il est donc possible de connaître la pression et l'énergie de configuration en fonction de la fraction volumique solide pour un lot de HMX donné.

III.3. Cas d'un tube à choc non réactif

Afin de tester notre modèle avant d'y intégrer les termes réactifs, nous avons effectué une simulation similaire à l'une de celles se trouvant dans la publication de Saurel *et al.* [96]. Il s'agit d'un tube à choc comme décrit sur le schéma de la Figure III.3.

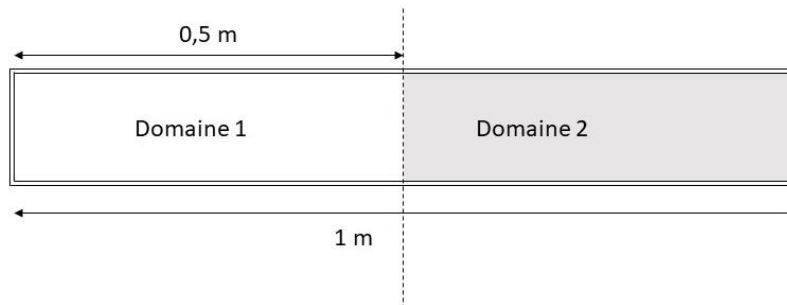


Figure III.3 - Schéma de principe du tube à choc

Pour cette simulation on considère donc un tube de 1 m de longueur dont chaque moitié est rempli d'un mélange différent dans des conditions initiales différentes.

Ainsi, pour le domaine 1, on a $\alpha_s = 0.001$, $\alpha_g = 0.899$ et $\alpha_p = 0.1$. La pression initiale du domaine P_1 est de 100 MPa et la vitesse est nulle.

Concernant le domaine 2, on a $\alpha_s = 0.65$, $\alpha_g = 0.34$ et $\alpha_p = 0.01$. Cette partie du tube est à pression atmosphérique et la vitesse est également nulle.

Pour rappel, la phase annotée s désigne la phase solide. Les phases g et p quant à elles représentent de l'air et ne sont pas différenciées dans cette configuration (puisque'il n'y a pas de produit de décomposition). Les trois phases sont régies par des équations d'état Stiffened Gas dont les paramètres sont donnés dans le Tableau III.1.

Les équations d'état de type Stiffened Gas sont définies par les relations suivantes :

$$e = \frac{p + \gamma p_\infty}{(\gamma - 1)\rho} + q$$

$$p + p_\infty = \frac{\gamma - 1}{\gamma} \rho c_p T$$

	ρ_0 (kg · m ⁻³)	γ	p_∞ (Pa)
HMX	1903	5.5	31×10^8
Air	1	1.4	0

Tableau III.1 - Paramètres de l'équation Stiffened Gas

Pour ce cas, nous avons, comme dans Saurel *et al.* [96], considéré que la relaxation des vitesses était infinie. Cependant, nous avons considéré que la relaxation des pressions était finie. Elle a été implémentée *via* le terme décrit ci-après :

$$\mu_{gs} = \frac{3\alpha_s\alpha_g}{R(\rho_s c_s + \rho_g c_g)}$$

Le rayon de grain R est donné par :

$$R = \left(\frac{3\alpha_s}{4\pi n}\right)^{1/3}$$

La Figure III.4 permet de comparer les résultats obtenus par Saurel [96] avec ceux que nous avons obtenus. Pour ce calcul nous avons pris un rayon de grain initial de 200 μm .

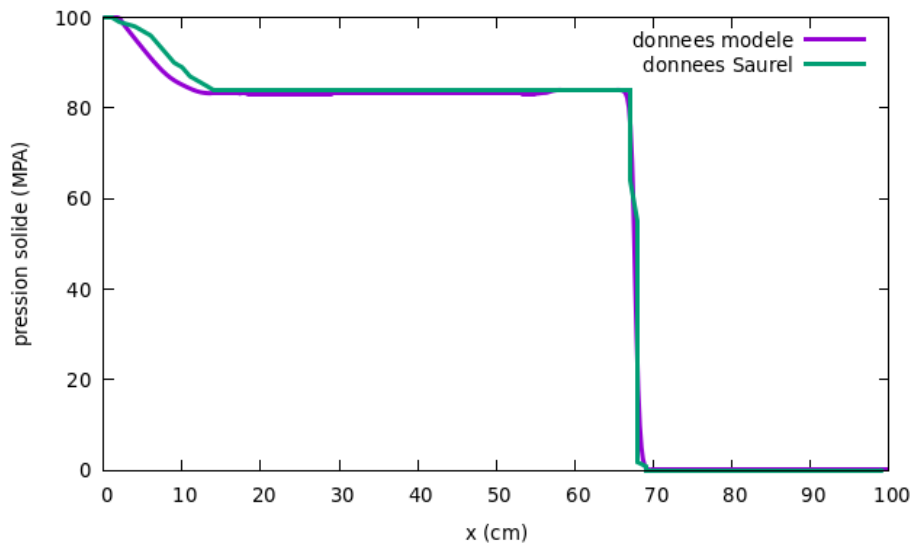


Figure III.4 - Comparaison du profil de pression obtenu avec celui obtenu par Saurel *et al.* [96] à $t = 38 \mu s$

III.4. Modélisation de l'état de Chapman-Jouguet

Une fois le comportement du milieu étudié validé sous choc, l'aspect réactif du modèle a été introduit. Pour ce faire, la variation de la masse de solide \dot{m} a été implémentée sous la forme d'une loi de Vieille, comme décrit ci-dessous :

$$\dot{m} = A\rho_s S (p_g)^n$$

avec A et n les paramètres empiriques, ρ_s la masse volumique solide, p_g la pression de la phase gazeuse intergranulaire et S la surface spécifique implémentée telle que :

$$S = 4N\pi R^2$$

Avec N le nombre de grains et R leur rayon, calculé tel que :

$$R = \left(\frac{3\alpha_s}{4\pi N} \right)^{\frac{1}{3}}$$

Pour nos calculs, les paramètres empiriques ont été fixés tels que :

$$A = 1.5 \times 10^{-9} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-n} \text{ et } n = 0.9.$$

Il est à noter qu'à partir de cette section, la pression de configuration a été négligée puisque seul le HMX 150-200 est considéré et que sa pression de configuration est négligeable devant les pressions générées par la réaction. Cette hypothèse ne serait pas valable pour les autres lots.

De même, les échanges thermiques ont été négligés car oblitérant l'amorçage de la réaction. Nous avons à la place, et aux vus des résultats du 150-200, considéré que la réaction s'amorçait dès que le milieu était sollicité.

Une fois le transfert de masse implémenté, des équations d'état de type Jones-Wilkins-Lee (JWL) [115] ont été implémentées pour traiter les produits de combustion.

La pression et l'énergie interne sont reliées de la façon suivante :

$$P(v, e) = \frac{\Gamma_p (e - e_{kp}(v))}{v} + P_{kp}(v)$$

avec

$$e_{kp}(v) = \frac{Av_{Ref}}{R_1} e^{-R_1 \left(\frac{v}{v_{Ref}} \right)} + \frac{Bv_0}{R_2} e^{-R_2 \left(\frac{v}{v_{Ref}} \right)} + \frac{kv_{Ref}}{\Gamma_p} \left(\frac{v}{v_{Ref}} \right)^{\Gamma_p}$$

$$e(v, T) = e_{kp}(v) + C_{vp}T$$

$$P_{kp}(v) = Ae^{-R_1 \left(\frac{v}{v_{Ref}} \right)} + Be^{-R_2 \left(\frac{v}{v_{Ref}} \right)} + k \left(\frac{v_{Ref}}{v} \right)^{\Gamma_p + 1}$$

$$P(v, T) = P_{kp}(v) + \frac{\Gamma_p C_{vp}T}{v}$$

A l'état de Chapman-Jouguet, on obtient les relations suivantes

$$v_{CJ} = v_{Ref} - P_{CJ} \left(\frac{v_{Ref}}{D_{CJ}} \right)^2$$

$$k = \left(P_{CJ} - P_{ks}(v_{CJ}) - \frac{\Gamma_g C_{vg} T_{CJ}}{v_{CJ}} \right) \left(\frac{v_{CJ}}{v_{Ref}} \right)^{\Gamma_g + 1}$$

Les paramètres, ainsi que les paramètres de l'équation d'état JWL pour les produits de réaction sont regroupés dans le Tableau III.2, à partir de [116]. Les paramètres CJ ont été obtenus grâce au code de thermochimie CEA SIAME [77] [112].

v_{Ref} (m ³ /kg)	5.249×10^{-4}
Γ_g	0.3
A (Pa)	7.783×10^{11}
B (Pa)	7.071×10^9
R_1	4.2
R_2	1.0
P_{CJ} (Pa)	39.9×10^9
D_{CJ} (m · s ⁻¹)	9272.6
T_{CJ} (K)	3777
C_{vg} (J/(kg · K))	2508

Tableau III.2 - Paramètres de l'équation JWL pour les produits de détonation

Ces différentes implémentations nous ont permis de modéliser l'accélération d'un front de combustion jusqu'à un état de détonation établie. De ces résultats, les vitesses de détonations D_{CJ} ont été obtenues par post traitement pour différentes fractions volumiques solides initiales. La Figure III.5 présente ces D_{CJ} comparés avec ceux obtenus à l'aide des codes de calculs de thermochimie développés par le CEA : SIAME et QUERCY, un code de calcul plus ancien.

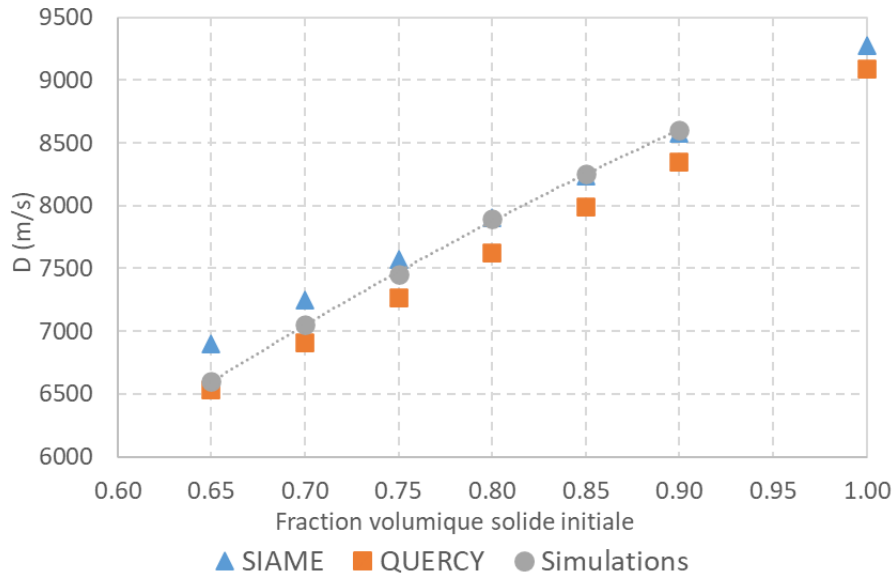


Figure III.5 - Comparaison des DCJ entre les codes de thermochimie SIAME et QUERCY, et le modèle multiphasique

Sur cette figure, on peut voir que les D_{CJ} obtenus avec le modèle se trouvent entre les résultats de SIAME et QUERCY (respectivement en triangles bleus et en carrés oranges). On note également que pour des fractions volumiques comprises entre 80% et 90%, qui est l'intervalle qui nous intéresse particulièrement, les résultats de nos simulations coïncident presque parfaitement avec les résultats de SIAME, ce qui est très satisfaisant. Pour ce faire, le modèle que nous étudions a été recalé sur les résultats de SIAME avec le point à 85% en modifiant le paramètre de chaleur q présent dans l'équation d'état Stiffened Gas (SG) associée à la phase solide. Les autres paramètres de SG γ et P_∞ ont été obtenus en les calibrant à partir de la polaire de choc du HMX [117].

Ces résultats permettent de valider le comportement en détonation de ce modèle. Son comportement en compression ayant été validé dans les parties précédentes, nous pouvons passer à la modélisation de la transition d'un régime de déflagration à un régime de détonation.

La Figure III.6 illustre quelques profils de pression obtenus à l'aide d'un calcul mettant en œuvre un milieu contenant une fraction volumique de 85% de HMX, possédant un rayon de grain initial de 200 μm . Initialement, une zone composée de produits de détonation à 100 MPa et d'une épaisseur d'un mm est présente. Une condition de mur est présente à gauche. On voit qu'une détonation se forme dans les premiers centimètres puis se propage en accélérant avant d'atteindre une certaine stabilité vers 25 cm.

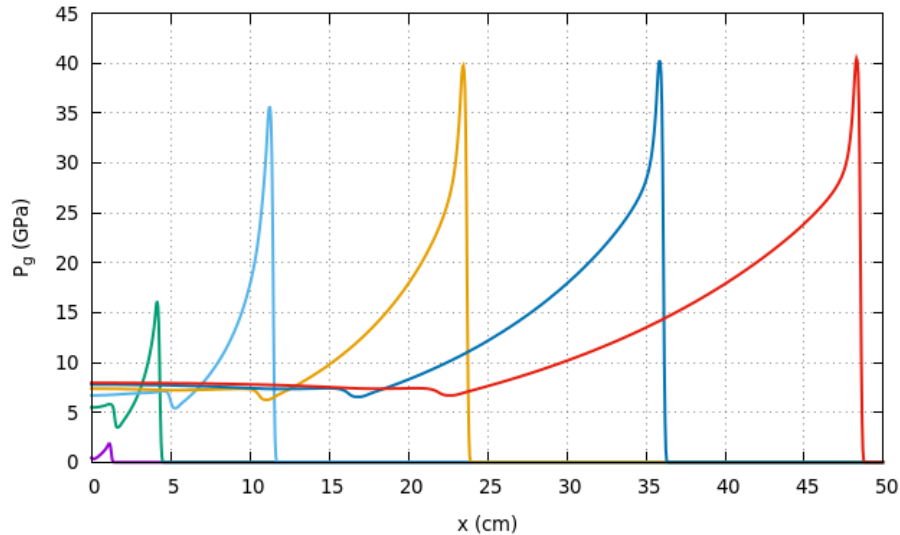


Figure III.6 - Différents profils de pression d'un calcul avec HMX à 85% - profils obtenus à $t = 12,5 \mu\text{s}$ en violet, $t = 20 \mu\text{s}$ en vert, $t = 30 \mu\text{s}$ en cyan, $t = 45 \mu\text{s}$ en jaune, $t = 60 \mu\text{s}$ en bleu foncé et $t = 75 \mu\text{s}$ en rouge. La pression CJ est de 28 GPa

III.5. Modélisation de la transition de la déflagration à la détonation

Nous nous sommes principalement intéressés à restituer la transition de la déflagration à la détonation du lot HMX 150-200 à 83% de TMD. La Figure III.7 montre la configuration initiale de la modélisation numérique. Une chambre initiale de 1 mm remplie de gaz brûlés est portée à une faible surpression de 15 MPa. La chambre 2 est remplie du matériau énergétique poreux. Les différentes conditions initiales sont récapitulées dans le Tableau III.3. La taille de maille vaut 300 μm , pour 1001 mailles de calcul.

Pour ce faire, nous avons simulé un milieu comportant une fraction volumique solide de 83%. Cette configuration est détaillée sur la Figure III.7.

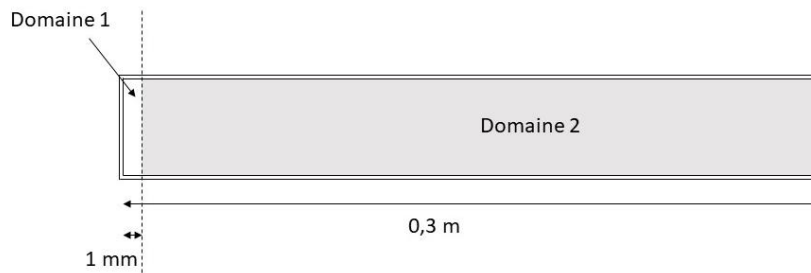


Figure III.7 - Schéma de la configuration pour les simulations de la transition

	Domaine 1	Domaine 2
α_s	0.001	0.83
ρ_s (kg · m ⁻³)	1905	1905
α_g	0.899	0.169
α_p	0.1	0.001
ρ_{g-p} (kg · m ⁻³)	10	1.2
P (MPa)	15	0.1
R_{grain} (μm)	0.625	0.625
R_{pore} (μm)	0.45	0.45

Tableau III.3 - Paramètres pour la simulation de TCoDD à 83%

Les rayons des pores et des grains implémentés pour les différentes simulations sont directement tirés des caractérisations du HMX 150-200 détaillées dans la partie expérimentale. Le rayon de grain provient de l'exploitation des résultats des granulométries LASER et les rayons de pore sont issus des résultats des porosimétries au mercure. Cependant, plutôt que de prendre les valeurs moyennes présentées dans la partie expérimentale, nous avons implémenté les valeurs des pics de population de tailles afin de gommer l'influence des gros diamètres qui sont présents en nombre négligeable. Les paramètres des équations d'état sont, eux, restés identiques à ceux présentés plus-haut.

Afin de modéliser la transition d'un régime de déflagration vers un régime de détonation, un nouveau paramètre α_{SW} lié à la fluidisation du milieu au cours de la combustion a été introduit, permettant de modéliser ce changement brutal de régime de combustion. Ce paramètre représente la fraction volumique solide à partir de laquelle nous passons d'un modèle de combustion par pores dans les premiers instants de la combustion à un modèle de combustion par grains par la suite. Cela signifie que toute la surface extérieure des grains est accessible à la combustion car détachés les uns des autres. L'équation pour le rayon pris en compte dans le modèle est rappelée ici $R_{pores} = (3\alpha_g / (4\pi N_{pores}))^{1/3}$. Le paramètre α_{SW} a été fixé à 0.70.

Les résultats des calculs (front de surpression) ont été ensuite comparés avec les résultats expérimentaux obtenus pour le HMX 150-200 (présentés partie II.3) sur la Figure III.8.

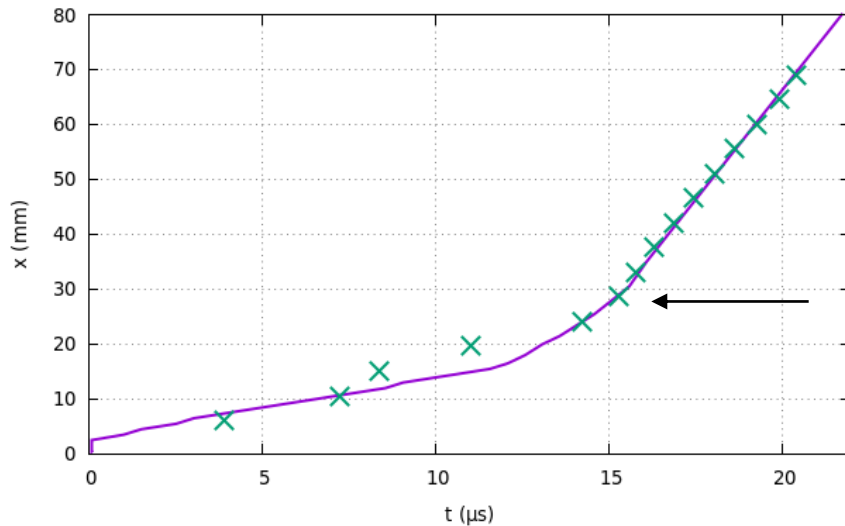


Figure III.8 – Comparaison des résultats de la modélisation (traits pleins) avec les résultats expérimentaux (symboles) pour le lot HMX 150-200 à 83% de la TMD

Sur cette figure, la courbe violette représente le résultat d'une simulation sous forme de diagramme $x - t$ tandis que les croix représentent les résultats expérimentaux issus du tir 2 de la campagne de tir 1 (voir Tableau II.11). Pour obtenir cette superposition, seule une correction sur l'axe temporel de $3.9 \mu\text{s}$, due à l'imprécision du déclenchement de l'enregistrement des aiguilles court-circuit (voir partie II.3), a été nécessaire. On constate un bon accord entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux.

On observe tout d'abord sur la Figure III.8 que la courbe violette est composée de 3 parties, distinctes de par leur différente pente, représentant de gauche à droite des phénomènes de plus en plus rapides, la pente toute à droite représentant une détonation stationnaire. On remarque que les phases de détonation des résultats expérimentaux et simulés sont très proches. En effet, les paramètres CJ de l'équation d'état ont été calibrés sur les résultats de SIAME, validés dans la partie précédente.

On peut également observer la très bonne superposition des deux résultats autour du point de transition (flèche sur la Figure III.8). Cela signifie, d'une part, que nous avons réussi à restituer avec notre modèle le point de transition avec précision pour la configuration avec du HMX 150-200 comprimé à 83% de sa TMD. Cela signifie d'autre part que le modèle permet également de restituer fidèlement la phase de déflagration se produisant avant la transition.

On observe enfin que la première partie de la courbe, toute à gauche, possède approximativement la même pente que les premiers points expérimentaux. Ce modèle permet donc de restituer plusieurs phénomènes intervenant dans le phénomène de TCoDD.

Un autre phénomène restitué par notre modèle est la formation d'un bouchon précédant la transition de l'onde réactive en détonation. Ce phénomène est illustré sur la Figure III.9.

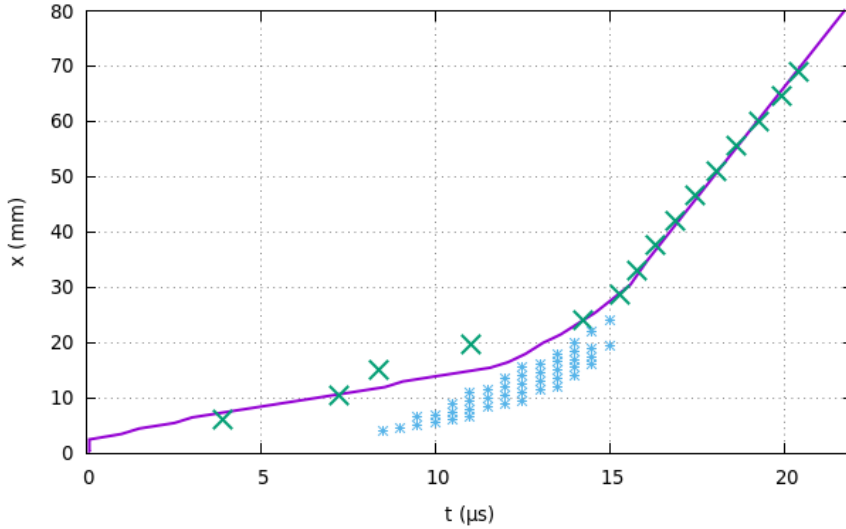


Figure III.9 - Diagramme $x - t$ à 83% avec la présence d'un bouchon. Vitesses mesurées : front de détonation 7980 m/s, premier front de déflagration 1125 m/s et deuxième front de déflagration 4050 m/s

Le bouchon est déterminé pour un taux de compression $(\alpha\rho)_s/\rho_s^0$ au-dessus de 0.9, comme proposé par Parker & al. [37].

La Figure III.9 est à comparer avec la Figure III.10 issue du livre de Asay & al. [22] et représentant l'évolution des différents phénomènes à l'aide d'un diagramme $x - t$. Le tir dont est issu ce diagramme a été réalisé par Campbell et met en œuvre du HMX comprimé à environ 65% de la TMD et initié par un piston de faible vitesse.

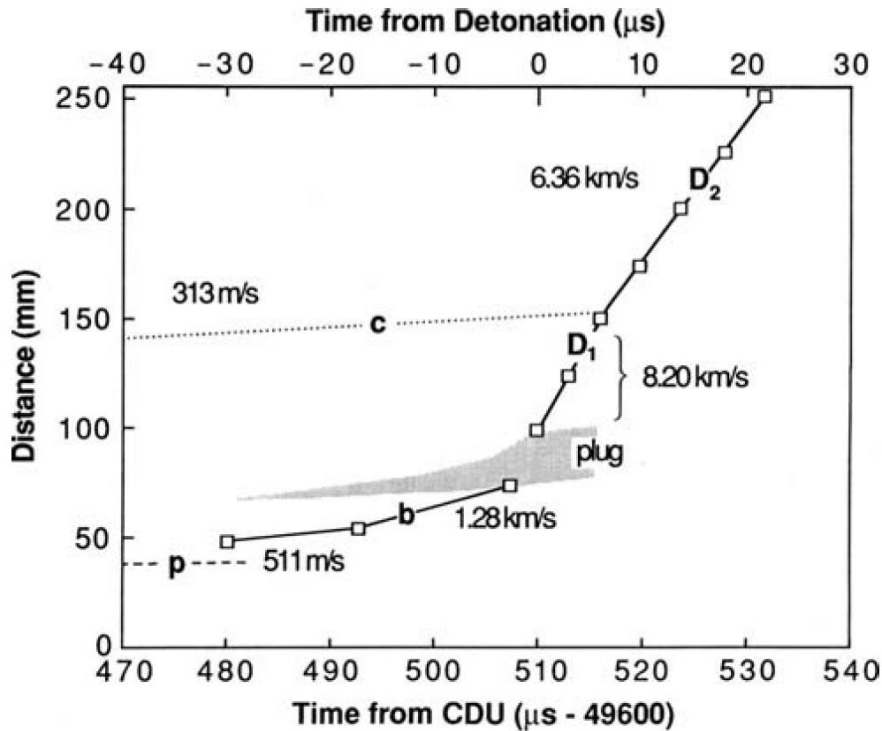


Figure III.10 - Diagramme $x - t$ expérimental tiré de Asay & al. [22]

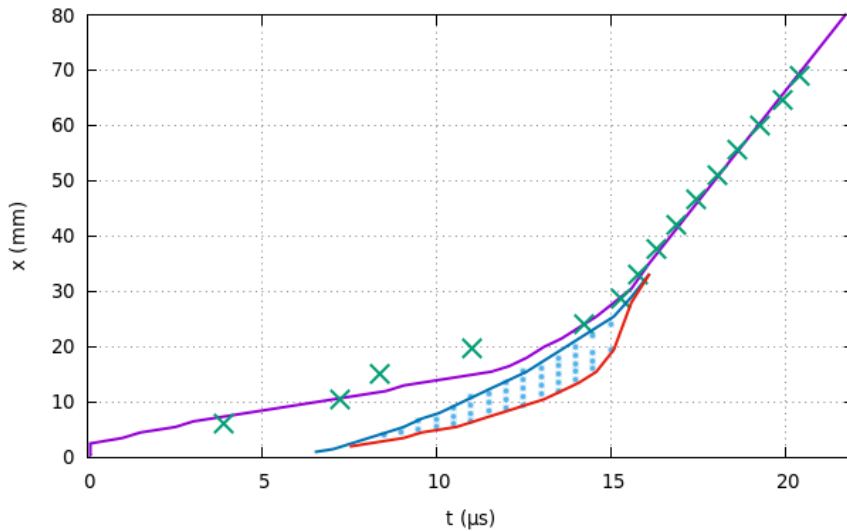


Figure III.11 - Diagramme $x - t$ à 83 % avec la présence d'un bouchon et d'un front de déflagration

Le bouchon a pu être encadré par deux lignes, qui représentent en bleu une isobare à 300 MPa et en rouge une isoligne $(\alpha\rho)_s/\rho_s^0$ égale à α_{SW} .

Une première phase relative se situe préalablement dans les premiers millimètres. La pression augmente progressivement en aval du front de compaction qui se propage à une vitesse de 1125 m/s. Le taux de décomposition est relativement faible, correspondant à une combustion par pores. Puis la fraction volumique chute en deçà de α_{SW} à l'approche du point d'amorçage. La combustion par la surface extérieure des grains va alors s'effectuer. On assiste à la formation d'un front de déflagration (en rouge sur la Figure III.11), avec la formation d'un bouchon (''plug'', ligne bleue sur la Figure III.11). La vitesse de formation du plug, initialement à ~ 2000 m/s va s'accélérer pour ensuite rattraper l'onde de compaction. Les deux ondes ayant coalescé, on assiste de façon concomitante à la formation de l'onde de détonation.

La Figure III.12 montre les profils de pression lors de la première phase, quand le front précurseur se propage entre 8 et 13 mm, soit entre 6.5 et 11.5 μs après l'initiation. On constate que le front est en-dessous de 300 MPa, valeur mise en évidence par Campbell (cf. Figure III.13, tirée d'une expérience de McAfee [40]). On assiste à la formation d'un front de déflagration puis du plug associé. Ce dernier a ensuite rattrapé l'onde de compaction précurseur sur le dernier profil.

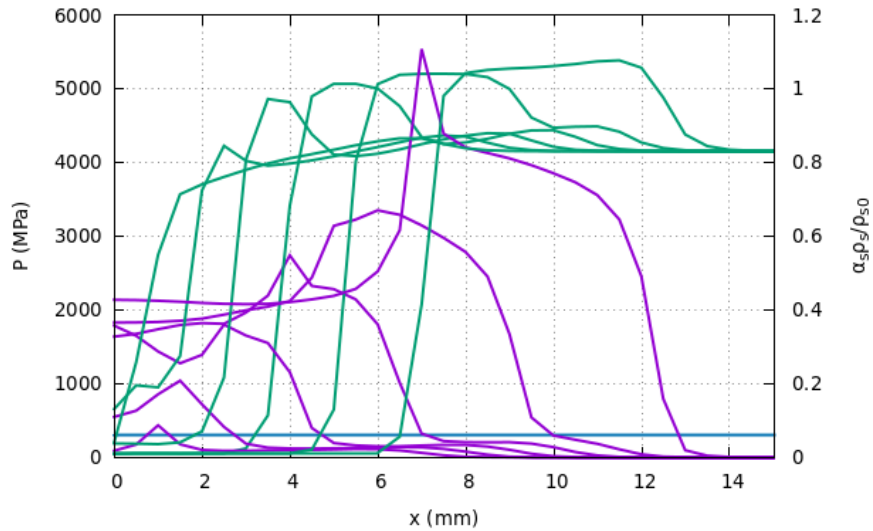


Figure III.12 - Propagation d'un front précurseur. Profils de pression et du taux de compression de $6.5 \mu\text{s}$ jusqu'à $11.5 \mu\text{s}$ avec un intervalle de $1 \mu\text{s}$ entre chaque profil

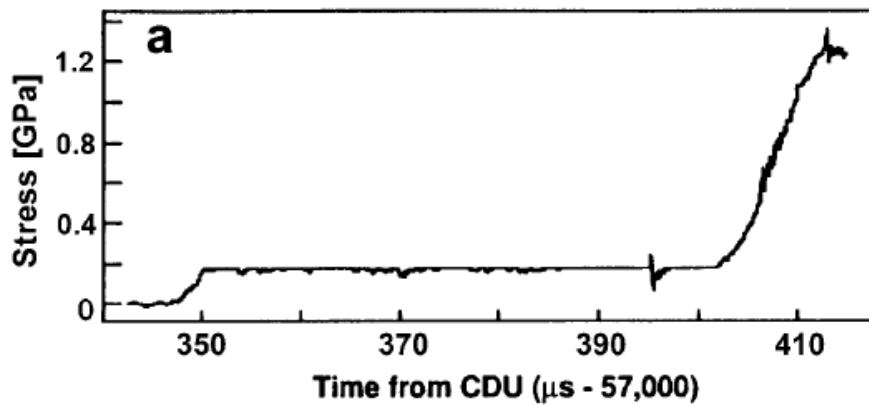


Figure III.13 - Profil de pression enregistré par une sonde de pression lors d'une expérience menée par McAfee et Campbell [40]

La Figure III.14 montre les profils de pression lors de la deuxième phase. La vitesse de propagation de la face avant du bouchon accélère de 3600 à 4050 m/s, déterminée entre 12 et $15.5 \mu\text{s}$ sur le diagramme $x - t$ et à l'aide des différents profils. Ensuite une accélération brutale s'opère vers la détonation.

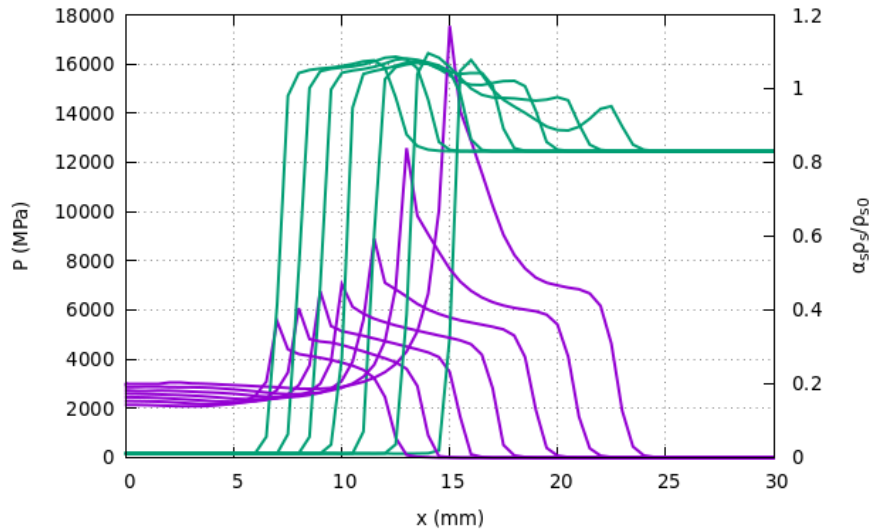


Figure III.14 - Profils de pression et de taux de compression du HMX 150-200 à 83% de 11.5 μ s à 14.5 μ s avec un intervalle de 0.5 μ s

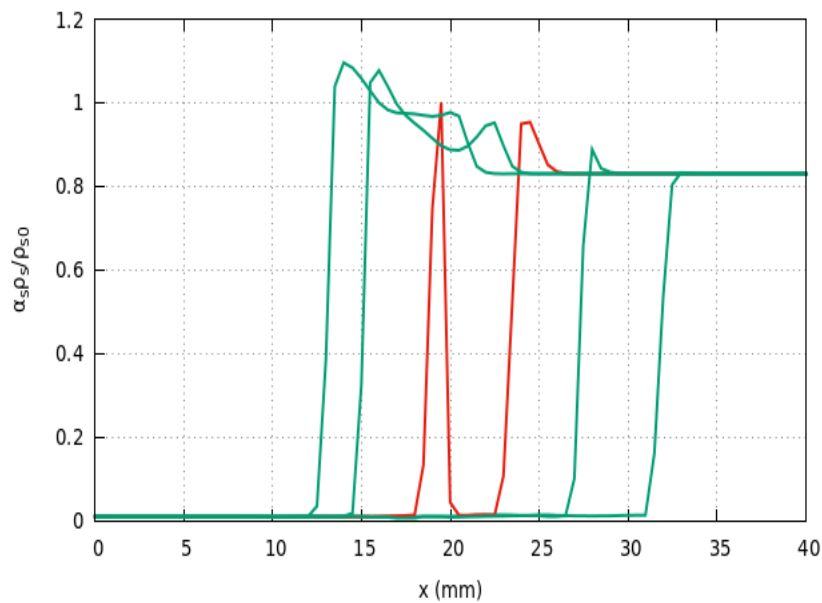


Figure III.15 - Profils de taux de compression au moment de la transition en détonation de HMX 150-200 à 83% de 14 μ s à 16 μ s avec un intervalle de 0.5 μ s

La Figure III.15 représente les profils du taux de compression postérieurs ($x > 12$ mm) à ceux présentés sur la Figure III.14. Elle nous montre que le front de détonation se forme immédiatement en amont du bouchon. On peut voir que le bouchon, qui est caractérisé par un taux de compression supérieur à 0.9, se sépare en deux sur le troisième profil (en rouge sur la Figure III.15), ce qui a été également observé expérimentalement (Fig. 8.16 de McAfee [22], Fig. 5 de Parker *et al.* [118]). Ce dernier se consume ensuite complètement, comme indiqué sur les profils suivants, donnant lieu à une rétonation.

L'évolution de la fraction volumique du HMX est également illustrée sur les Figure III.16 et Figure III.17. Leur analyse nous indique la présence d'un nouveau front de combustion, au sein même du bouchon, à l'intérieur duquel un important gradient de pression continue de se développer (derniers profils de pression Figure III.14). La fraction volumique chutera en-deçà de α_{SW} , ce qui va fortement amplifier le processus de décomposition. C'est cette dernière étape qui va être responsable de l'accélération finale du front vers la détonation.

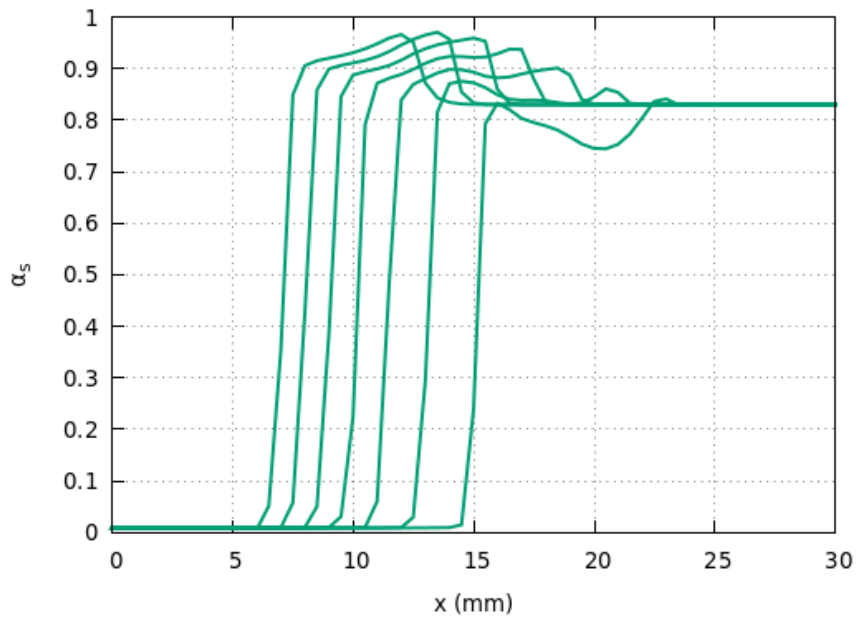


Figure III.16 - Fraction volumique du solide durant la deuxième phase de déflagration entre 11.5 et 14.5 μ s, avec un intervalle de 0.5 μ s

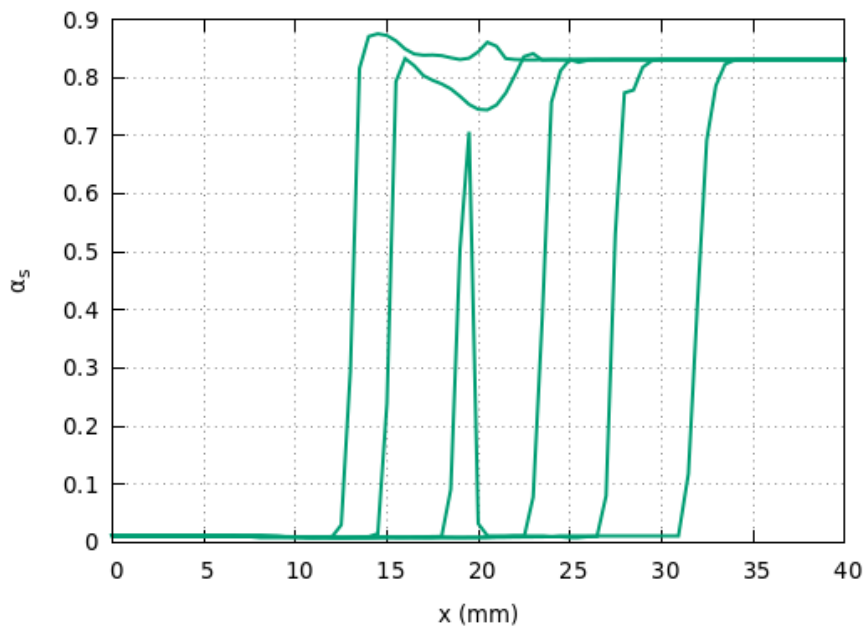


Figure III.17 - Fraction volumique du solide entre 14 μ s et 16 μ s, avec un intervalle de 0.5 μ s

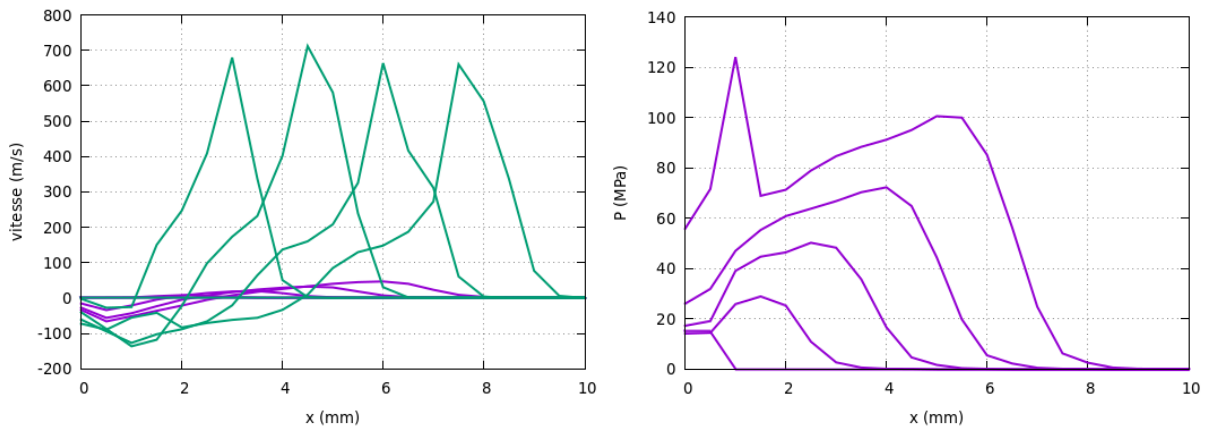


Figure III.18 – gauche : Vitesses de la phase solide (violet) et de la phase gazeuse (vert) issue de la simulation pour du HMX 150-200 à 83%. Droite : profil de pression –de 0 à 6 μ s, avec un intervalle de 1.5 μ s

La Figure III.18 représente les vitesses des phases 1 solide (violet) et 2 gazeuse (vert), ainsi que la pression lors de la propagation du front de déflagration dans les dix premiers millimètres du processus de transition. La vitesse des gaz est très supérieure à celle du solide, témoignant de l'intrusion de gaz chauds en amont du front de combustion, caractérisant le phénomène de combustion convective. La pression augmente progressivement due à la décomposition chimique du solide. Un fort gradient de pression dans le solide est également présent en amont du front. On peut constater que les gaz de combustion sont éjectés vers la gauche, entraînant la phase solide.

Il est à noter cependant que l'analyse a été effectuée que pour un mélange contenant 83% de fraction volumique de HMX 150-200. On a constaté que le paramètre le plus influent était la détermination de la limite de fluidisation α_{SW} . Ainsi afin de restituer l'ensemble des distances de transition pour ce lot, il a fallu ajuster ce paramètre en fonction du taux de compression initiale.

Les différents diagrammes ($x - t$) pour les différents taux de compression sont illustrés sur la Figure III.20. La Figure III.19 montre que les valeurs choisies pour le paramètre α_{SW} sont pertinentes car elles permettent une parfaite adéquation des distances de transition issues des résultats expérimentaux avec celles déterminées numériquement.

Les valeurs sélectionnées pour le paramètre α_{SW} sont présentées dans le Tableau III.4. On constate qu'elles diminuent légèrement de 0.75 à 0.7 pour un taux de compression s'accroissant de 74 à 83 %. Elle tombe à 0.56 pour un taux de compression à 88%, pour lequel on a une augmentation importante de la longueur de transition. Il est fort probable que la tenue mécanique accrue du matériau poreux en cours de décomposition ainsi que les interactions plus fortes des grains avec le confinement, dont l'intégrité n'est pas complètement assurée soient deux facteurs qui expliquent ce comportement. Cela met en lumière de manière indirecte le rôle

de la combustion déconsolidante, mise en évidence initialement par Fifer et Cole, et régulièrement invoquée par Parker *et al.* 2018 [118], 2020 [37].

Les résultats numériques nous indiquent également les évolutions des vitesses des deux phases en fonction du taux de compression initial. On constate ainsi que la vitesse diminue puis augmente pour la première phase. Quant à la deuxième phase, elle augmente puis diminue. Quant à la phase de détonation, sa vitesse augmente.

Dans le Tableau III.4, les valeurs des rayons des grains et des pores ont été déterminées à partir des pics maximums des distributions des tailles de pores (cf. Figures II.17 II.18 et II.19) et des distributions des tailles de grains (Figures II.8 II.9 et II.10, tous déterminés expérimentalement).

Taux de compression	HMX 150-200 (mm)(exp.)	R_{grain} (μm)	R_{pore} (μm)	Simulations (mm)	α_{SW}	$D_{déflag}$ phase 1 (m/s)	$D_{déflag}$ phase 2 (m/s)
65	30.2	1.525	1.05	28.5	0.63	760	2250
74	22.46	1.12	0.78	19	0.75	1550	2950
81	23.12	0.85	0.60	26	0.72	1100	3700
81	22.73	0.85	0.60	26	0.72	1100	3700
81	22.44	0.85	0.60	26	0.72	1100	3700
83	26.9	0.625	0.45	28	0.7	1125	4050
83	26.97	0.625	0.45	28	0.7	1125	4050
86	42.81	0.58	0.42	44	0.66	1260	3600
88	50.43	0.40	0.30	51	0.58	1850	2800

Tableau III.4 – Détermination de α_{SW} pour la longueur de transition. Vitesses de déflagration des phases 1 et 2

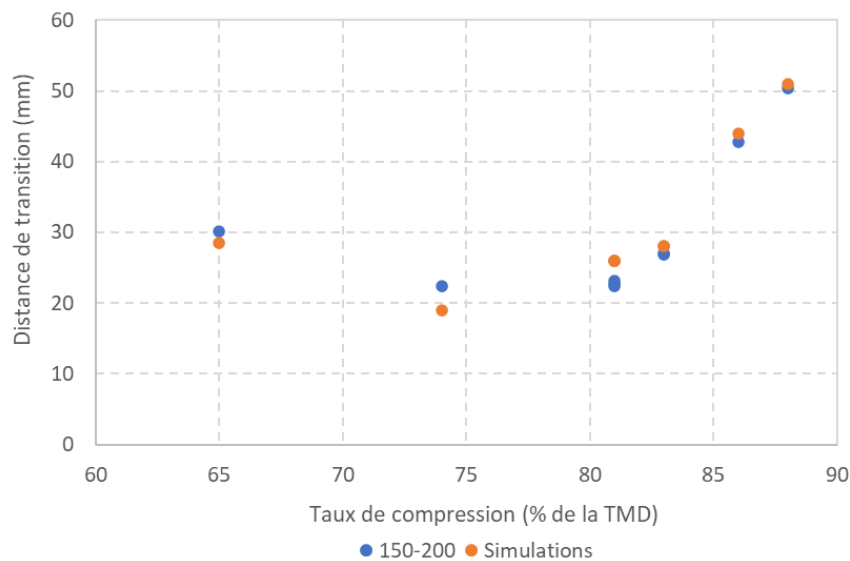


Figure III.19 - Distances de transition issues des tirs de HMX 150-200 et des simulations après calibration du paramètre α_{SW}

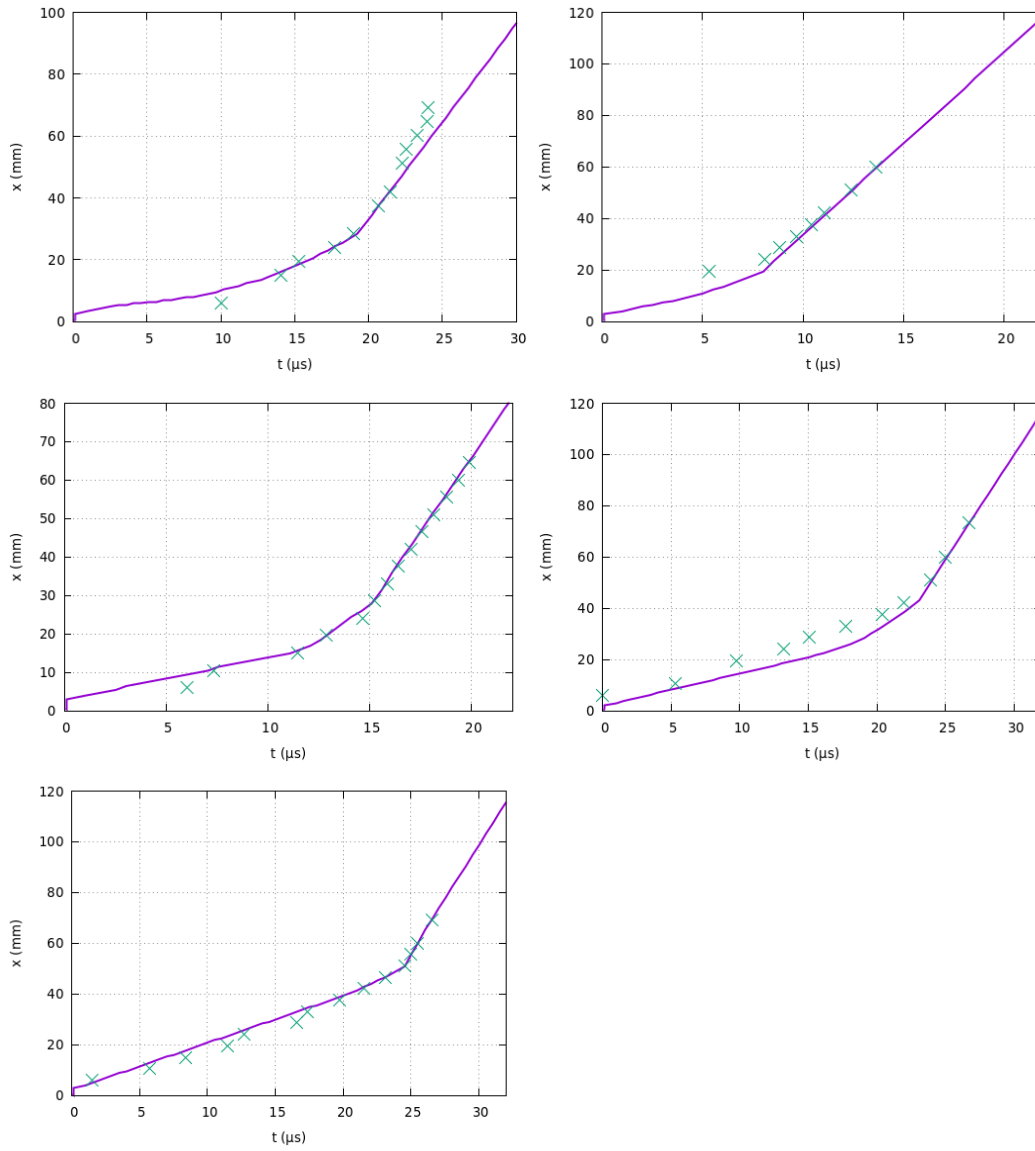


Figure III.20- Diagramme de marche ($x - t$) pour les taux de compression de 65% (haut gauche) 74% (haut droite), 81% (milieu gauche), 86% (milieu droite), 88% (bas gauche).

Conclusion

Dans cette partie nous avons présenté le modèle développé pour reproduire le phénomène transitoire de la déflagration à la détonation.

Le modèle 1-D multiphasique réactif inspiré des travaux de Saurel *et al.* [96] [97] [87] est issu du modèle initialement proposé par Baer et Nunziato (voir partie I.3).

Dans un premier temps, l'énergie de configuration, paramètre important traduisant de l'interaction entre les grains dans le matériau poreux, a été obtenu à partir des courbes de compression obtenues expérimentalement (partie II.2.c). Ensuite, une configuration de tube à choc a été modélisée afin de valider l'implémentation du modèle lorsqu'il était soumis à un choc.

Une modélisation à trois phases a été privilégiée, afin de prendre en compte la phase solide, la porosité initiale (intra et extra grains) et les produits de détonation. La phase solide est modélisée par une équation Stiffened Gas, dont les paramètres ont été calibrés sur la polaire de choc du HMX. La porosité initiale est modélisée par une équation d'état des gaz parfaits, et les produits de détonation par une équation d'état JWL des produits de détonation issus du HMX.

Les résultats de la modélisation ont été comparés avec ceux d'un code thermochimique. Le modèle restituait bien les paramètres CJ de la détonation sur la gamme des porosités investiguée, et ce sans calibration supplémentaire.

Les phénomènes de relaxation finie de pression et des vitesses (sous la forme d'une force de traînée au sein d'un milieu poreux) ont été pris en compte. Une loi de Vieille modélise la célérité de la décomposition chimique. Les paramètres de cette loi ont été issus de la littérature, pour des travaux modélisant la transition du choc à la détonation d'un explosif composé principalement de HMX. La combustion s'effectue par la surface interne des pores ou par la surface externe des grains, en fonction d'une limite de fluidisation propre à chaque taux de compression pour un lot donné de HMX. Les données initiales des pores et des grains ont été fournies par les pics des distributions de tailles des pores et des grains, déterminées par la caractérisation du matériau énergétique de la partie expérimentale.

L'analyse des résultats de la modélisation numérique pour le cas à 83% du HMX 150-200 a permis de décomposer le processus de transition en quatre étapes.

Ainsi, après amorçage, la décomposition chimique du matériau énergétique (combustion par les pores) et les forces de traînée augmentent la pression localement et induisent un front de déflagration se propageant à une vitesse quasi-constante ($\sim 1.1-1.9$ mm/ μ s). Ce front s'accompagne d'une légère compaction du lit en amont.

Puis la fraction volumique décroît en aval de ce front en-deçà de la limite de fluidisation donnant ainsi naissance à une combustion de type déconsolidante qui s'effectue par la surface externe des grains. La forte augmentation du taux de décomposition chimique par augmentation

de la surface totale accessible au front de combustion va engendrer un front de déflagration et des ondes de compression.

La formation d'un bouchon va résulter de cette deuxième étape. La face avant du bouchon va ensuite s'accélérer et rattraper l'onde de compaction précurseur. Il va en résulter un front de déflagration à vitesse quasi-constante ($\sim 2.8-4 \text{ mm}/\mu\text{s}$) lors de cette troisième étape. La pression va augmenter au sein du bouchon à cause de la décomposition chimique. Un gradient de pression va également s'y établir. Un nouveau front de combustion va se développer, au sein même du bouchon, à l'endroit où la fraction volumique a encore diminué en-deçà de α_{SW} , ce qui va fortement amplifier le processus de décomposition.

C'est cette dernière étape qui va être responsable de l'accélération finale du front vers la détonation ($6.5 - 8.5 \text{ mm}/\mu\text{s}$), qui se développe après le bouchon.

Dans un second temps, une étude paramétrique a été effectuée afin de tenter de reproduire la variation de la distance de transition en fonction du taux de compression initial obtenue expérimentalement en faisant varier le paramètre semi-empirique α_{SW} .

A terme, ce paramètre devrait être re-calibré en considérant une continuité des surfaces entre la combustion par grains et par pore comme dans [87]. De plus, l'interaction du milieu diphasique avec les parois, ainsi qu'un critère permettant de déterminer le changement topologique d'un matériau poreux en un milieu granulaire permettraient de restituer l'influence du confinement sur la limite de fluidisation. La prise en compte de l'énergie de configuration (et de la pression granulaire) ainsi que des transferts thermiques permettrait de rendre compte des différences de comportement entre les différents lots de HMX.

Conclusion et perspectives

Les travaux réalisés au cours de cette thèse ont porté sur l'étude du phénomène de la Transition Combustion-Déflagration-Détonation dans de l'octogène (HMX) seul fortement comprimé et confiné. L'objectif principal était de déterminer des tendances liant la variation de la distance de transition en détonation dans l'explosif lorsqu'elle intervient en fonction de différents paramètres de la microstructure. On sait par expérience et par la littérature que la distance de transition est fortement influencée par la taille des grains d'explosif utilisés. Les paramètres qui ont été considérés dans cette étude sont le taux de chargement, la granulométrie des grains d'explosif comprimés, la surface spécifique finale et la taille des pores du comprimé. Cette étude s'est déroulée en deux parties distinctes : l'une expérimentale et l'autre numérique.

La partie expérimentale s'est déroulée à l'Institut franco-allemand de recherche de Saint-Louis (ISL). Dans le cadre des travaux réalisés, trois différents lots d'octogène ont été choisis, chacun ayant une taille de grain avant compression d'un ordre de grandeur différent. Ces lots sont le M3c qui possède une taille de grain moyenne de l'ordre du micromètre, le Classe E qui possède une taille de grain moyenne d'environ 10 μm et le 150-200 qui possède une taille de grain moyenne d'environ 200 μm . Les caractéristiques de morphologie ont été déterminées avant et après compression à différents taux de chargement pour chacun des lots. Il ressort de ces caractérisations que la taille de grain des trois lots après compression est globalement la même du fait de la fracturation des plus gros grains sous la pression exercée, ce qui exclut d'emblée le facteur de taille des grains après compression des paramètres influençant le phénomène de transition. Il en découle que d'autres paramètres jouent un rôle plus déterminant. On a constaté que bien que les tailles de grains soient similaires après compression, pour un taux de chargement donné, la taille des pores pour le M3c est plus petite que celle du Classe E, elle-même plus petite que celle du 150-200. On observe également que, pour un même lot, la taille de pore diminue lorsque le taux de chargement augmente. Enfin, on note une différence significative de la valeur de surface spécifique entre les lots pour un taux de chargement donné. Ainsi, la surface spécifique pour du M3c est plus élevée que pour du Classe E elle-même plus élevée que pour du 150-200. Ces deux paramètres s'avèrent déterminants pour le phénomène de transition.

La suite de cette partie expérimentale a consisté en une série de tests de déflagration. Pour ce faire, chaque lot a été comprimé à des taux de chargement précis dans des tubes de laiton haute résistance de 80 mm de long. Lors de ces tests, l'explosif a été initié en combustion à l'aide d'une source LASER dont l'énergie est amenée au contact de l'explosif à l'aide d'une fibre optique. La progression de l'onde de pression générée par la réaction de l'explosif est observée à l'aide d'aiguilles court-circuit placées à intervalles réguliers le long du tube.

L'ensemble du phénomène est également observé à l'aide d'une caméra rapide à image intégrale. Ces essais ont permis d'établir les variations de la distance de transition lorsqu'elle intervient en fonction du taux de chargement initial de l'explosif pour chaque lot d'octogène. Ainsi, nous avons observé que le M3c n'a pas transité en détonation dans les 80 mm du tube, sauf pour un taux de chargement très bas (59% de la TMD). Le 150-200 au contraire a transité en détonation pour chacun des taux de chargement initiaux. On a pu voir que la distance de transition varie en fonction du taux de chargement de façon non monotone : la distance diminue entre 65% et 75% puis augmente entre 75% et 88%, ce qui est en accord avec les résultats de la littérature pour les lots ayant une taille de grain initiale importante. Enfin, la distance de transition du Classe E varie a priori de la même façon que le 150-200, mais avec une distance de transition légèrement plus importante pour un même taux de chargement, avec néanmoins un confinement plus important. Cependant, la plage de taux de chargement étudiée est plus réduite pour le Classe E à cause de la difficulté de mise en œuvre de la compression, une tendance complète n'a donc pas pu être dégagée.

En confrontant les résultats des tirs avec les résultats des caractérisations, il est possible d'argumenter sur les paramètres critiques influençant la distance de transition et leur rôle dans les différents mécanismes mis en œuvre dans la phénoménologie complète. Ainsi, le M3c qui transite en détonation plus difficilement possède des pores ouverts très petits. Cela rend difficile l'infiltration de gaz chauds en amont du front réactif permettant de préchauffer le milieu non réagi et d'accélérer la propagation du front (combustion convective). De plus, une taille de pore faible dissipe trop rapidement la chaleur issue de la compaction du milieu et l'empêche ainsi de participer conjointement au dégagement de chaleur nécessaire à l'accélération du front réactif. Les absences conjuguées de ces deux phénomènes permettent d'expliquer les différences de comportement entre les différents lots au même taux de chargement. Cela permet également d'expliquer l'augmentation de la distance de transition observée pour le HMX 150-200 comprimé entre 75% et 88% de la TMD puisque la taille des pores diminue lorsque le taux de chargement augmente. La diminution de la distance de transition entre 65% et 75% de taux de chargement serait, elle due à la présence de mécanismes n'intervenant pas pour des taux de chargement plus élevés (voir TCoDD de type II).

La partie numérique s'est déroulée à l'Institut Pprime à l'ISAE-ENSMA à Poitiers. Cette partie a consisté en l'implémentation dans un code de calcul d'un modèle 1-D multiphasique réactif dans le but de reproduire le phénomène de transition Combustion Déflagration Détonation. Une modélisation à trois phases a été privilégiée afin de différencier la phase gazeuse présente dans les porosités externes des produits de détonation. Les termes sources issus de la relaxation des vitesses et des pressions à taux fini entre les phases ont été implémentés. Dans un second temps, une équation d'état JWL a été implémentée afin de décrire la phase constituée des produits de détonation. Les paramètres CJ issus de la formulation multiphasique ont été obtenus et comparés aux résultats de calculs thermochimiques issus des

codes de calcul SIAME et QUERCY, deux codes développés par le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA). Une fois l'état CJ convenablement reproduit, la troisième étape a consisté en l'implémentation d'un paramètre α_{SW} traduisant la fluidisation du milieu au cours de la combustion et permettant de passer d'un mode de combustion par surface de pores pour les fractions volumiques solides élevées à un mode de combustion par surface de grains pour les fractions volumiques solides inférieures. Le modèle ainsi obtenu nous a permis de reproduire de façon très satisfaisante les différents tirs mettant en œuvre du HMX 150-200 en calibrant le α_{SW} convenablement. Un résultat notable issu de ces simulations concerne la simulation d'un tir mettant en œuvre le HMX 150-200 à 83% de taux de chargement, où un accord très satisfaisant a été obtenu. De plus, en exploitant de façon plus poussée ces résultats numériques, nous sommes parvenus à identifier plusieurs mécanismes intervenant dans les premiers instants du phénomène de transition comme la combustion convective, puis la formation d'un bouchon ou l'intervalle séparant l'onde de compaction de l'onde réactive.

Plusieurs simplifications ont été effectuées afin d'obtenir ces résultats et plusieurs améliorations peuvent encore être apportées au modèle afin de parvenir à encore mieux reproduire le phénomène de transition Combustion-Déflagration-Détonation. Ainsi, lors des simulations du phénomène de transition, l'influence de l'énergie de configuration et des transferts thermiques a été négligée. Cette énergie de configuration permet de prendre en compte l'interaction des grains entre eux lors d'une compaction. Ce paramètre a été obtenu à l'aide des courbes de compression obtenues expérimentalement définies comme étant la relation entre la pression appliquée à l'explosif et le taux de chargement en résultant. La prise en compte des transferts thermiques et de l'énergie de configuration permettrait de restituer les différences de comportement entre les différents lots d'explosif. De même, certaines grandeurs aux interfaces entre les phases comme la masse volumique ou l'énergie ont été approchées par leur valeur dans la phase solide.

Un autre axe d'amélioration du modèle serait l'implémentation de α_{SW} de façon à ce que ce paramètre garantisse la continuité de la surface de combustion au moment du changement de mode de combustion. En effet, lors des simulations de la transition, ce paramètre a été réglé à la main afin de faire correspondre au mieux la distance de transition obtenue avec par simulation avec la distance obtenue expérimentalement. Cette implémentation ainsi que l'implémentation d'un critère permettant de déterminer le changement topologique d'un matériau poreux en un milieu granulaire permettraient de restituer l'influence du confinement et de sa résistance.

Enfin, au cours de cette thèse, seuls les résultats concernant le HMX 150-200 ont été reproduits. Un travail à plus long terme serait d'exploiter les résultats expérimentaux mettant en œuvre les autres lots testés, voire même d'autres explosifs. Ce travail concerne à la fois l'aspect numérique et l'approche expérimentale avec pour objectif l'obtention d'un plus grand nombre de données. En effet, de futurs travaux expérimentaux pourraient consister à compléter

les tirs mettant en œuvre du HMX Classe E. Il serait également intéressant d'effectuer ces tests de déflagration sur d'autres explosifs comme le RDX, similaire par nature au HMX, ou sur du PETN. Enfin, on pourrait étudier le phénomène de transition Combustion-Déflagration-Détonation pour du VI-HMX (Very Insensitive HMX), un type de HMX développé par le groupe PCD de l'ISL exempt de défauts internes et d'arêtes vives, ce qui le rend particulièrement insensibles aux sollicitations sous chocs [119].

Bibliographie

- [1] D. Mathieu et S. Beaucamp, «Matériaux énergétiques,» *Fondamentaux en chimie*, pp. 87-90, 2004.
- [2] D. L. Chapman, «VI. On the rate of explosion in gases,» *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, vol. 47, pp. 90-104, 1899.
- [3] E. Jouguet, «On the propagation of chemical reactions in gases,» *Journal de mathématiques Pures et Appliquées*, vol. 1, pp. 347-425, 1905.
- [4] E. Jouguet, «On the propagation of chemical reactions in gases,» *Journal de mathématiques Pures et Appliquées*, vol. 2, pp. 5-85, 1906.
- [5] Y. B. Zel'Dovich, «On the Theory of the Propagation of Detonation in Gaseous Systems,» *Zh. Eksp. Teoret. Fiz.*, vol. 10, pp. 542-568, 1940.
- [6] J. Von Neuman, «Theory of Detonation Waves,» *Institute for Advanced Study, Princeton NJ*, 1942.
- [7] W. Döring, «Über den Detonationsvorgang in Gasen,» *Annalen der Physik*, 1943.
- [8] J. Akhavan, *The Chemistry of Explosives*, p.90, Royal Society of Chemistry, 2004.
- [9] T. R. Gibbs and A. Popolato, *LASL Explosive Property Data*, University of California Press, 1980.
- [10] R. A. Pesce-Rodriguez and S. M. Piraino, «Characterization of Cyclohexanone Inclusions in Class 1 RDX,» *Army Research Laboratory, Aberdeen Proving Ground, MD Weapons and Materials Research Directorate*, 2014.
- [11] C. L. Mader, «Detonation Properties of Condensed Explosives Computed Using the Becker-Kistiakowsky-Wilson Equation of State,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 1963.
- [12] O. H. Johnson, «HMX as a Military Explosive,» *U.S. Naval Ordnance Laboratory*, 1956.
- [13] R. N. Rogers, «Thermochemistry of explosives,» *Thermochimica Acta*, vol. 11, pp. 131-139, 1975.
- [14] W. E. Beatty and B. Gilbert, «Explosives Research and Development Establishment report ERDE 7/R/59,» 1959.
- [15] B. Olinger, B. Roof and H. Cady, *Symposium (International) on High Dynamic Pressures*, pp. 3-8, 1978.
- [16] C. M. Tarver, «Lawrence Livermore Laboratory report UCID-17272-78-4,» *Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL)*, 1978.
- [17] J. J. Yoh, M. A. McClelland, A. L. Nichols, J. L. Maienschein and C. M. Tarver, «Recent Advances in Thermal Explosion Modeling of HMX-Based High Explosives,» *13th Symposium (International) on Detonation, Norfolk (VA), USA*, pp. 672-680, 2006.
- [18] K. K. Andreev, «The Problem of the Mechanism of the Transition from Burning to Detonation in Explosives,» *Journal of Physical Chemistry*, vol. 17, pp. 533-537, 1944.

- [19] A. Maček, «Transition from Deflagration to Detonation in Cast Explosives,» *The Journal of Chemical Physics*, vol. 31, pp. 162-167, 1959.
- [20] R. W. Gipson and A. Maček, «Flame fronts and compression waves during transition from deflagration to detonation in solids,» *Symposium (International) on Combustion*, vol. 8, pp. 847-854, 1961.
- [21] C. M. Tarver, T. C. Goodale, R. Shaw and M. Cowperthwaite, «Deflagration-to-detonation transition studies for two potential isomeric cast primary explosives,» *Sixth Symposium (International) on Detonation, Office of Naval Research, White Oak*, 1976.
- [22] J. M. McAfee and B. W. Asay, «Chapter 8: The Deflagration-to-Detonation Transition,» chez *Shock Wave Science and Technology Reference Library Volume 5*, Springer, 2010, pp. 483-535.
- [23] N. Griffiths and J. M. Grocock, «The burning to detonation of solid explosives,» *Journal of the Chemical Society*, pp. 4154-4162, 1960.
- [24] K. K. Andreev and S. V. Chuiko, «Transition of the Burning of Explosives into an Explosion,» *Russian Journal of Physical Chemistry*, vol. 37, pp. 695-699, 1963.
- [25] V. K. Bobolev, A. D. Margolin and S. V. Chuiko, «Stability of normal burning of porous systems at constant pressure,» *Combustion, Explosion and Shock Waves*, vol. 2, pp. 15-20, 1966.
- [26] A. F. Belyaev, A. I. Korotkov and A. A. Sulimov, «Breakdown of surface burning of gas-permeable porous systems,» *Combustion, Explosion and Shock Waves*, vol. 2, pp. 28-34, 1966.
- [27] A. I. Korotkov, A. A. Sulimov, A. V. Obmenin, V. F. Dubovitskii and A. I. Kurkin, «Transition from combustion to detonation in porous explosives,» *Combustion, Explosion and Shock Waves*, vol. 5, pp. 216-222, 1969.
- [28] K. K. Kuo, R. Vichnevetsky and M. Summerfield, «Theory of Flame Front Propagation in Porous Propellant Charges under Confinement,» *AIAA Journal*, vol. 11, pp. 444-451, 1973.
- [29] K. K. Kuo and M. Summerfield, «Theory of Steady-State Burning of Gas-Permeable Propellants,» *AIAA Journal*, vol. 12, pp. 49-56, 1974.
- [30] R. R. Bernecker and D. Price, «Studies in the transition from deflagration to detonation in granular explosives—I. Experimental arrangement and behavior of explosives which fail to exhibit detonation,» *Combustion and Flame*, vol. 22, pp. 111-118, 1974.
- [31] R. R. Bernecker and D. Price, «Studies in the transition from deflagration to detonation in granular explosives—II. Transitional characteristics and mechanisms observed in 91/9 RDX/Wax,» *Combustion and Flame*, vol. 22, pp. 119-129, 1974.
- [32] R. R. Bernecker and D. Price, «Studies in the transition from deflagration to detonation in granular explosives—III. Proposed mechanisms for transition and comparison with other proposals in the literature,» *Combustion and Flame*, vol. 22, pp. 161-170, 1974.
- [33] H. W. Sandusky and R. R. Bernecker, «Transparent Tube Studies of Burning to Detonation Transition in Granular Explosives 1: Preliminary Framing Camera Studies,» *Naval Surface Weapons Center, Silver Spring, MD*, 1980.

- [34] A. V. Obmenin, A. I. Korotkov, A. A. Sulimov and V. F. Dubovitskii, «Propagation of predetonation regimes in porous explosives,» *Combustion, Explosion and Shock Waves*, vol. 5, pp. 317-322, 1969.
- [35] A. F. Belyaev and V. K. Bobolev, «Transition of the Combustion of Condensed Systems into an Explosion,» *Foreign Technology Division Wright-Patterson Air Force Base, Ohio*, 1975.
- [36] R. A. Fifer and J. E. Cole, «Transitions from laminar burning for porous crystalline explosives,» *Proceedings of the International Symposium on Detonation (7th)*, pp. 164-174, 1981.
- [37] G. R. Parker, E. M. Heatwole, M. D. Holmes, B. W. Asay, P. M. Dickson and J. M. McAfee, «Deflagration-to-detonation transition in hot HMX and HMX-based polymer-bonded explosives,» *Combustion and Flame*, vol. 215, pp. 295-308, 2020.
- [38] A. W. Campbell, «Deflagration-to-detonation transition in granular HMX, LA-UR-80-2016,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 1980.
- [39] N. J. Burnside, S. F. Son, B. W. Asay and C. B. Skidmore, «Particle characterization of pressed granular HMX,» *AIP Conference Proceedings*, vol. 429, pp. 571-574, 1998.
- [40] J. M. McAfee, B. W. Asay and A. W. Campbell, «Deflagration to Detonation in granular HMX,» *9th Symposium (International) on Detonation*, pp. 265-279, 1989.
- [41] J. M. McAfee, B. W. Asay and J. B. Bdzil, «Deflagration-to-detonation in granular HMX: Ignition, kinetics, and shock formation, LA-UR-93-1754,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 1993.
- [42] P. E. Luebcke, P. M. Dickson and J. E. Field, «Deflagration-to-detonation transition in granular pentaerythritol tetranitrate,» *Journal of Applied Physics*, vol. 79, pp. 3499-3503, 1996.
- [43] H. W. Sandusky, «Compressive ignition and burning in porous beds of energetic materials,» *JANNAF Propulsion System Hazards*, pp. 249-257, 1983.
- [44] B. S. Ermolaev, A. A. Sulimov, V. A. Foteenkov, V. E. Khrapovskii, A. I. Korotkov and A. A. Borisov, «Nature of and laws governing quasi-steady-state pulsed convective combustion,» *Combustion, Explosion and Shock Waves*, vol. 16, pp. 266-274, 1980.
- [45] S. S. Gokhale and H. Krier, «Modeling of unsteady two-phase reactive flow in porous beds of propellant,» *Progress in Energy and Combustion Science*, vol. 8, pp. 1-39, 1982.
- [46] B. S. Ermolaev, B. V. Novozhilov, V. S. Posvyanskii and A. A. Sulimov, «Results of numerical modeling of the convective burning of particulate explosive systems in the presence of increasing pressure,» *Combustion, Explosion and Shock Waves*, vol. 21, pp. 505-514, 1985.
- [47] D. E. Carlucci and S. S. Jacobson, *Ballistics: theory and design of guns and ammunition*, CRC Press Taylor & Francis Group, 2008.
- [48] P. A. Urtiew and C. M. Tarver, «Shock Initiation of Energetic Materials at Different Initial Temperatures (Review),» *Combustion, Explosion and Shock Waves*, vol. 41, pp. 766-776, 2005.
- [49] F. Leuret, «Etude de la transition déflagration-détonation dans une composition explosive à faible porosité,» *Thèse de doctorat, ENSMA et Université de Poitiers*, 1996.

- [50] R. R. Bernecker, «The deflagration-to-detonation transition process for high-energy propellants - A review,» *AIAA Journal*, vol. 24, pp. 82-91, 1986.
- [51] R. R. Bernecker, H. W. Sandusky and A. R. Clairmont, «Deflagration-to-detonation transition studies of porous explosive charges in plastic tubes,» *7th Symposium (International) on Detonation, Annapolis, MD*, pp. 119-137, 1981.
- [52] R. Thivet and L. Guy, «Studies on transition from deflagration to detonation in high explosives at very small diameters,» *7th Symposium (International) on Detonation, NSWC MP 82-334, Naval Surface Weapons Center, White Oak, MD*, pp. 107-118, 1982.
- [53] D. Price and A. R. Clairmont, «Deflagration to detonation Transition Behavior of Aluminized HMX,» *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, pp. 132-136, 1979.
- [54] N. J. Burnside, S. F. Son, B. W. Asay and P. M. Dickson, «Deflagration to detonation experiments in granular HMX, LA-UR-97-4312,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 1998.
- [55] M. R. Baer, R. J. Gross, J. W. Nunziato and E. A. Igel, «An experimental and theoretical study of deflagration-to-detonation transition (DDT) in the granular explosive, CP,» *Combustion and Flame*, vol. 65, pp. 15-30, 1986.
- [56] P. E. Luebcke, P. M. Dickson and J. E. Field, «An experimental study of the deflagration-to-detonation transition in granular secondary explosives,» *Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical and Physical Sciences*, pp. 439-448, 1995.
- [57] L. G. Hill and A. K. Kapila, «Dynamic compaction of granular materials in a tube with wall friction, applied to deflagration-to-detonation transition, LA-UR-95-2514,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 1995.
- [58] D. A. Benson, M. R. Baer, J. R. Asay, R. A. Graham and G. K. Straub, «Chapter XII : 11 - Grain Burning Experiments with HMX Explosive,» *Shock Waves un Condensed Matter*, 1984.
- [59] H. W. Sandusky, R. H. Granholm, D. G. Bohl, K. S. Vandersall, D. E. Hare and F. Garcia, «Deflagration-to-Detonation Transition in LX-04 as a Function of Loading Density, Temperature, and Confinement,» *13th International Detonation Symposium*, 2006.
- [60] J. A. Merson, F. J. Salas and J. G. Harlan, «The development of laser ignited deflagration-to-detonation transition (DDT) detonators and pyrotechnic actuators, SAND-93-2446C,» *Sandia National Laboratory*, 1993.
- [61] P. E. Luebcke, P. M. Dickson and J. E. Field, «Investigation of the Process of Deflagration-to-Detonation Transition (DDT) in Granular Secondary Explosives with High-Speed Photography,» *Defence Science Journal, New Delhi*, vol. 46, pp. 396-398, 1996.
- [62] M. J. Gifford, P. E. Luebcke and J. E. Field, «A new mechanism for deflagration-to-detonation in porous granular explosives,» *Journal of Applied Physics*, vol. 86, pp. 1749-1753, 1999.
- [63] G. R. Parker, P. M. Dickson, B. W. Asay, L. Smilowitz, B. Henson and J. M. McAfee, «Violent cookoff reactions in HMX-based explosives in DDT tubes: Tracking luminous waves with streak imaging,» *AIP Conference Proceedings*, vol. 1426, pp. 701-704, 2012.

- [64] M. Demissy and C. Michot, «Fiber optic probe detection in explosions: signal analysis,» *Proceedings of the 13th International Pyrotechnics Seminar*, pp. 163-171, 1988.
- [65] P. M. Dickson, J. E. Field and P. E. Luebcke, «Experimental investigation into deflagration to detonation transition in secondary explosives,» *Cavendish Report*, 1991.
- [66] F. Leuret, F. Chaisse, H. N. Presles and B. Veyssiere, «Experimental study of the low velocity detonation regime during the deflagration to detonation transition in a high density explosive,» *Proceedings of 11th International Symposium on Detonation, Snowmass, Colorado*, pp. 693-701, 1998.
- [67] Y. Barbarin, A. Lefrançois, G. Zaniolo, V. Chuzeville, L. Jacquet, S. Magne, J. Luc and A. Osmont, «Optimization of detonation velocity measurements using a chirped fiber Bragg grating,» *Proceedings SPIE 9480, Fiber Optic Sensors and Applications XII*, 2015.
- [68] Z. Qiao, J. Shen, J. Wang, B. Huang, Z. Yang, G. Yang and K. Zhang, «Fast deflagration to detonation transition of energetic material based on a quasi-core/shell structured nanothermite composite,» *Composites Science and Technology*, vol. 107, pp. 113-119, 2015.
- [69] M. D. Cook, A. D. Wood, P. R. Ottley and P. J. Cheese, «Observation of sub-detonation response in confined high density HMX based PBXs,» *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 500, 2014.
- [70] S. Bodard, «Expérimentations et approche numérique de la transition combustion-déflagration-détonation dans les milieux pulvérulents initiée par un impact à faible vitesse,» *Thèse de doctorat, Université Aix-Marseille*, 2015.
- [71] L. Smilowitz, B. Henson, M. Holmes, L. Vaughan and G. R. Parker, «X-Ray Radiographic Studies of the Deflagration to Detonation Transition in Porous Beds of Explosives,» *25th International Colloquium on the Dynamics of Explosions and Reactive Systems*, 2015.
- [72] L. G. Hill, J. S. Morris and S. I. Jackson, «Measurement of the flow properties within a copper tube containing a deflagrating explosive, LA-UR-09-01914,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 2009.
- [73] D. E. Hare, J. W. Forbes, F. Garcia, R. H. Granholm, C. M. Tarver, K. S. Vandersall and H. W. Sandusky, «A report on the deflagration-to-detonation transition (DDT) in the high explosive LX-04, UCRL-TR-205024,» *Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL)*, 2004.
- [74] J. L. Maienschein, J. F. Wardell and J. E. Reaugh, «Thermal explosion violence of HMX-based explosives -- effect of composition, confinement and phase transition using the scaled thermal explosion experiment, UCRL-JC-138876,» *Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL)*, 2000.
- [75] D. E. Hooks, L. G. Hill and T. H. Pierce, «Small-scale deflagration cylinder test with velocimetry wall-motion diagnostics, LA-UR-10-01352,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 2010.
- [76] J. Nicoloso, «Combustion confinée d'explosif condensé pour l'accélération de projectile. Application en pyrotechnie spatiale,» *Thèse de doctorat, ENSMA*, 2014.
- [77] S. Poeuf, «Équations d'état des produits de détonation des explosifs solides,» *Thèse de doctorat, ENSMA*, 2018.

- [78] L. G. Hill, J. S. Morris and S. I. Jackson, «Peel-off case failure in thermal explosions observed by the deflagration cylinder test,» *Proceedings of the Combustion Institute*, vol. 32, pp. 2379-2386, 2009.
- [79] C. A. Handley, B. D. Lambourn, N. J. Whitworth, H. R. James and W. J. Belfield, «Understanding the shock and detonation response of high explosives at the continuum and meso scales,» *Applied Physics Reviews*, vol. 5, 2018.
- [80] M. R. Baer and J. W. Nunziato, «A two-phase mixture theory for the deflagration-to-detonation transition (ddt) in reactive granular materials,» *International Journal of Multiphase Flow*, vol. 12, pp. 861-889, 1986.
- [81] K. K. Kuo, J. H. Koo, T. R. Davis and G. R. Coates, «Transient combustion in mobile gas-permeable propellants,» *Acta Astronautica*, vol. 3, pp. 573-591, 1976.
- [82] W. F. Van Tassell and H. Krier, «Combustion and Flame Spreading Phenomena in Gas-Permeable Explosive Materials,» *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 1975.
- [83] H. Krier, S. Rajan and W. F. Van Tassell, «Flame-Spreading and Combustion in Packed Beds of Propellant Grains,» *AIAA Journal*, vol. 14, pp. 301-309, 1976.
- [84] J. B. Bdzil and S. F. Son, «Engineering models of deflagration-to-detonation transition, LA-12794-MS,» *Los Alamos National Laboratory (LANL)*, 1995.
- [85] S. Xu and D. S. Stewart, «Deflagration-to-detonation transition in porous energetic materials: A comparative model study,» *Journal of Engineering Mathematics*, vol. 31, pp. 143-172, 1997.
- [86] D. S. Stewart, B. W. Asay and K. Prasad, «Simplified modeling of transition to detonation in porous energetic materials,» *Physics of Fluids*, vol. 6, pp. 2515-2534, 1994.
- [87] R. Saurel, F. Frayssé, D. Furfaro and E. Lapébie, «Multiscale multiphase modeling of detonations in condensed energetic materials,» *Computers & Fluids*, vol. 159, pp. 95-111, 2017.
- [88] D. A. Drew and L. A. Segel, «Averaged Equations for Two-Phase Flows,» *Studies in Applied Mathematics*, vol. 50, pp. 205-231, 1971.
- [89] P. B. Butler, M. F. Lembeck and H. Krier, «Modeling of shock development and transition to detonation initiated by burning in porous propellant beds,» *Combustion and Flame*, vol. 46, pp. 75-93, 1982.
- [90] M. W. Beckstead, N. L. Peterson, D. T. Pilcher, B. D. Hopkins and H. Krier, «Convective combustion modeling applied to deflagration-to-detonation transition of HMX,» *Combustion and Flame*, vol. 30, pp. 231-241, 1977.
- [91] V. Jogi, «Predictions for multi-scale shock heating of a granular energetic material,» *Master of Science Thesis at Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College*, 2003.
- [92] P. T. Rao and K. A. Gonthier, «Analysis of compaction shock interactions during DDT of low density HMX,» *AIP Conference Proceedings*, 2017.
- [93] P. T. Rao, «A Multi-Scale Approach for Modeling Shock Ignition and Burn of Granular HMX,» *PhD Thesis, Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College*, 2017.

- [94] D. Price and R. R. Bernecker, «Effect of wax on the deflagration to detonation transition of porous explosives,» *Proceedings of Symposium (International) on High Dynamic Pressure in Paris, CEA, Saclay, France*, pp. 149-159, 1978.
- [95] J. B. Bdzil, R. Menikoff, S. F. Son, A. K. Kapila and D. S. Stewart, «Two-phase modeling of deflagration-to-detonation transition in granular materials: A critical examination of modeling issues,» *Physics of Fluids*, vol. 11, pp. 378-402, 1999.
- [96] R. Saurel, M.-H. Lallemand, N. Favrie, F. Petitpas and S. Gavrilyuk, «Modélisation de la compaction dynamique avec dérive des vitesses,» *INRIA*, 2010.
- [97] R. Saurel, S. Le Martelot, R. Tosello and E. Lapébie, «Symmetric model of compressible granular mixtures with permeable interfaces,» *Physics of Fluids*, vol. 26, 2014.
- [98] S. F. Son, «Comments on the large-drag reduction of the Baer-Nunziato (BN) model,» *Private communication*, 1994.
- [99] A. Chinnayya, E. Daniel and R. Saurel, «Modelling detonation waves in heterogeneous energetic materials,» *Journal of Computational Physics*, vol. 196, pp. 490-538, 2004.
- [100] A. K. Kapila, R. Menikoff, J. B. Bdzil, S. F. Son and D. S. Stewart, «Two-phase modeling of deflagration-to-detonation transition in granular materials: Reduced equations,» *Physics of Fluids*, vol. 13, pp. 3002-3024, 2001.
- [101] J. Massoni, R. Saurel, G. Baudin and G. Demol, «A mechanistic model for shock initiation of solid explosives,» *Physics of Fluids*, vol. 11, pp. 710-736, 1999.
- [102] R. L. Gustavsen, S. A. Sheffield, R. R. Alcon and L. G. Hill, «Shock Initiation of New and Aged PBX 9501 Measured with embedded Electromagnetic Particle Velocity Gauges,» *23rd Aging, Compatibility and Stockpile Stewardship Conference*, 2000.
- [103] A. Van der Steen, «Shock Wave Interaction with Composite Materials,» *Le Journal de Physique IV*, vol. 5, 1995.
- [104] «Unified Facilities Criteria (UFC), Structures to Resist the Effect of Accidental Explosions, UFC 3-340-02».
- [105] S. Bodard, R. Saurel, Y. Burtschell and E. Lapébie, «Phase diagram of crushed powders,» *Physics of Fluids*, vol. 28, 2016.
- [106] S. Brunauer, P. H. Emmett and E. Teller, «Adsorption of Gases in Multimolecular Layers,» *Journal of the American Chemical Society*, vol. 60, pp. 309-319, 1938.
- [107] D. J. Steinberg, «Comparison of experimental data on detonation velocity and Chapman-Jouget pressure vs initial HE density with predictions from Ree's model equation of state,» *8th Symposium (International) on Detonation*, 1985.
- [108] L. Borne and A. Beaucamp, «Effects of explosive crystal internal defects on projectile impact initiation,» *12th Detonation symposium*, p. 35, 2002.
- [109] L. Borne, J. Mory and F. Schlessler, «Reduced Sensitivity RDX (RS-RDX) in Pressed Formulations: Respective Effects of Intra-Granular Pores, Extra-Granular Pores and Pore Sizes,» *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, vol. 33, pp. 37-43, 2008.

- [110] W. Fickett and W. C. Davis, *Detonation: Theory and Experiment*, Courier Corporation, 2000, p. 2000.
- [111] G. Baudin, «QUERCY, Un code thermochimique adapté au calcul des caractéristiques de détonation des explosifs aluminisés,» *Europyro, Tours, France*, 1993.
- [112] S. Poeuf, M. Genetier, A. Lefrançois, A. Osmont, G. Baudin and A. Chinnayya, «Investigation of JWL Equation of State for Detonation Products at Low Pressure With Radio Interferometry,» *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, vol. 43, pp. 1157-1163, 2018.
- [113] M.-H. Lallemand, A. Chinnayya and O. Le Metayer, «Pressure relaxation procedures for multiphase compressible flows,» *International Journal for Numerical Methods in Fluids*, vol. 49, pp. 1-56, 2005.
- [114] M. Mikart, «Capture, par mousse aqueuse, de particules micrométriques dispersées par explosif. Étude expérimentale et numérique Analyse de la projection de particules en milieu diphasique.,» *Thèse de doctorat, ENSMA*, 2019.
- [115] G. Baudin and R. Serradeill, «Review of Jones-Wilkins-Lee equation of state,» *EPJ Web Conferences EDP Sciences*, vol. 10, p. 21, 2010.
- [116] S. A. Sheffield and R. Engelke, «Condensed-Phase Explosives: Shock Initiation and Detonation Phenomena,» chez *Shock Wave Science and Technology Reference Library, Vol. 3: Solids II*, Springer, 2009, pp. 1-64.
- [117] R. Saurel, O. Le Métayer, J. Massoni and S. Gavrilyuk, «Shock jump relations for multiphase mixtures with stiff mechanical relaxation,» *Shock Waves*, vol. 16, pp. 209-232, 2007.
- [118] G. R. Parker, J. Tringe, E. M. Heatwole, M. De Haven and M. Holmes, «Understanding Sub-Detonative Burning and Variability in DDT Characteristics for Granular HMX Confined in Polycarbonate Tubes,» *16th International Detonation Symposium*, 2018.
- [119] L. Borne and F. Schlessler, «From RS-RDX to VI-RDX: a new step,» *Proceedings of EUROPYRO*, pp. 8-11, 2007.

Transition Combustion-Déflagration-Détonation d'un explosif secondaire poreux confiné, influence de la microstructure

Résumé : Durant ces dernières années, l'ISL a développé des systèmes pyrotechniques basés sur la combustion d'explosif secondaire confiné. Afin de garantir la fiabilité de ces systèmes, il doit être certain que l'explosif qu'ils contiennent ne transitera pas en détonation. A l'inverse, pour d'autres applications, il pourrait être intéressant de faire détoner un explosif secondaire initié thermiquement. Il est donc impératif de pouvoir contrôler parfaitement l'occurrence ou non de la transition d'un régime de déflagration à un régime de détonation. Une étude expérimentale a été menée dans le but d'étudier l'influence de la microstructure sur le phénomène de transition. Trois lots de HMX ayant des granulométries initiales différentes ont été choisis (~1 μm , ~10 μm et ~100 μm). Pour chaque jeu de paramètres (granulométrie initiale/taux de compression), une caractérisation fine *via* diverses techniques (granulométrie par diffusion laser, physisorption gazeuse, pycnométrie hélium, porosimétrie au mercure) a été menée afin de corréler le comportement de l'échantillon en déflagration/détonation avec sa taille de grains, sa surface spécifique et sa porosité (nombre, dimension des pores). Les plus grosses granulométries se trouvent fortement fracturées et après compression, les granulométries des lots ne sont plus suffisamment différentes pour expliquer les différences de comportement observées quant à la capacité à transiter en détonation. Par contre, la taille moyenne des pores augmente avec la granulométrie initiale. La taille des pores diminue également lorsque le taux de chargement augmente. Ces trois lots finement caractérisés, ont été comprimés dans des tubes en laiton afin d'effectuer des tests de déflagration dans le but de déterminer dans le cas où la transition vers la détonation survient, la distance de transition en fonction du taux de chargement initial. L'explosif a été initié thermiquement à l'aide d'une source LASER. Les résultats montrent que le lot de diamètre initial le plus petit n'a transité que pour un taux de chargement très faible. Pour le lot le plus gros, la distance de transition a un comportement non monotone avec un minimum aux alentours de 70-75% de la TMD. Le lot de taille moyenne a lui un comportement semblable au plus gros lot mais lorsque le confinement présente une résistance accrue. Globalement c'est la présence de gros pores qui semble favoriser le phénomène de transition. En effet, dans le cas des plus petits pores, l'énergie de compaction se dissipe trop rapidement dans le matériau solide pour participer au dégagement de chaleur.

Un modèle réactif multiphasique 1-D, issu du modèle proposé par Baer et Nunziato a été utilisé pour reproduire les distances de transition en fonction des caractéristiques initiales de l'explosif. Il a été testé pour le lot présentant la plus grosse granulométrie initiale. Ce modèle comprend trois phases : une phase solide modélisée par une équation d'état Stiffened Gas, une phase gazeuse pour les porosités initiales modélisée par une loi des gaz parfaits et une phase de produits de réaction modélisée par une équation d'état JWL. L'introduction dans ce modèle d'un paramètre de fluidisation du milieu en cours de combustion nous a permis de simuler le comportement de l'explosif au cours de la TCDD, en s'appuyant sur la présence d'un mécanisme de combustion déconsolidante. Le modèle a été calibré afin de reproduire en partie les résultats expérimentaux. Nous sommes parvenus au final à restituer de nombreux mécanismes décrits dans la littérature comme la combustion convective, la formation d'un bouchon, la transition en détonation ainsi que le phénomène de sur-détonation présent juste après le bouchon.

Mots clés : Allumage laser, Combustion, Équations d'état, Explosifs, Gaz, Microstructure (physique), Transition combustion-déflagration-détonation, Poreux, Systèmes pyrotechniques

Combustion-Deflagration-Detonation Transition of a Confined Porous High Explosive, Influence of the Microstructure

Abstract: For the past years, the ISL has developed pyrotechnic devices based on the combustion of a confined High Explosive. To guarantee the reliability of those devices, we must be certain that the burning explosive will not transit into a detonation. On the other hand, for other devices, it would be interesting to detonate an explosive thermally initiated. Therefore, it is crucial to be able to perfectly control the Deflagration to Detonation transition occurrence. An experimental study has been conducted in order to study the influence of the explosive's microstructure on the transition phenomenon. Three batches of HMX with different initial granulometries have been chosen (~1 μm , ~10 μm and ~100 μm). For each set of parameters (initial granulometry/compaction rate), a fine characterization using multiple technics (LASER diffusion granulometry, gaseous physisorption, Helium pycnometry, Mercury porosimetry) have been done to correlate the sample's behaviour during a deflagration/detonation and its grain size, its specific surface and its porosity (number, pores size). The biggest granulometries happen to be highly fractured and after being compacted, the batches granulometries are not different enough to explain their behaviour differences when transiting into a detonation. Although, the mean pore size increases with the initial granulometry. The mean pore size also decreases when the compaction rate increases. Those finely characterised batches have been compacted in brass tubes to realise deflagration tests in order to determine the transition distance depending on the initial compaction rate. The explosive has been thermally initiated using a LASER source. The results show that the batch with the smallest initial grain diameter only transited once, for a low compaction rate. For the biggest batch, the transition distance has a non-monotone variation with a minimum around 70-75% of the TMD. The medium sized batch has a behaviour similar to the biggest batch, but with a strongest confinement. Overall, the biggest pores presence is likely to favour the transition phenomenon. Indeed, for the smallest pores, the compaction energy gets dissipated too fast in the solid to contribute to the heat generation.

A reactive multiphase 1-D model, stemming from the one submitted by Baer and Nunziato, was used to reproduce the transition distances depending on the explosive's initial characteristics. It was tested for the batch with the biggest initial granulometry. This model contains three phases: a solid phase modelled with a Stiffened Gas EOS, a gaseous phase for the initial porosities modelled with Perfect Gases EOS and a phase for the detonation products modelled with a JWL EOS. The addition in the model of a parameter corresponding to the fluidization of the medium during the combustion allowed to simulate the explosive behaviour during a DDT, by taking into account a deconsolidative burning mechanism. The model was calibrated to partly reproduce the experimental results. We finally succeeded into reproducing numerous mechanisms cited in the bibliography like the convective burning, the plug formation, the transition into a detonation and the over-detonation occurring just after the plug.

Key words: Laser ignition, Combustion, Equations of state, Explosives, Gases, Microstructure, Combustion-Deflagration-Detonation Transition, Porous, Pyrotechnic Systems