

DESCRIPTION

TITRE : COMPOSITIONS FUMIGENES

DOMAINE DE L'INVENTION

- 5 La présente invention concerne des compositions fumigènes non toxiques destinées à la production de fumées colorées. En particulier, les compositions fumigènes sont dépourvues de composés chlorés et de colorants organiques de la famille des (dérivés) anthraquinoniques. Les compositions fumigènes peuvent être utilisées pour préparer des dispositifs pyrotechniques utiles dans le domaine militaire et civil.

10

ARRIERE PLAN TECHNOLOGIQUE

- Les compositions fumigènes destinées à la production de fumées colorées comprennent généralement un couple oxydant/réducteur et un colorant organique sous forme de poudre. La production de fumées colorées à partir de telles compositions repose sur un
- 15 principe de sublimation. Lors de la combustion du couple oxydant/réducteur, la chaleur générée par la combustion provoque le passage du colorant organique de l'état solide à l'état gazeux. Des fumées colorées sont générées lors de la condensation du colorant organique dans l'atmosphère.

- Un grand nombre des colorants organiques employés dans les compositions fumigènes
- 20 sont des colorants de la famille des (dérivés) anthraquinoniques (hydrocarbures aromatiques polycycliques, HAP) qui permettent la génération de fumées jaunes, rouges, bleues ou vertes. Certains de ces dérivés présentent ou peuvent présenter un risque pour l'environnement ou la santé humaine. Par ailleurs, lorsque les compositions comprennent des colorants organiques dont la température de décomposition est
- 25 inférieure à la température de combustion du couple oxydant/réducteur, le colorant peut être détruit et générer des entités de combustion plus ou moins toxiques. Dans les compositions renfermant du chlorate de potassium à titre de réducteur, ces entités peuvent s'associer aux atomes de chlore et éventuellement former des molécules de type dioxines. Les dioxines au même titre que les hydrocarbures aromatiques
- 30 polycycliques sont classées parmi les polluants organiques persistants (COP). Dans un souci de protection de la santé humaine et de l'environnement contre les COP, les industriels visent à réduire leur production non intentionnelle.

Cependant, la préparation de compositions fumigènes ne présentant pas de risque pour l'environnement ou la santé humaine demeure un challenge. Ainsi, la simple substitution d'un

composant dont l'usage peut être controversé par un composant ne présentant pas les inconvénients précités ne s'avère pas aisée compte-tenu du nombre d'exigences auxquelles doivent répondre les composants de telles compositions pour permettre la préparation et la mise sur le marché de compositions fumigènes performantes. Ainsi, les compositions

5 fumigènes destinées à la production de fumées colorées doivent être stables dans le temps et résister aux variations climatiques, en particulier aux fortes amplitudes thermiques. Elles doivent présenter une durée de combustion et un rendement de fumée acceptables. Outre une non toxicité pour l'homme, elles doivent également répondre à un grand nombre d'exigences environnementales (non toxicité, respect de la

10 réglementation REACH, limitation des déchets inertes non biodégradables issus des tirs).

Ainsi, un besoin demeure pour la mise à disposition de compositions fumigènes non-toxiques performantes permettant de répondre aux exigences ci-dessus et qui ne contiennent pas de colorants organiques susceptibles de générer des COP, en particulier qui ne contiennent

15 pas de colorants organiques de la famille des (dérivés) anthraquinoniques et qui sont dépourvues de composés chlorés.

BREVE DESCRIPTION DE L'INVENTION

La présente invention porte sur une composition fumigène comprenant, par rapport au

20 poids total de la composition :

- de 24 à 52% en poids de nitrate de potassium à titre d'oxydant ;
 - de 15 à 40% en poids d'un réducteur choisi dans le groupe constitué par le dextrose, le lactose, le saccharose, la dextrine, l'amidon et leurs mélanges ;
 - de 6 à 60% en poids d'un colorant organique sublimable non salifié sous
- 25 forme de poudre ;

dans laquelle le colorant organique sublimable:

- présente une température de sublimation inférieure à 450°C, la température de sublimation étant inférieure à la température de décomposition du colorant organique sublimable ;
- 30
- présente une température de décomposition supérieure à la température de combustion de la composition fumigène ; et
 - le colorant organique sublimable est sélectionné dans le groupe constitué par les colorants de la famille des thioxanthènes, des nitrobenzamines, des pérylènes, des benzimidozoles, des naphthols, des téréphtalates, des
- 35 phthalocyanines, des violanthrones, des xanthènes, des azobenzènes, des

pyrazolinones, les colorants Pigment Blue 66, Solvent Blue 2, Solvent Red 179 et leurs mélanges.

La présente invention porte également sur un dispositif pyrotechnique comprenant une telle composition fumigène ainsi que sur son utilisation pour un usage civil ou militaire.

- 5 D'autres aspects de l'invention sont tels que décrits ci-dessous et dans les revendications.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

- 10 Les recherches menées par les inventeurs ont permis la mise au point de compositions fumigènes répondant au besoin exprimé.

Les compositions fumigènes de la présente invention comprennent

- de 24 à 52% en poids, par rapport au poids total de la composition, de nitrate de potassium (KNO_3) à titre d'oxydant ;
 - de 15 à 40% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un
 - 15 réducteur choisi dans le groupe constitué par le dextrose, le lactose, le saccharose, la dextrine, l'amidon et leurs mélanges ;
 - de 6 à 60% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un colorant organique sublimable non salifié sous forme de poudre ;
- dans laquelle :

- 20 - le colorant organique sublimable présente une température de sublimation inférieure à 450°C , la température de sublimation étant inférieure à sa température de décomposition ;
- le colorant organique sublimable présente une température de décomposition supérieure à la température de combustion de la composition fumigène ; et
- 25 - le colorant organique sublimable est sélectionné dans le groupe constitué par les colorants de la famille des thioxanthènes, des nitrobenzamines, des pérylènes, des benzimidozoles, des naphtols, des téréphtalates, des phthalocyanines, des violanthrones, des xanthènes, des azobenzènes, des pyrazolinones, les colorants Pigment Blue 66, Solvent Blue 2, Solvent Red
- 30 179 et leurs mélanges.

- De telles compositions fumigènes présentent de bonnes performances techniques : comme un bon rendement de combustion, une bonne densité de fumées et une couleur pure. Ainsi, les compositions fumigènes de la présente invention offrent un très bon
- 35 rendement de combustion. Ainsi, les rendements de combustion supérieurs à 45% sont

considérés bons et supérieurs à 60% sont considérés très bons. De tels rendements permettent aux fumées colorées d'être visibles à plus de 5 km par temps calme. La densité des fumées est supérieure à 5g/cm³. Ainsi, les compositions de la présente invention permettent d'obtenir d'excellentes densités de fumée (supérieures à 5g/cm³).

- 5 La couleur des fumées est caractérisée par mesure de la colorimétrie (coordonnés Cylab) juste à titre indicatif.

Par ailleurs, les compositions fumigènes de la présente invention sont avantageusement dépourvues de composants inscrits à ce jour aux annexes XIV et XVII de la réglementation REACH et n'appartiennent pas aux matières premières classées comme

- 10 toxiques (portant les mentions H314, H318, H300, H310, H311, H330, H331, H370, H372, H334, H350, H340, H360, H410 et H420). L'absence de tels composants, en particulier de colorants toxiques, limite les risques pour les utilisateurs exposés à plus ou moins long terme aux fumées générées. Ainsi, l'usage des compositions de la présente invention ne présente pas de risques connus pour la santé humaine et
15 l'environnement.

L'absence de colorants de la famille des (dérivés) anthraquinoniques et l'absence de chlore dans la formulation des compositions fumigènes de la présente invention permet de limiter la production d'entités nocives lors de leur combustion et la production de déchets inertes non biodégradables.

- 20 De manière avantageuse, les compositions fumigènes de la présente invention ne comprennent pas de composants chlorés. Les entités de combustion générées ne comprennent donc pas de composés chlorés, par exemple sous forme de dioxines.

- 25 Dans la présente description, sauf mention explicite contraire, le terme « un » désigne un ou plusieurs.

- Les compositions fumigènes de la présente invention comprennent de 24 à 52% en poids, par rapport au poids total de la composition, de nitrate de potassium (KNO₃) à titre d'oxydant. Dans certains modes de réalisation, les compositions fumigènes
30 comprennent de 26 à 48% en poids de nitrate de potassium.

- Les compositions fumigènes de la présente invention comprennent de 15 à 40%, ou de 18 à 35% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un réducteur choisi dans le groupe constitué par le dextrose, le lactose, le saccharose, la dextrine, l'amidon
35 et leurs mélanges. Dans certains modes de réalisation, les compositions fumigènes

comprennent de 18 à 35 % en poids d'un mélange de réducteurs. Dans certains modes de réduction, le réducteur est le saccharose ou l'amidon.

Les compositions fumigènes de la présente invention comprennent de 6 à 60% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un colorant organique sublimable non salifié sous forme de poudre. Dans certains modes de réalisation, les compositions fumigènes comprennent de 10 à 45 % en poids d'un colorant organique sublimable non salifié sous forme de poudre.

L'expression « colorant organique sublimable » désigne la capacité d'un colorant de passer directement de l'état solide à l'état gazeux.

L'expression « non salifié » indique que le colorant organique ne se présente pas sous la forme d'un sel, tel qu'un colorant sous forme monosodique ou disodique.

Les colorants organiques sublimables utiles dans le cadre de la présente invention doivent présenter une température de décomposition supérieure à la température de combustion de la composition fumigène. Leur température de décomposition doit également être supérieure à leur température de sublimation.

Les températures de combustion des compositions fumigènes de la présente invention varient en fonction du couple oxydant/réducteur choisi. Ainsi, les températures de combustion des compositions fumigènes pourront être les suivantes :

- environ 300°C pour le couple nitrate de potassium/ saccharose ;
- environ 350°C pour le couple nitrate de potassium/ amidon ;
- environ 450°C pour le couple nitrate de potassium/ lactose.

Les colorants organiques ont donc une température de décomposition supérieure à 300°C ou supérieure à 350°C ou supérieur à 450°C.

Le colorant organique sublimable se présente sous forme d'une poudre. De préférence, les particules composant la poudre ne sont pas des nanoparticules, elles ne présentent pas une taille nanométrique (1 à 100 nm). L'absence de colorants organiques nanoparticulaires limite les risques pour la santé des utilisateurs exposés aux fumées générées. De manière préférée, la taille des particules n'excède pas 200 µm. De telles particules offrent une meilleure dispersion dans le nuage de fumées.

Ainsi, de manière préférée, le colorant organique sublimable se présente sous forme d'une poudre dont les particules présentent une taille supérieure à 1 µm, généralement une taille variant de 6 à 200 µm telle que mesurée par comptage au microscope (zoom

X84). Il est entendu que, selon le colorant organique choisi, au sein de cette gamme, la taille moyenne des particules peut varier.

Les exemples de colorants spécifiques utiles dans la présente invention sont désignés par leur nom générique tel que référencé dans la base de données « Color Index International » (2020).

Un exemple de colorants de la famille des thioxanthènes, utile dans le cadre de la présente invention inclut le colorant Solvent Yellow 98.

Des exemples de colorants de la famille des nitrobenzamines, utiles dans le cadre de la présente invention incluent les colorants Pigment Yellow 65 et Pigment Green 8.

Un exemple de colorants de la famille des pérylènes, utile dans le cadre de la présente invention inclut le colorant Solvent Green 5.

Des exemples de colorants de la famille des benzimidazoles utiles dans le cadre de la présente invention incluent les colorants Solvent Red 196 et Pigment Red 194.

Des exemples de colorants de la famille des naphthols, utiles dans le cadre de la présente invention incluent les colorants Solvent Yellow 14, Solvent Red 24, Solvent Red 25, Solvent Red 26, Solvent Red 27, Pigment Red 1, Solvent Red 164, Solvent Yellow 56 et Pigment Red 170.

Des exemples de colorants de la famille des téréphtalates, utiles dans le cadre de la présente invention incluent les colorants Solvent Yellow 155 et Pigment Yellow 175.

Des exemples de colorants de la famille des phthalocyanine, utiles dans le cadre de la présente invention incluent les colorants Solvent Blue 70 et Solvent Blue 67.

Des exemples de colorants de la famille des violanthrones, utiles dans le cadre de la présente invention incluent les colorants Vat blue 20, Vat green 1, Vat blue 16 et Vat green 2 (aussi appelé Pigment Green 54).

Un exemple de colorant de la famille des xanthènes, utile dans le cadre de la présente invention, inclut le colorant Solvent Green 4.

Des exemples de colorants de la famille des pyrazolinones, utiles dans le cadre de la présente invention incluent Vat Blue 5, Solvent Yellow 16, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 175 et Solvent Yellow 93.

Des exemples de colorants de la famille des azobenzènes, utiles dans le cadre de la présente invention incluent Solvent Yellow 14, Solvent Red 24, Solvent Red 25, Solvent Red 26, Solvent Red 27, Pigment Red 1, Solvent Yellow 56 et Solvent Red 164.

- Ainsi, dans certains modes de réalisation, le colorant organique sublimable non salifié est choisi dans le groupe constitué par Solvent Green 4, Pigment Yellow 65, Pigment Green 8, Solvent Green 5, Solvent Red 196, Pigment Red 194, Solvent Yellow 14, Solvent Red 24, Solvent Red 25, Solvent Red 26, Solvent Red 27, Pigment Red 1, Solvent Yellow 56, Solvent Red 164, Pigment Red 170, Solvent Yellow 155, Pigment Yellow 175, Solvent Yellow 98, Solvent Blue 70, Solvent Blue 67, Vat Blue 20, Vat Green 1, Vat Green 2, Vat Blue 16, Vat Blue 5, Solvent Yellow 16, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 175, Solvent Yellow 93, Pigment Blue 66, Solvent Blue 2, Solvent Red 179 et leurs mélanges.
- 10 Dans certains modes de réalisation, le colorant organique est choisi dans le groupe constitué par Solvent green 5, Pigment Red 194, Solvent Red 24, Solvent Red 25, Solvent Red 26, Solvent Red 27, Solvent Yellow 56, Solvent Yellow 14, Vat Green 2, Solvent Yellow 98, Solvent Yellow 16, Solvent Yellow 93, Pigment Blue 66, Solvent Red 179 et leurs mélanges.
- 15 De tels colorants organiques présentent une température de décomposition supérieure à la température de combustion de la composition fumigène et supérieure à leur température de sublimation. De tels colorants organiques ne présentent pas de toxicité. Ainsi, les compositions fumigènes comprenant de tels colorants ne représentent pas un danger pour l'homme exposé à plus ou moins long terme aux fumées générées.
- 20 Les compositions fumigènes de la présente invention peuvent en outre comprendre des additifs communément employés dans le domaine technique, tels que des liants, des flegmatisants, des absorbeurs d'humidité, des régulateurs de combustion, des inhibiteurs de flamme et leurs mélanges.
- 25 Dans certains modes de réalisation, les compositions fumigènes comprennent de 0,5 à 10%, de préférence de 5 à 10%, en poids par rapport au poids total de la composition, d'un flegmatisant et/ou de 0,5 à 8%, de préférence de 1 à 3%, par rapport au poids total de la composition, d'un liant et/ou de 0,5 à 10% en poids, de préférence de 5 à 10%, par rapport au poids total de la composition, d'un inhibiteur de flamme.
- 30 Les compositions fumigènes de la présente invention peuvent comprendre de 1 à 18% en poids d'additifs optionnels par rapport au poids total de la composition. La somme des pourcentages en poids d'oxydant, réducteur, colorant organique et additifs optionnels est alors égale à 100%.
- Des exemples de liants utiles dans le cadre de la présente invention incluent la gomme arabique, la résine époxy, la gomme laque et la cire de polyéthylène.
- 35

Des exemples de flegmatisants utiles dans le cadre de la présente invention incluent le talc, le kaolin (argile blanche constituée de silicate d'aluminium), le kieselguhr, la silice micronisée et le réalgar.

Des exemples de régulateurs de combustion utiles dans le cadre de la présente invention incluent l'alumine hydratée, la paranitraniline, le graphite et l'auramine N65.

Des exemples d'inhibiteur de flamme utiles dans le cadre de la présente invention incluent l'hydrogénocarbonate de sodium et le carbonate de calcium.

L'homme du métier sur la base de ses connaissances techniques sera en mesure de sélectionner les composants et proportions des composants de la composition afin de par exemple concilier compatibilité chimique, rapport des volumes entre composition pyrotechnique (oxydant, réducteur et additifs) et colorants (en fonction de la densité des colorants) et/ou vitesse de combustion. En particulier, l'homme du métier sera en mesure de sélectionner la combinaison réducteur/oxydant/colorant délivrant les meilleures performances.

Dans certains modes de réalisation, le colorant Solvent Yellow 93 sera préférentiellement utilisé en combinaison avec l'amidon à titre de réducteur.

Dans certains modes de réalisation, les compositions fumigènes de la présente invention comprennent :

- de 24 à 52%, de préférence de 26 à 48% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un oxydant (Nitrate de potassium) ;
- de 15 à 40%, de préférence de 18 à 35% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un ou plusieurs réducteur(s) choisi(s) dans le groupe constitué par le dextrose, le lactose, le saccharose, la dextrine et l'amidon ;
- de 6 à 60%, de préférence de 10 à 45% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un colorant organique sublimable non salifié sous forme de poudre ;
- optionnellement de 1 à 18% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'additifs, typiquement choisis dans le groupe constitué par les liants, les flegmatisants, les inhibiteurs de flamme, les absorbeurs d'humidité, les régulateurs de combustion et leurs mélanges.

Les proportions d'oxydant, réducteur, colorant organique et additifs sont choisies pour que la somme des pourcentages soit égale à 100%.

Dans certains modes de réalisation, les compositions fumigènes de la présente invention comprennent :

- de 24 à 52%, de préférence de 26 à 48% en poids, par rapport au poids total de la composition, de nitrate de potassium (KNO_3) ;
- 5 - de 15 à 40%, de préférence de 18 à 35% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un ou plusieurs réducteur(s) choisi(s) dans le groupe constitué par le lactose, le saccharose et l'amidon ;
- de 6 à 60%, de préférence de 10 à 45% en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un colorant organique sublimable non salifié sous forme de
- 10 poudre ;
- de 0,5 à 10%, de préférence de 5 à 10%, en poids par rapport au poids total de la composition, d'un inhibiteur de flamme ;
- de 0,5 à 8%, de préférence de 1 à 2%, par rapport au poids total de la composition, d'un liant ;
- 15 la somme des pourcentages en poids d'oxydant, réducteur, colorant organique, inhibiteur de flamme et liant étant égale à 100%.

Dans ces modes de réalisation, le colorant organique sublimable peut être tel que décrit ci-dessus.

- 20 Les compositions fumigènes de la présente invention peuvent être préparées selon des méthodes bien connues de l'homme du métier. Ainsi, la méthode décrite dans la section « Exemples » pourra aisément être transposée à grande échelle.

- 25 Les compositions fumigènes de la présente invention peuvent être utilisées pour préparer des dispositifs pyrotechniques générant des fumées colorées, tels que des grenades fumigènes colorées, des fumigènes de signalisation (par ex. signaux SNCF), des fumigènes d'entraînement, etc.

- Ainsi, la présente invention porte également sur des dispositifs pyrotechniques
- 30 comprenant une composition fumigène selon la présente invention.

Les fumées générées peuvent être jaunes, rouges, bleues ou vertes selon l'usage et les besoins.

Les dispositifs pyrotechniques peuvent être utilisés dans le domaine civil (par exemple paintball, manifestation, match de foot,...) ou militaire.

Ils peuvent permettre de faire du marquage de position, d'alerter ou d'informer en fonction de la couleur de la fumée.

- Les exemples qui suivent sont donnés à titre illustratif, mais ne doivent en aucun cas
- 5 être considérés comme limitatifs de la présente invention.

EXEMPLES

10 Méthodes

Les performances techniques des compositions fumigènes, telles que la densité des fumées, la durée de combustion, le rendement de combustion et l'intensité de la couleur des fumées sont évaluées à température ambiante (20-25°C) dans un dispositif

- 15 expérimental comprenant :

- un caisson de 0,635 m³ équipé d'un filtre disposé en sortie des fumées ;
- une caméra visible permettant de mesurer la durée de combustion ;
- un thermocouple permettant de mesurer la température de combustion.

- 20 Les maquettes préparées sont pesées avant et après combustion permettant ainsi de déterminer la masse de la composition avant combustion ($masse_{composition\ avant\ combustion}$) et la masse de la composition après combustion ($masse_{résidu\ de\ combustion}$).

Densité des fumées

- 25 La densité des fumées (d), exprimée en gramme par centimètre cube, est déterminée par la relation suivante :

$$d = \frac{masse_{composition\ avant\ combustion} - masse_{résidu\ de\ combustion}}{Volume_{caisson} (0.635m^3)}$$

Durée de combustion

- 30 La durée de combustion est mesurée au moyen de la caméra.

Rendement de combustion

Le rendement de combustion, exprimé en pourcentage, est déterminé par la relation suivante :

$$r = \frac{\text{masse}_{\text{composition avant combustion}} - \text{masse}_{\text{résidus de combustion}}}{\text{masse}_{\text{composition avant combustion}}}$$

Colorimétrie

- 5 La colorimétrie permet de caractériser une couleur par des valeurs numériques L*a*b* (CIELAB). L'espace couleur L*a*b* (CIELAB) est un système adopté par la commission internationale d'éclairage en 1976.

On mesure dans l'espace L * a * b *

L*: saturation

- 10 a*: composante rouge/vert

b*: composante bleu/jaune

L'évolution ou écart de couleur (DE) peut être suivi par la relation :

$$\text{DE} = [(\text{DL}^*)^2 + (\text{Da}^*)^2 + (\text{Db}^*)^2]^{1/2}$$

dans laquelle DL*, Da*, Db* sont les valeurs d'écart de couleur entre l'échantillon et la

- 15 référence.

L'intensité de la coloration est mesurée par un colorimètre disposé directement sur le filtre de récupération des fumées (dépôt de colorant sublimé sur le filtre).

20 Exemples de préparation des compositions fumigènes

Les compositions fumigènes ont été préparées à partir des matières premières suivantes :

- Nitrate de potassium, N° CAS: 7757-79-1 ;
- 25 - Lactose, N° CAS : 63-42-3 ;
- Saccharose, N° CAS : 57-50-1 ;
- Amidon, N° CAS : 9005-25-8 ;
- Gomme arabique (gomme), N° CAS : 9000-01-5 ;
- Hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO₃), N° CAS : 144-55-8 ;
- 30 - Colorants organiques sublimables :
 - Solvent Yellow 98 (SY98), N° CAS: 27870-92-4 ;
 - Solvent Yellow 56 (SY56), N° CAS: 2481-94-9;
 - Solvent Red 24 (SR24), N° CAS: 85-83-6 ;
 - Pigment Red 179 (PR196), N° CAS : 6829-22-7;

- Pigment Blue 66 (PB66), N° CAS : 482-89-3;
- Solvent Green 5 (SG5), N° CAS : 79869-59-3.

- 5 Les formulations des compositions fumigènes préparées sont telles que présentées dans le tableau 1. Les pourcentages indiqués sont des pourcentages en poids exprimés par rapport au poids total de la composition fumigène.

	CF1	CF2	CF3	CF4	CF5	CF6
Nitrate de potassium	33%	35%	36,5%	46%	34,3%	42,4%
Lactose	17,6%	X	X	24,5%	X	X
Saccharose	4,4%	X	X	6,1%	22,9	X
Amidon	X	24,2	21,9	X	X	25,4
NaHCO ₃	4%	3%	3%	5,5%	4,2%	3,4%
Gomme	1,6%	1,6%	1,6%	2,2%	1,6%	1,8%
Colorant	SY98	SY56	SR24	SR179	PB66/ SY98	SG5
	39,4%	36,2%	37%	15,7%	22,5% /	27%

Tableau 1 : Formulations des compositions fumigènes

10

Les compositions fumigènes ont été préparées selon le protocole détaillé présenté ci-dessous.

Préparation des matières premières

- Une solution d'eau gommée a été préparée à 7,5% dans l'eau déminéralisée.
- 15 -L'oxydant et les réducteurs ont été étuvés à 50°C – 48h avant mélange.
- L'oxydant et les réducteurs ont été stockés dans des bocaux étanches, à 30°C+/-5°C.
- L'oxydant et les réducteurs ont été émottés à 500µm,
- Emottage de l'inhibiteur de flamme (NaHCO₃) à 500µm,

20 Préparation des compositions fumigènes

- Le colorant, les réducteurs et l'inhibiteur de flamme ont été pesés dans le récipient de mélange.
- Ils ont été mélangés jusqu'à obtention d'une poudre homogène en couleur.

-Le liant a été introduit à la préparation, puis mélangé jusqu'à obtention d'une poudre homogène en couleur.

-L'oxydant a été introduit au mélange à son tour et il a été mélangé jusqu'à obtention d'une poudre homogène en couleur.

5

Fractionnement / Granulation

-Le mélange a été versé dans un grand tamis de 630µm, puis la composition a été granulée manuellement sur le tamis de 630µm. La composition sous le tamis a été conservée.

10

Séchage :

-La composition a été mise en étuve ventilée à 40°C pendant 2 jours minimum.

Broyage / stockage :

15 -La composition a été tamisée sur un tamis 200µm, puis elle a été stockée par poche de 200g étanche et bien identifiée.

Préparation des maquettes

-Dans une frette en bakélite, a été introduit 5g de PTFE (pour servir de fond).

20 -La hauteur H1 a été mesurée. Elle correspond à la hauteur disponible dans la frette.

-5g de la composition fumigène ont été introduit dans la frette ainsi que 0,5g de BNP (composition d'allumage).

-Le tout a été comprimé à une pression de 500Kg.

-La hauteur H2 a été mesurée. Elle correspond à la hauteur disponible dans la frette.

25 -La hauteur de composition H3 a été calculée selon la formule suivante : $H3 = H1 - H2$.

-La frette a ensuite été disposée dans un étui en métal permettant la mise en pression.

Evaluation des performances des compositions fumigènes

30 Les performances des compositions fumigènes ont été évaluées selon les méthodes décrites ci-dessus. Les résultats sont présentés au tableau 2.

	Rendement de combustion (%)	Densité des fumées (g/cm ³)

CF1	7,1	74,7
CF2	6,8	70,3
CF3	7,3	78,9
CF4	8,1	81,4
CF5	7,3	74,3
CF6	6,8	79,2

Tableau 2 : Performances des compositions fumigènes

Les compositions fumigènes de la présente invention sont non-toxiques et performantes.

REVENDICATIONS

1. Composition fumigène comprenant, par rapport au poids total de la composition :
 - de 24 à 52% en poids de nitrate de potassium à titre d'oxydant ;
 - 5 - de 15 à 40% en poids d'un réducteur choisi dans le groupe constitué par le dextrose, le lactose, le saccharose, la dextrine, l'amidon et leurs mélanges ;
 - de 6 à 60% en poids d'un colorant organique sublimable non salifié sous forme de poudre ;dans laquelle le colorant organique sublimable:
 - 10 - présente une température de sublimation inférieure à 450°C, la température de sublimation étant inférieure à la température de décomposition du colorant organique sublimable ;
 - présente une température de décomposition supérieure à la température de combustion de la composition fumigène ; et
 - 15 - le colorant organique sublimable est sélectionné dans le groupe constitué par les colorants de la famille des thioxanthènes, des nitrobenzamines, des pérylènes, des benzimidozoles, des naphtols, des téréphtalates, des phthalocyanines, des violanthrones, des xanthènes, des azobenzènes, des pyrazolinones, les colorants Pigment Blue 66, Solvent Blue 2, Solvent Red
 - 20 179 et leurs mélanges.
2. La composition fumigène selon la revendication 1 dans laquelle le colorant organique sublimable est sélectionné dans le groupe constitué par Solvent Green 4, Pigment Yellow 65, Pigment Green 8, Solvent Green 5, Solvent Red 196, Pigment Red
- 25 194, Solvent Yellow 14, Solvent Red 24, Solvent Red 25, Solvent Red 26, Solvent Red 27, Pigment Red 1, Solvent Yellow 56, Solvent Red 164, Pigment Red 170, Solvent Yellow 155, Pigment Yellow 175, Solvent Yellow 98, Solvent Blue 70, Solvent Blue 67, Vat Blue 20, Vat Green 1, Vat Green 2, Vat Blue 16, Vat Blue 5, Solvent Yellow 16, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 175, Solvent Yellow 93, Pigment Blue 66, Solvent
- 30 Blue 2, Solvent Red 179 et leurs mélanges.
3. La composition fumigène selon la revendication 1 dans laquelle le colorant organique sublimable est sélectionné dans le groupe constitué par Solvent green 5, Pigment Red 194, Solvent Red 24, Solvent Red 25, Solvent Red 26, Solvent Red 27,

Solvent Yellow 56, Solvent Yellow 14, Vat Green 2, Solvent Yellow 98, Solvent Yellow 16, Solvent Yellow 93, Pigment Blue 66, Solvent Red 179 et leurs mélanges.

4. La composition fumigène selon la revendication 1 ou 2 comprenant en outre des
5 additifs sélectionnés dans le groupe constitué par les liants, les flegmatisants, les
absorbeurs d'humidité, les régulateurs de combustion, les inhibiteurs de flamme et leurs
mélanges.
5. La composition fumigène selon la revendication 4 comprenant de 0,5 à 8% en
10 poids, par rapport au poids total de la composition, d'un liant.
6. La composition fumigène selon la revendication 4 ou 5 comprenant de 0,5 à 10%
en poids, par rapport au poids total de la composition, d'un inhibiteur de flamme.
- 15 7. La composition fumigène selon l'une des revendications précédentes dans
laquelle le colorant organique sublimable est une poudre dont la taille des particules
n'excède pas 200 µm.
8. La composition fumigène selon l'une des revendications précédentes dans
20 laquelle la température de décomposition du colorant est supérieure à 300°C.
9. La composition fumigène selon l'une des revendications précédentes
comprenant :
 - de 26 à 48% en poids de l'oxydant ;
 - 25 - de 18 à 35% en poids du réducteur ;
 - de 10 à 45% en poids du colorant organique sublimable.
10. Dispositif pyrotechnique comprenant une composition fumigène selon l'une des
revendications précédentes.
30
11. Dispositif pyrotechnique selon la revendication 10 choisi parmi les grenades
fumigènes, les fumigènes de signalisation ou les fumigènes d'entraînement.
12. Utilisation d'un dispositif pyrotechnique selon la revendication 10 ou 11 pour un
35 usage civil ou militaire.