



MESURE ET SUIVI DE PARTICULES, AGGLOMERATS ET GOUTTES EN COMBUSTION AU DESSUS DE LA SURFACE D'UN PROPERGOL EN COMBUSTION

Robin W. DEVILLERS^{a,*}, Charles ERADES^a, Dominique Lambert^a, Jonas BELLESSA^b

(a) DEFA/PRS, ONERA, 91123, Palaiseau, France

(b) DEFA/MAE, ONERA, 91123, Palaiseau, France

*Correspondant: robin.devillers@onera.fr

Résumé : Les propergols solides sont couramment utilisés pour la propulsion des missiles et des fusées. Les propergols solides composites combinent des charges oxydantes (perchlorate d'ammonium) à une résine réductrice servant de liant (PBHT) ; des charges réductrices comme l'aluminium peuvent aussi être ajoutées. Les modèles décrivant le comportement en combustion de l'aluminium dans un propergol nécessitent des caractérisations expérimentales. Une méthode d'ombroscopie à faisceaux convergents est utilisée à l'ONERA afin de visualiser à haute cadence les différents objets qui quittent la surface du propergol durant la combustion de petits échantillons dans une chambre haute pression (de 1 MPa à 3 MPa). La présente étude vise à valider un traitement automatique des images à l'aide d'un propergol d'étude chargé en particules tamisées de titane (50 à 63 μm de diamètre). Le choix du titane permet d'éviter la combustion des particules à 1 MPa et de confronter la mesure de taille fournie par l'analyse d'images à des valeurs de références, obtenue avec un granulomètre laser sur les poudres de titane utilisées. Le suivi des objets a aussi été réalisé, fournissant des profils de vitesse réguliers. Ces développements sont prometteurs pour l'analyse quantitative de la combustion des propergols solides et, ainsi, pour la validation des modèles de combustion.

1 Introduction

Les propergols solides sont couramment utilisés pour la propulsion des missiles et des fusées. Les propergols solides composites combinent des charges oxydantes (tels que le perchlorate d'ammonium) à une résine réductrice servant de liant (comme le PBHT) ; des charges réductrices comme l'aluminium peuvent aussi être ajoutées. Les charges sont incluses sous forme de grains micrométriques dont la distribution de taille va influencer la vitesse de régression. Le choix de la composition et de la distribution de taille les plus appropriées repose sur la mesure de performances macroscopiques (comme la vitesse de combustion) et sur la modélisation. Le développement de nouvelles compositions gagnerait à une meilleure connaissance des phénomènes physiques mis en jeu durant la combustion des propergols. Ainsi, les modèles de combustion actuels, que ce soit pour les ingrédients isolés en phase solide puis liquide ou les gouttelettes mises en jeu ([1] - [3]), nécessitent une confrontation à des mesures expérimentales. Il est donc important de pouvoir fournir des diagnostics permettant de visualiser et quantifier les phénomènes ayant lieu à la surface des propergols.

Dans ce contexte, une méthode d'ombroscopie à faisceaux convergents à haute cadence est en cours de mise au point à l'ONERA afin de visualiser au mieux les différents objets qui quittent la surface du propergol durant la combustion, que ce soit des particules isolées, des agglomérats de particules ou

des gouttes en combustion [1] (un exemple d'image est présenté à la Figure 1). La présente étude vise à améliorer l'analyse d'images automatique effectuée pour analyser les objets quittant la surface. Cette investigation a été réalisée à l'aide d'un nouveau propergol d'étude chargé en particules de titane tamisées pour lequel ont été réalisés des essais en combustion et des mesures par granulomètre laser sur les particules de titane utilisées. L'objectif de ces travaux est de vérifier que le nouveau propergol est approprié au développement du traitement d'image et d'explorer plusieurs types d'analyse des images.



Figure 1 Image d'ombroscopie à faisceaux convergents réalisée pour un propergol aluminisé.

2 Procédure expérimentale

Un nouveau propergol d'étude a été réalisé. Différentes activités expérimentales ont été effectuées

pour confirmer le choix de cette composition et étudier l'analyse d'image d'ombroscopie : imagerie pour le propergol en combustion et analyse granulométrique sur la poudre de titane brute.

2.1 Définition d'un propergol d'étude

Comme évoqué, l'objectif sous-tendant le développement de cette méthode est l'analyse de propergols réels en combustion, en particulier pour l'étude de la combustion de particules d'aluminium. Cependant, l'observation de la combustion en présence d'aluminium est complexe, à cause de nombreuses traînées autour des différents agglomérats et particules qui brûlent (Figure 1). C'est pourquoi la présente étude vise à utiliser des conditions de combustion plus simples pour la validation du traitement d'image. La réalisation d'un propergol d'étude est une part clé des présents travaux.

Le propergol réalisé est de type butalite (dénomination de la société HERAKLES) : perchlorate d'ammonium (PA) dans un réseau polymère de polybutadiène hydroxytéléchélique (PBHT chargée en particules de titane calibrées. Cette butalite contient 75% en masse de PA. Le chargement en titane a été retenu afin de disposer de particules difficiles à allumer pour des combustions à pression modérée (1 MPa). Cela permet de disposer de particules dont le diamètre ne sera pas modifié durant la combustion et dont la taille observée ne sera pas biaisée par la luminosité d'une flamme. Les particules de titane ont été réalisées à l'ONERA sur un montage d'atomisation, assurant leur bonne sphéricité. Les particules ont été tamisées afin d'obtenir une distribution de taille fine et bien définie (tamisage entre 50 et 63 μm). L'imagerie pourra donc observer des particules inertes de diamètre connu. Une fraction volumique (fraction massique de 6.5%) de titane de 2,45% a été choisie, correspondant à une concentration modérée assurant une bonne distance entre les particules à l'image. Il s'agit de faciliter l'analyse sur des particules distantes, mais aussi de réduire la probabilité d'agrégats comprenant plusieurs particules collées, rendant difficile l'analyse de taille sur les images.

2.2 Montage de combustion

La combustion a été réalisée dans une chambre longue permettant la combustion d'échantillons de propergol à haute pression (diamètre intérieur : 50 mm, hauteur : 472 mm), à savoir jusqu'à 5 MPa. Les essais ont été effectués sur des échantillons de propergol de petite taille ($10 \times 5 \times 1,9 \text{ mm}^3$), inhibés sur leurs faces latérales pour obtenir une combustion purement verticale (régression de l'échantillon de bas en haut sans allumage latéral). L'allumage de l'échantillon s'effectue à l'aide d'un laser CO_2 dont le faisceau homogène accède à la chambre par un hublot placé sur la paroi supérieure de la chambre.

La puissance laser utilisée pour l'allumage est de l'ordre de 1 MW.

2.3 Montage d'ombroscopie à faisceaux convergents

Le montage utilisé pour l'ombroscopie est décrit dans [4]. Il est inspiré des montages de strioscopie focalisée introduits en [5] et [6]. Le montage est présenté sur la Figure 2. Ce montage permet de visualiser des champs de grande dimension avec une profondeur de champ finie. L'utilisation d'une grille en entrée permet de fixer spatialement un nombre important de sources lumineuses ; chaque faisceau lumineux traverse la zone d'étude avec un angle propre. Le nombre et la largeur des fentes permettent de fixer la profondeur de champ visualisée. Une grille est placée en sortie pour faire office de couteaux strioscopiques (approche Schlieren).

Le montage inclut une source étendue dans le visible, focalisée à l'aide d'une lentille de Fresnel de focale de 600 mm. Le faisceau traverse une grille placée verticalement (5 fentes de largeur 17 mm). Le faisceau lumineux traverse la chambre de combustion via des hublots en plexiglas. Le faisceau est ensuite focalisé à l'aide d'une lentille convergente de focale 60 mm et dirigé vers une caméra haute cadence. Contrairement au montage de strioscopie focalisé utilisé dans les publications citées, aucune grille n'est utilisée en sortie. Le but est de réduire la sensibilité du montage aux nombreux gradients d'indice optique présents : flamme de combustion des grains de PA, traînées d'alumine dans le cas de particules d'aluminium en combustion... L'absence de grille de sortie transforme le montage en système d'ombroscopie, moins sensible aux variations d'indice optique. Seuls les gradients nets créés par la présence de particules et d'agrégats sont sources de contraste net à l'image. Cette approche permet de visualiser les particules dans un fond homogène, correspondant à la zone de flamme où les variations d'indice sont peu résolues afin d'observer au mieux les particules quittant la surface du propergol.

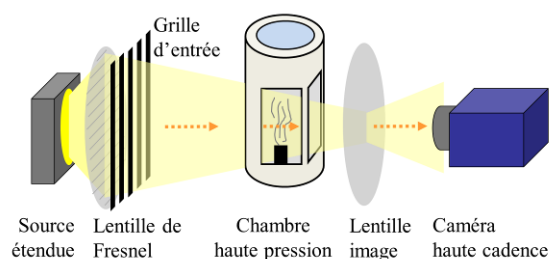


Figure 2 Montage d'ombroscopie à faisceaux convergents

Le grandissement optique a été fixé pour obtenir une résolution de 3,08 $\mu\text{m}/\text{pixel}$, évalué à l'aide de mire placées dans la chambre (incertitude de $\pm 2\%$ sur l'échelle de mesure). La caméra utilisée est une Photron SA3, fonctionnant à une cadence de 3000 Hz pour une résolution de 1024 x 576 pixels. Ainsi la

combustion est visualisée sur un champ d'environ 3 mm de large sur 1,6 mm de haut.

2.4 Analyse d'images d'ombroscopie

L'analyse d'image est réalisée à l'aide d'un script utilisant la librairie de traitement d'images de Labview. Elle repose sur une détection de contours appliquée à l'image après utilisation d'un filtre laplacien servant à accentuer les gradients à l'image. Différents filtres de lissages sont aussi appliqués pour éliminer le bruit d'acquisition caméra. L'un des objectifs de l'étude est l'ajustement des paramètres de traitement et l'évaluation du caractère quantitatif de cette analyse, par comparaison avec la taille connue pour les particules de titane utilisées. L'analyse d'images génère une base de données d'objets détectés, utilisée pour deux types de traitement. Les diamètres d'objets permettent d'évaluer une distribution de taille, pouvant être utilisée pour initialiser des simulations numériques décrivant la combustion de particules. La détection de particules sur plusieurs images successives permet d'évaluer la vitesse des objets proche de la surface qu'ils viennent de quitter ; cette donnée est aussi utile pour initialiser et valider des simulations numériques.

Il faut préciser que l'analyse d'image détecte uniquement les objets de diamètre supérieur à 6 pixels de diamètre. Dans le cas de notre résolution de 3,08 $\mu\text{m}/\text{pixel}$, seuls les objets supérieurs à 20 μm de diamètre seront détectés.

2.5 Analyse des particules de titane

Une mesure de référence de la taille des particules de titane est nécessaire pour évaluer l'efficacité de la mesure de taille sur les particules détectées dans les images en combustion. La granulométrie des particules de titane a été étudiée par un granulomètre laser avant l'introduction des particules dans le propegol d'étude. Le granulomètre utilisé est de marque Horiba (modèle LA-950V2), mesurant la taille des particules par diffusion de Mie à l'aide d'un faisceau laser à 650 nm. L'appareil est capable de fournir des informations de taille pour des particules sphériques entre 10 nm à 2 mm. Les particules de titane ont également été observées au microscope optique numérique (MON) pour des grossissements entre $\times 200$ et $\times 1000$ afin de confirmer qualitativement leur sphéricité.

3 Résultats

Seulement un nombre restreint d'essais a été réalisé durant cette première série. Les présents résultats ne sont donc pas quantitatifs car reposant sur des échantillons restreints. Mais ils permettent de valider le choix de la composition de propegol et d'explorer différents types de traitement d'images.

3.1 Caractérisation des particules de titane brutes

La mesure de diamètre par granulomètre laser confirme bien l'étalement de la distribution de taille pour les particules de titane utilisées. Les distributions de diamètre en nombre et en volume sont présentées sur la Figure 3. Le diamètre moyen (D_{10}) est de l'ordre de 65 μm , avec une largeur de distribution fine. Cette distribution est cohérente avec le tamisage effectué initialement, même si la valeur est légèrement supérieure à l'intervalle retenu par les tamis (50 à 63 μm). On remarque également une très faible proportion de particules détectées entre 8 et 10 μm . Il s'agit certainement de très petites particules qui sont restées accrochées au plus gros objet durant le tamisage, dont la procédure devra être améliorée si de nouveaux propegols au titane sont préparés. La présence de petites particules accrochées aux plus grosses peut biaiser légèrement la mesure de diamètre par le granulomètre. Néanmoins, ces très petites particules ne seront pas faciles à observer par ombroscopie puisqu'elles sont plus petites que le diamètre minimum détecté par analyse d'image (20 μm).

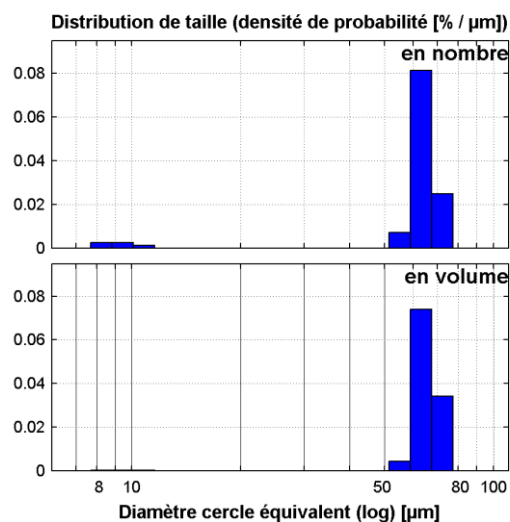


Figure 3 Distribution de taille pour les particules de titane utilisées. Mesure par granulomètre laser sur les poudres brutes avant introduction dans la malaxée.

Des exemples de visualisation au MON des particules sont présentés en Figure 4. Pour des grossissements de $\times 200$ et $\times 1000$. On observe bien la sphéricité des particules de titane. On constate cependant la présence de plus petites particules, de l'ordre de 5 à 10 μm , collées sur la surface des plus grosses particules. Ces petites particules en surface peuvent expliquer l'écart constaté entre l'intervalle de tamisage et l'intervalle de diamètre mesuré par le granulomètre laser. L'incertitude générée sera à prendre en compte dans l'analyse critique du traitement des images.

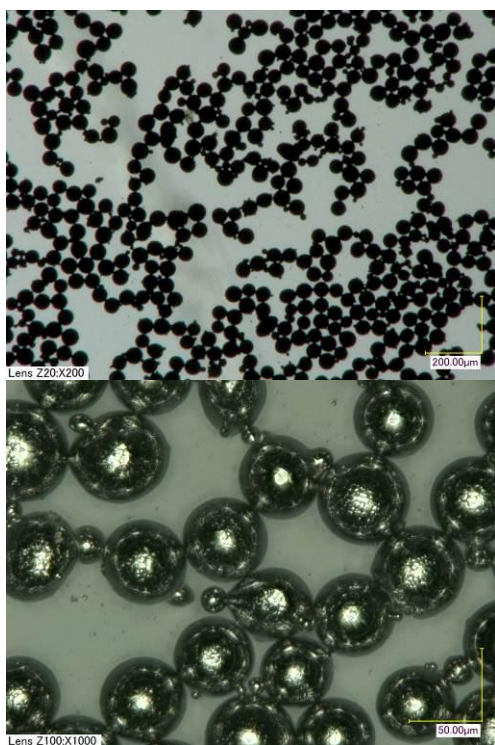


Figure 4 Observation au microscope optique numérique des particules de titane. Mesure sur les poudres brutes avant introduction dans la malaxée. Grandissements : x 200 (image du haut) et x 1000 (image du bas)

3.2 Images de propergols en combustion

Deux images successives d'ombroscopie à faisceaux convergents sont présentées en Figure 5 ; la vitesse de combustion du propergol est de l'ordre de 4,2 mm/s. Une séquence plus longue est incluse en fin d'article (Figure 9). On observe nettement le profil de la surface en combustion (limite de la zone très sombre en bas d'image), qui régresse au fur et à mesure de la combustion de l'échantillon de propergol. Les différents points sombres dans la partie supérieure correspondent aux particules de titane qui quittent la surface et s'élèvent dans la flamme (une particule est repérée par un cercle rouge sur la Figure 9 pour souligner son mouvement entre les deux images). Quelques particules très lumineuses apparaissent également sur la Figure 5 ; il s'agit de particules de titane en combustion. On vérifie cependant que la proportion de particules en combustion semble faible, ce qui correspond à l'objectif recherché d'une visualisation de particules inertes : le nouveau propergol d'étude est bien approprié au développement de l'analyse d'image.

Toutefois, on constate également la présence de quelques objets non sphériques, qui correspondent à l'agrégation de 2 ou 3 particules de titane. Il faudra distinguer ces agrégats des particules sphériques isolées pour la comparaison de l'analyse de

l'imagerie à la mesure de diamètre par le granulomètre laser. Cette faculté à distinguer les particules isolées des agrégats pourra démontrer la capacité du script à caractériser la morphologie des objets observés. Les détails de l'analyse sont donnés dans le paragraphe suivant.

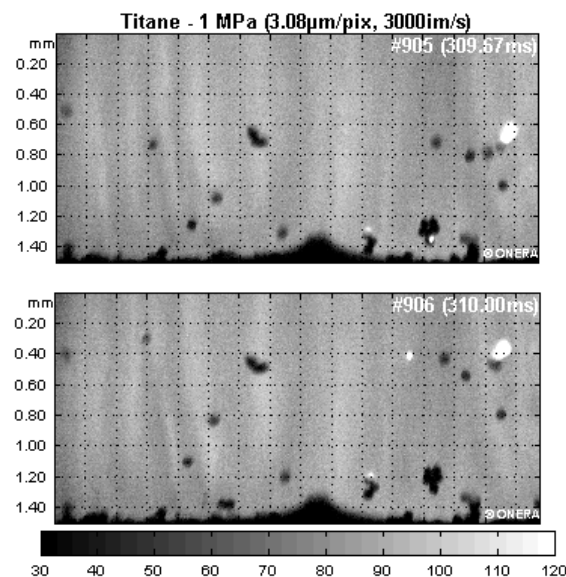


Figure 5 Images d'ombroscopie à faisceaux convergents à 1 MPa pour combustion du propergol d'étude au titane.

3.3 Analyse d'images

3.3.1 Distribution de taille

Un critère simple a été retenu pour distinguer les particules sphériques des agrégats, utilisant une ellipse équivalente et son allongement (rapport des axes de l'ellipse). Les particules sont considérées isolées pour un allongement de l'ellipse entre 1.0 et 1.6. Ceci a été comparé pour différents réglages du filtre de contour (Figure 6) ; la figure inclut également la distribution de taille des particules mesurées par granulomètre laser, qui servira de distribution de référence. Les différents réglages de filtre fournissent bien une distribution de taille cohérente avec la distribution de référence.

On se rend toutefois compte que tous les filtres ne détectent pas le même nombre de particules sphériques, l'allongement d'ellipse étant influencé par les réglages du filtre de contour ; la largeur des distributions dépend également du paramètre de contour choisi. Il apparaît donc nécessaire d'introduire d'autres paramètres pour caractériser la morphologie des objets observés.

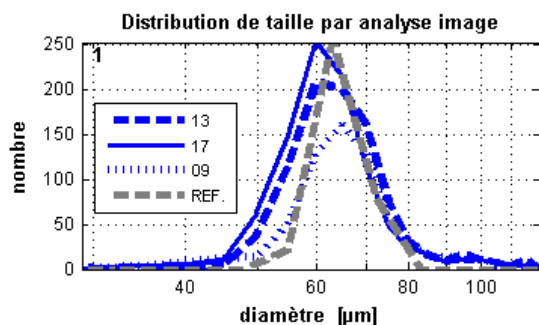


Figure 6 Distribution de taille pour les particules sphériques (rapport d'ellipse entre 1.0 et 1.6). Comparaison pour différents réglages du filtre de contour (13, 17, 9). Distribution obtenue par granulomètre laser superposée en tirets gris, dénommée « REF. ».

On constate une proportion d'agrégats entre 20 et 30% des objets observés (pourcentage en nombre). L'incertitude sur cette proportion tient à l'efficacité de la détection des agrégats à l'aide des différents critères utilisés. La Figure 7 illustre cette difficulté. L'agrégat binaire (a) présente un allongement d'ellipse de 1,97, ce qui permet sa détection. L'agrégat en b) comprend 3 ou 4 particules placées selon un angle en T, avec un allongement d'ellipse de 1,26. En utilisant le seul critère d'allongement, cet objet est donc susceptible d'être détecté comme une particule isolée de grand diamètre. Il peut être distingué d'une particule sphérique à l'aide d'un critère évaluant le rapport de l'aire de l'objet sur la longueur de son contour (Rapport Aire / Contour, soit « RA/C »). Cet agrégat en T présente un très long contour qui le distingue d'un simple cercle régulier. Un tel critère peut être utilisé pour détecter les agrégats multiples. Toutefois, les valeurs limites de ce critère RA/C sont à déterminer par l'étude d'un échantillon plus large d'agrégats, ce qui sera réalisé dans des études futures.

Enfin, la proportion de particules de titane observées en combustion, à savoir saturées à l'écran, est de l'ordre de 6.5% des objets détectés. Rapporté au volume des différents objets, cela représente même 5.6% du volume de titane détecté à l'écran. La nouvelle composition de propergol répond bien à l'objectif d'un propergol à particules inertes, permettant le développement du traitement d'image sans présence de traînées de particules en combustion.

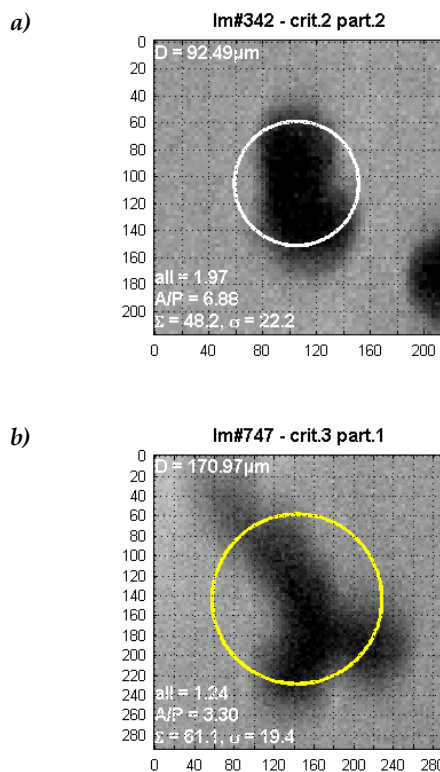


Figure 7 Exemples d'agrégats observés à l'écran. Agrégat binaire (image a)) et agrégat à 3 ou 4 particules (image b))

3.3.2 Suivi des particules et profils de vitesse

Les positions successives d'un objet sont obtenues en le suivant sur plusieurs images. Ce suivi est illustré à l'aide d'un agrégat présent sur les images 906 à 911 de la Figure 9 (repéré par un cercle rouge), à savoir 6 détections sur environ 0,8 mm de parcours. La trajectoire et la vitesse de cet objet sont tracées sur la Figure 10. Le diamètre du cercle équivalent à cet agrégat est de l'ordre de 135 μm . On constate une accélération progressive de l'objet au fur et à mesure qu'il s'éloigne de la surface, passant de 0,3 à presque 0,6 m/s sur la distance observée. Les courbes de trajectoire et de profil de vitesse sont régulières, illustrant le bon suivi obtenu.

Les informations de taille et de vitesse peuvent être croisées pour parvenir à une analyse statistique du profil de vitesse selon la dimension d'un objet. Cette approche est illustrée sur la Figure 7 présentant des profils de vitesse pour des particules ayant un diamètre compris entre 60 et 70 μm . Les profils en bleus correspondent à chaque particule suivie, et le profil moyen est en pointillé gras. On constate la bonne concordance des différents profils avec un écart type dépassant peu l'épaisseur du trait pour le profil moyen sur une distance de 0,2 à 0,8 mm au dessus de la surface du propergol, où ont été observés le plus d'objets. Ce type d'analyse sera à approfondir sur des populations plus vastes, et pour le cas de particules d'aluminium en combustion. Mais cette composition de propergol à particules

semble à même de consolider l'analyse de vitesse réalisée sur les images d'ombroscopie.

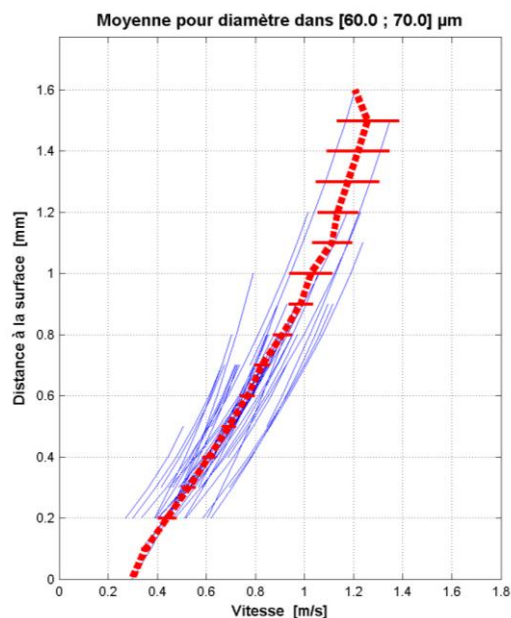


Figure 8 Profils de vitesse pour des particules de diamètre compris entre 60 et 70 µm. Profils en bleu pour chaque particule suivie. Le profil en pointillés rouge est le profil moyen.

4 Conclusions et remerciements

4.1 Conclusions

Une nouvelle composition de propergol a été réalisée pour le développement d'analyse d'images en combustion. Cette composition contient 2,45% en volume de particules de titane de diamètre moyen 65 µm. Le diamètre des particules de titane a été caractérisé au granulomètre laser. Des essais en combustion ont été réalisés à 1 MPa sur un montage d'ombroscopie à faisceaux convergents permettant l'acquisition d'images à 3000 Hz à 3,08 µm/pixels. Ces images ont confirmé que les particules de titane ne s'allument pas facilement à 1 MPa et s'agrègent peu dans la composition choisie. Cela permet de vérifier que les diamètres évalués par traitement d'images sont cohérents avec la mesure de référence par granulomètre. Le suivi de particules sur plusieurs images a fourni des profils de vitesse aux variations régulières et présentant un faible écart sur une classe de diamètre donnée. La définition de ce nouveau propergol d'étude va donc participer au

développement des nouvelles fonctionnalités d'analyse d'images d'ombroscopie.

4.2 Perspectives

Le développement approfondi de l'analyse d'images d'ombroscopie passe par l'étude systématique et statistique d'un plus grand nombre d'essais à l'aide de propergols d'étude, et ceux pour différents grossissements optiques et différentes cadences d'acquisition. Il s'agira de définir les paramètres à utiliser pour l'analyse d'image et de quantifier les incertitudes associées. Ces développements devront permettre l'analyse d'images plus complexes, présentant des particules d'aluminium en combustion. A terme, les analyses d'essais de combustion seront réalisées en interaction avec la simulation numérique pour l'amélioration des modèles décrivant la combustion de particules d'aluminium.

4.3 Remerciements

Nous remercions le CNES pour leur soutien, une partie de l'analyse d'images présentée ici ayant été développée dans le cadre de projets financés par leurs soins.

Nous remercions également Stefan Drawin du département DMSM de l'ONERA pour la fourniture des particules de titane utilisées dans le propergol.

5 References

- [1] Dupays J., Two-phase unsteady flow in solid rocket motors, *Aerospace Science and Technology*, Vol. 6, No. 6, pp. 413-422 (2002)
- [2] Doisneau F., Laurent F., Murrone A., Dupays J., Massot M., Eulerian multi-fluid models for the simulation of dynamics and coalescence of particles in solid propellant combustion, *Journal of Computational Physics*, Vol. 234, pp. 230-262 (2013)
- [3] Sibra A., Dupays J., Laurent F., Massot M., A new Eulerian Multi-Fluid model for bi-component polydisperse sprays: an essential approach to evaluate the impact of aluminum combustion on solid rocket motor instabilities, *49th AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference & Exhibit*, San Jose (CA), July 14-17, (2013)
- [4] Cauty F., Erades, C., Tracking of aluminum particles burning in solid propellant combustion gases by focusing Schlieren technique, *15th International Symposium on Flow Visualization, 2012*
- [5] Weinstein, Leonard M., An Improved Large-Field Focusing Schlieren System, AIAA 91-0567. (1991)
- [6] Desse, J.M. Bourez, J.P., Cauty, F., Erades, C., Développement de techniques de visualisation pour l'étude des matériaux énergétiques, *Acte du colloque FLUVISU11, 7-9 juin 2005, ECL, Ecully*

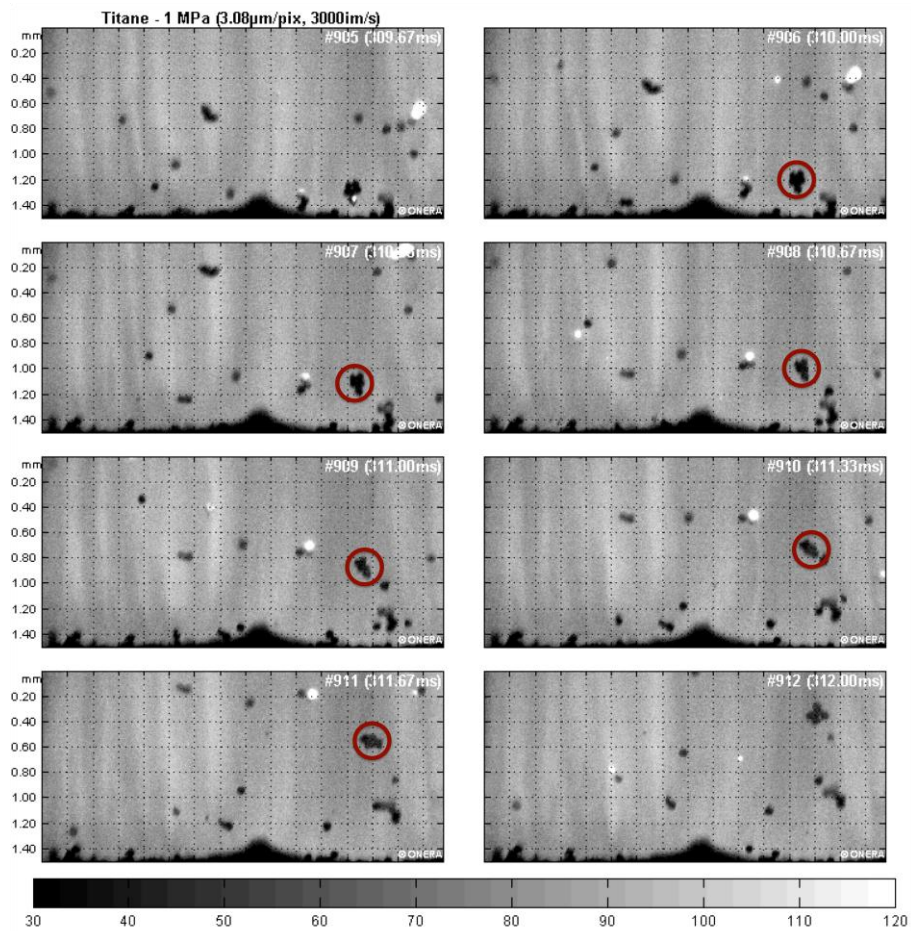


Figure 9 Séquence d'images d'ombroscopie à faisceaux convergents pour combustion d'un propergol contenant des particules de titane.

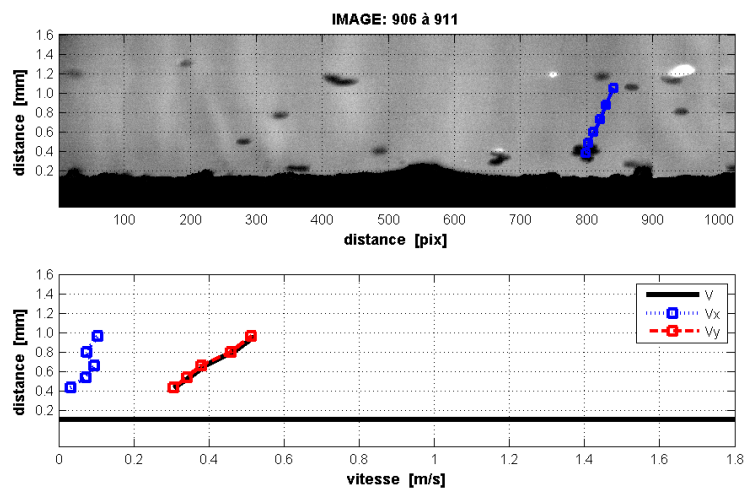


Figure 10 Suivi d'un objet sur plusieurs images successives (images 906 à 911, voir objet cerclé de rouge sur la Figure 9). Positions successives présentées sur le graphe supérieur, profil de vitesse selon la distance à la surface sur le graphe inférieur.