



NORGE

(19) [NO]

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **NR. 153096**

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

(51) Int. Cl.⁴ C 06 B 25/00

(21) Patentsøknad nr. 821712
(22) Inngivelsesdag 24.05.82
(24) Løpedag 24.05.82
(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **HERCULES INCORPORATED,**
910 Market Street,
Wilmington, DE 19899,
USA.

(86) Internasjonal søknad nr. -
(86) Internasjonal inngivelsesdag -
(85) Videreføringsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra 02.12.82
(44) Utlegningsdag 07.10.85

(72) Oppfinner **RICHARD VANCE CARTWRIGHT,**
Sussex, NJ,
RONALD DOUGLAS LEES,
Bartlesville, OK,
USA.

(74) Fullmektig Siv.ing. Jan E. Helgerud,
Bryns Patentkontor A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 01.06.81, USA, nr 268559.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **GELATINERT SPRENGSTOFF.**

(57) Sammendrag Eksplosivpreparat som som sensitisator omfatter en
blanding av metrioltrinitrat og dietylenglykol-
dinitrat og som også omfatter dimetylformamid som
polart, forenelig additiv.

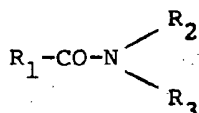
(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Foreliggende oppfinnelse angår et sprengstoff som inneholder en eksplosiv sensitiserende blanding av et flytende nitrert polyol og metriol-trinitrat inneholdende et polart forenelig additiv og eventuelt et uorganisk oksyderende salt.

5

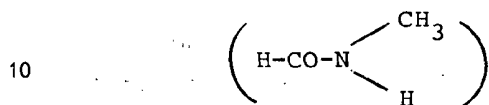
Gelatinerings av nitroglycerin med nitrocellulose gjennomføres lett og har lenge vært standard i dynamittfremstillingen. Imidlertid er det ønskelig å erstatte nitroglycerin i dynamitt med en annen komponent på grunn av den notoriske evnen nitroglycerin har til å gi hodepine. En blanding av metrioltrinitrat og dietylglykoldinitrat er funnet å være en meget lovende erstatning for nitroglycerin uttrykt ved produksjonsletthet, eksplosiv ytelse og omkostninger. US-PS 3.423.256 beskriver en eksplosiv sensitiserings sammensetning hvori trimetyloletantrinitrat reduserer slagfølsomheten for sammensetningen sammenlignet med bruken av flytende nitrert polyol alene, mens detonatorfølsomheten ikke reduseres. Imidlertid skjer gelatinerings av kombinasjonen av metrioltrinitrat og dietylglykoldinitrat med nitrocellulose ikke ved akseptabel hastighet under rimelige betingelser for dynamittfremstilling. US-PS 2.159.973 beskriver en fremgangsmåte for tilsetning av et amid, fortrinnsvis dimetylformamid, til et organisk nitrat for å akselerere gelatineringsen. Denne henvisning beskriver som organiske nitrater anvendelse av nitroglycerin og tetranitroglycerin. Dette patent beskriver akselerering av gelatiniserings hastigheten ved innarbeiding med nitroglycerinet av et surt amid av en monobasisk fettsyre eller et alkylderivat derav. Syreamidene som beskrives har formelen

35

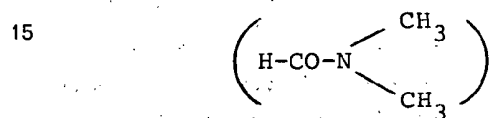


hvori R_1 , R_2 og R_3 enten er hydrogen eller en alkylrest. F.eks. er formamid og alkylderivater derav kjent å være

ønskede akselereringsmidler, i hvilket tilfelle R_1 betyr hydrogen. Når R_1 betyr en CH_3 -gruppe, er akselereringsmidlet acetamid eller et alkylderivat derav. R_2 og R_3 kan på samme måte bety hydrogen eller alkylgrupper. Eksempler på forbindelser som er kjent å være fordelaktige for bruk som gelatineringsakselererende midler omfatter formamid (H-CO-NH_2), acetamid ($\text{CH}_3\text{-CO-NH}_2$), monometylformamid



dimetylformamid



dimetylacetamid ($\text{CH}_3\text{-CO-N-(CH}_3)_2$), diacetamid ($\text{CH}_3\text{-CO}_2\text{-NH}$), propionamid, butylamid og mange andre. Fra denne gruppe er dimetylformamid det foretrukne gelatineringsakselererende middel. Gelatinerings av nitratesteren i dynamittformuleringer har en dobbelt hensikt. For det første danner gelen et hydrofobt, beskyttende belegg på vannfølsomme faststoffer slik som ammoniumnitrat natriumnitrat. Denne beleggende virkning er vesentlig for å oppnå den vannmøtstandsevne som er nødvendig i fuktige omgivelser. For det andre er gelatinerings nødvendig for å forhindre separering av flytende nitratester fra resten av sprengstoffet. En slik separering vil sterkt redusere eksplosiviteten og kan muligens gi alvorlig behandlingsrisiko p.g.a. forurensning av innpakkingsmaterialet p.g.a. nitratesteren.

I henhold til dette har foreliggende oppfinnelse til hensikt å forbedre den kjente teknikk og angår således et sprengstoff som karakteriseres ved at det inneholder en eksplosiv sensiterende blanding av en flytende nitratert polyol avledet fra en alifatisk polyol med fra 2 til 6 alkoholiske hydroksylgrupper og fra 2 til 10 karbonatomer, og 95-5% metriolnitrat, idet sensitisatorblandingen

er gelatinert av nitrocellulose, og et polart forenelig additiv valgt blant dimetylformamid, formamid, N,N-dimetylacetamid, N-metyl-2-pyrrolidon og dimetylsulfoksyd, samt eventuelt også et uorganisk oksyderende salt.

5

Ved fremstilling av sprengstoffet er mellom 0,05% og 0,20% dimetylformamid nødvendig for vesentlig å øke gelatineringen. Mengder av dimetylformamid på utover 0,20% forbedrer ikke gelatineringen vesentlig. Således vil i virkeligheten mengder på over 0,20% gjøre vannmotstands-

10 evnen verre på grunn av dimetylformamidets hydrofile natur. Andre polare additiver kan benyttes i stedet for dimetylformamid, her inkludert formamid, N,N-dimetylacetamid, N-metyl-2-pyrrolidon og dimetylsulfoksyd.

15

Fordi metrioltrinitrat er mere slagfølsomt enn dietylen-glykoldinitrat, reduserer tilsetningen av dietylen-glykoldinitrat i virkeligheten den totale slagfølsomhet i sammen-

20 setningene ifølge oppfinnelsen sammenlignet med det som er beskrevet i US-PS 3.423.256, hvori metrioltrinitratet reduserer sjokkfølsomheten for den nitrerte polyol. Metrioltrinitratet og dietylen-glykoldinitrat kan være tilstede i forhold mellom 95:5 og 5:95. Fortrinnsvis bør forholdet være mellom 40:60 og 60:40. Aller helst er metriol-

25 trinitrat og dietylen-glykoldinitrat tilstede i et forhold på ca. 50:50.

30

Ved fremstilling av sprengstoffet bør for å oppnå de beste resultater nitratesteren, dimetylformamid og nitro-cellulose først blandes separat atskilt fra de andre faste bestanddeler.

35

Selv om det finnes et antall nitrocelluloseoppløsningsmidler, slik som aceton og etylacetat, og som kan tilsettes en blanding av nitrocellulose og nitratestere for å indusere gelatinering, er disse oppløsningsmidler ikke inkludert i foreliggende oppfinnelse. Mengdene som kreves ville være

høye nok til å resultere i en reduksjon av eksplosivfølsomheten for dynamitten til et uakseptabelt lavt nivå. Fremgangsmåten som her benyttes tillater å oppnå formuleringer av dynamitt-typen som ikke inneholder nitroglycerin og at disse kan holdes under vann eller i våte omgivelser mellom 2 og 20 ganger lenger enn dynamitt-typeformuleringer som inneholder nitroglycerin.

De følgende eksempler representerer foretrukne utførelsesformer av oppfinnelsen.

Eksemplene 1 - 3

Mengden bestanddeler som ble benyttet i disse eksempler er basert på fremstillingen av 5000 g forsøkssatser. 500 g hver av metrioltrinitrat og dietylenglykoldinitrat ble først blandet med 25 g dynamitt-kvalitet nitrocellulose og mengden dimetylformamid som vist i tabell I nedenfor i 5 minutter. De følgende tørre bestanddeler ble blandet sammen i en separat beholder: 1239,5 g natriumnitrat, siktet gjennom en seks mesh sikt; 143 g balsamstøv; 143 g tamarindfrømel; 21,5 g pulverisert kalk; og den mengde ammoniumnitrat som er vist i tabell I etter føring gjennom en 10 mesh sikt. I fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen ble de flytende og tørre bestanddeler deretter blandet sammen i omtrent 5 minutter. Blandingen ble deretter pakket i voksede papiromhyllinger med en lengde på ca. 20 cm og en diameter på ca. 31,7 mm.

Vannmotstandsevnen for produktet ble bestemt ved å finne den maksimale tid som en slik patron kunne holdes under 3,5 m vann og fremdeles detoneres med en sprenghette nr. 6. Resultatet av disse forsøk er vist i tabell I.

TABELL I

Forsøk nr.	Dimetylformamid		Ammonium-nitrat	Lengste tid for detonering timer	Korteste tid for feil timer
	g	%	g		
Kontrdl	0	0	2428	1*	6
1	2,5	0,05	2425,5	24	48
2	5,0	0,10	2423	72	96
3	7,5	0,15	2420,5	96	120*

10 *Antagelse

Disse resultater viser virkningen av dimetylformamid som forenelighetsadditiv for å forbedre vannmotstandsevnen i formuleringer som vist i tabell I.

15

Eksemplene 4 - 7

En serie forsøk ble gjennomført og som beskrev en forbedring av semi-gelatineringskonsistensen med økende bruk av dimetylformamid. En serie på fire 7000 g blandinger ble fremstilt der hver blanding inneholdt like mengder dietylenglykoldinitrat og metrioltrinitrat. I tillegg ble det benyttet 0,3% nitrocellulose av dynamittkvalitet, 50% ammoniumnitrat, siktet gjennom en 24 mesh duk, 16,2% natriumnitrat, siktet gjennom en 10 mesh duk, 0,5% tremel, 1,5% balsastøv, 2% tamarindmel, 10% natriumklorid, 0,5% pulverisert kalk og 1,0% "Alcoa 1651"-aluminium. Mengden av dimetylformamid i hver prøve er vist i tabell 2.

15 Nitratestrene og dimetylformamidet ble først kombinert og deretter ble nitrocellulose tilsatt og blandet i fem minutter. De faste bestanddeler bortsett fra aluminium ble tilsatt langsomt under omrøring. Aluminiumet ble deretter tilsatt og kombinert grundig ved blanding i tre minutter. Formuleringene ble deretter pakket i papirhylser, hver med en 30 diameter på ca. 31,7 mm.

Hver patron ble deretter rullet ut og det ble skåret ut

lengder på ca. 7,5 cm. I prøven ble en ende av hver 7,5 cm sprengstoffstang presset mot en hard overflate inntil den antok soppform. Den ble deretter snudd. Hvis soppen dis-

5 integrerte, ble semi-gelatinkvaliteten ansett å være dårlig. Semi-gelatinkvaliteten ble ansett å være god, hvis integriteten for soppformen forble opprettholdt.

Resultatene som ble oppnådd er vist i tabell II.

10

TABELL II

Eksempel nr.	Metriol-trinitrat %	Dietylen-glykol-dinitrat %	Dimetyl-formamid %	Semi-gelatin kvalitet
Kontroll	9	9	0	Dårlig
4	8,975	8,975	0,05	
5	8,950	8,950	0,10	God
6	8,900	8,900	0,20	God

15

De resultater viser at tilsetning av dimetylformamid forbedrer konsistensen for det pakkede materialet. På den annen side resulterer god konsistens vanligvis i øket vann-

20 motstandsevne.

Gelatinering av en flytende polymer krever vesentlig gjensidig påvirkning mellom polymer og oppløsningsmiddel. Polymeren og oppløsningsmidlet påvirker hverandre gjensidig på god måte hvis polariteten er godt avstemt. Det er antatt at nitroglycerin og nitrocellulose har forenelige polariteter, mens metrioltrinitrat/dietylen-glykoldinitrat-blandingen er vesentlig mindre polar enn nitrocellulose. Imidlertid er dimetylformamid et sterkt polart oppløsningsmiddel så vel som et oppløsningsmiddel for nitrocellulose. Derfor kan tilsetningen av dimetylformamid til metrioltrinitrat/dietylen-glykoldinitrat-blandingen øke den totale midlere polaritet til et punkt der den er sammenlignbar med den for nitrocellulose. Således øker tilsetningen av dimetylformamid nitrocellulose-affiniteten for kombinasjonen av

25

30

35

metrioltrinitrat og dietylenglykoldinitrat og oppfører seg som et forenelig additiv for disse to bestanddeler.

Formuleringen av dynamitt-typen, oppnådd som be-

- 5 skrevet ovenfor, er ventet å ha vesentlig anvendelse som erstatning for konvensjonell dynamitt, f.eks. ved gruve og tunneldrift, dikebygging, konstruksjonsarbeider, seismiske undersøkelser og andre.

P a t e n t k r a v .

1. Sprengstoff, k a r a k t e r i s e r t v e d at det inneholder en eksplosiv sensitiserende blanding av 5-95% av en flytende nitrert polyol avledet fra en alifatisk polyol med fra 2 til 6 alkoholiske hydroksylgrupper og fra 2 til 10 karbonatomer, og 95% til 5% metrioltrinitrat, idet sensitisatorblandingen er gelatinert av nitrocellulose, og et polart forenelig additiv valgt blant dimetylformamid, formamid, N,N-dimetylacetamid, N-metyl-2-pyrrolidon og dimetylsulfoksyd, samt eventuelt også et uorganisk oksyderende salt.
- 5
2. Sprengstoff ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at nevnte nitrerte polyol er dietylenglykoldinitrat og at nevnte dietylenglykoldinitrat og nevnte metrioltrinitrat er tilstede i et forhold på mellom 60:40 og 40:60.
- 10
3. Sprengstoff ifølge krav 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at det polare forenelige additiv er dimetylformamid som er tilstede i en mengde mellom 0,05 og 0,20% av sprengstoffet.
- 15
- 20
- 35