

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 101968

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 13.06.75 (P. 181211)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 17.01.77

Opis patentowy opublikowano: 30.08.1979

Int. Cl².

C01B 21/08

C01G 21/18

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Joachim Grzesiek, Jan Guga, Józef Piecuch,
Kazimierz Stryjek

Uprawniony z patentu: Zakłady Tworzyw Sztucznych „Nitron-Erg”,
Krupski Młyn (Polska)

Sposób wytwarzania azydku ołowiu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania azydku ołowiawego, w szczególności posiadającego postać kulistych ziarenek. Wynalazek znajduje zastosowanie w produkcji zapalników elektrycznych jako materiał inicjujący, przede wszystkim gdy zachodzi potrzeba napełniania azydkiem otworów o małej średnicy.

Znany jest sposób wytwarzania azydku ołowiawego polegający na zmieszaniu zakwaszonego roztworu azotanu ołowiawego z alkalicznym roztworem azydku sodowego w obecności modyfikatora krystalizacji. Jako modyfikator stosuje się wodny roztwór dekstryny lub alkoholu poliwinylowego. Dodatek modyfikatora powoduje destrukcję powstających kryształów azydku ołowiawego zmniejszając jego wrażliwość na bodźce mechaniczne między innymi na tarcie.

Znany sposób z opisu patentowego brytyjskiego nr 1396351 pokrywania azydku ołowiu trójnitrorezorcynianem ołowiu polega na tym, że azydek ołowiu przenosi się do drugiego reaktora i działa się na niego w tym reaktorze wodnym roztworem soli ołowiawej i wodnym roztworem soli trójnitrorezorcyny. Powstający w czasie łączenia tych roztworów trójnitrorezorcynian ołowiu wytrąca się na powierzchni azydku ołowiu.

Azydek ołowiu otrzymany znanym sposobem charakteryzuje się zróżnicowanym wyglądem zewnętrznym i jest nieforemny. Przy objętościowym odmierzaniu azydku, porcje o tej samej objętości posiadają rozrzut wagi w granicach do 100%. Jest to powodowane fizycznym szczepianiem się kryształów i tworzeniem się mostków w czasie napełniania otworów o małych średnicach oraz niewypełnianiem tych otworów. Inną niedogodnością jest duża wrażliwość na tarcie wynosząca 15 do 30 g na aparacie BAM Petersa oraz zmienny ciężar usypowy wahający się w granicach 1,2 do 1,8 g/cm³.

Azydek ołowiu pokryty trójnitrorezorcynianem ołowiu charakteryzuje się dobrą wrażliwością na płomień zbliżoną do wrażliwości trójnitrorezorcynianu ołowiu, ale nie daje się odmierzać objętościowo z dobrą powtarzalnością i źle się sypie do otworów o małych średnicach.

Istotą sposobu według wynalazku jest otrzymywanie azydku ołowiu przez zmieszanie kwaśnego roztworu azotanu ołowiawego z alkalicznym roztworem azydku sodowego przy czym jednocześnie z wymienionymi substratami do środowiska reakcji wprowadza się trójnitrorezorcynian magnezowy w ilości do 10% wagowych w stosunku do ilości azydku sodowego.

Sposób według wynalazku przebiega następująco. Najpierw przygotowuje się roztwory, to jest wodny roztwór trójnitrórezorcynianu magnezu i modyfikatora krystalizacji, np. dekstryny albo alkoholu poliwinylowego, wodny roztwór azotanu ołowiawego zakwaszony kwasem azotowym do pH w granicach 1,8–2,5 oraz wodny roztwór azydku sodowego zalkalizowany ługiem sodowym do pH = 9,0–9,8. Do roztworu trójnitrórezorcynianu magnezu wkrapla się stale mieszając oba pozostałe roztwory, utrzymując temperaturę w granicach 15–25°C. Wytrącający się osad zbiera się na filtrze nuczy próżniowej, przemywa parokrotnie wodą, przenosi na płaskie tace ebonitowe lub z gumy przewodzącej prąd elektryczny oraz suszy.

Korzystna odmiana sposobu według wynalazku powstaje, gdy najpierw połączy się roztwór azydku sodowego z roztworem trójnitrórezorcynianu magnezowego i do tego roztworu wkrapla się wodny roztwór azotanu ołowiawego.

Azydek ołowiu otrzymany sposobem według wynalazku jest produktem gruboziarnistym, jednorodnym o ziarnie kształtu kulistego i średnicy około 0,050 mm. Azydek ten bardzo dobrze się sypie i w otworach o małych średnicach daje powtarzalność dozowania z dokładnością poniżej $\pm 10\%$. Całkowicie przechodzi przez sito o wymiarze oczek 0,3 x 0,3 mm, posiada ciężar usypowy w granicach 2,0–2,3 g/cm³ oraz wrażliwość na tarcie mierzoną na aparacie BAM Petersa w granicach 70–100 g.

Poniższy przykład jest ilustracją sposobu wytwarzania azydku ołowiawego według wynalazku.

W 400 ml wody destylowanej rozpuszczono 7 g dekstryny i 1,7 g trójnitrórezorcynianu magnezu. Do tak przygotowanego roztworu wkraplało się w sposób ciągły, stale mieszając i utrzymując temperaturę w granicach 18 do 23°C, 520 ml roztworu wodnego zawierającego 63 g azotanu ołowiawego zakwaszonego kwasem azotowym do pH = 2,0 oraz 1100 ml roztworu wodnego zawierającego 25 g azydku sodowego zalkalizowanego ługiem sodowym do pH = 9,5. Wytrącony drobnoziarnisty osad odsączono, przemyto kilkakrotnie ciepłą i zimną wodą destylowaną i wysuszono w temperaturze 70°C. Otrzymano 48 g azydku ołowiu w postaci okrągłych ziarenek koloru żółtobrazowego. Azydek ten całkowicie przechodził pod własnym ciężarem przez sito jedwabne o wymiarze oczek 0,3 x 0,3 mm, posiadał ciężar usypowy 2,2 g/cm³ i wrażliwość na tarcie mierzoną na aparacie BAM Petersa wynoszącą 75 g. Porcje azydku odmierzane w otworach o średnicy 3 mm i głębokości 5 mm ważyły średnio 0,079 g przy czym wszystkie porcje mieściły się w granicach 0,071 do 0,085 g.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania azydku ołowiawego polegający na zmieszaniu kwaśnego roztworu azotanu ołowiawego z alkalicznym roztworem azydku sodowego w obecności modyfikatora krystalizacji, z n a m i e n n y t y m, że jednocześnie z wymienionymi substratami do środowiska reakcji wprowadza się trójnitrórezorcynian magnezowy w ilości od 2 do 10% wagowych w stosunku do ilości azydku sodowego.