

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 858 816 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
19.08.1998 Patentblatt 1998/34

(51) Int. Cl.⁶: **A62D 3/00**

(21) Anmeldenummer: **97108010.6**

(22) Anmeldetag: **16.05.1997**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH FR IT LI

(30) Priorität: **13.02.1997 CH 309/97**

(71) Anmelder:
**Oerlikon-Contraves Pyrotec AG
8050 Zürich (CH)**

(72) Erfinder: **Daume, Eduard
8805 Richterswil (CH)**

(74) Vertreter:
**Hotz, Klaus, Dipl.-El.-Ing./ETH
c/o OK pat AG,
Patente Marken Lizenzen,
Hinterbergstrasse 36,
Postfach 5254
6330 Cham (CH)**

(54) **Verfahren zur Entsorgung von Explosivstoffen**

(57) Es wird ein Verfahren zum Abbau von Explosivstoffen zu wasserlöslichen Produkten angeboten, die auf thermischem und / oder biochemischem Weg vollstentsorgbar sind, welches durch Zusatz von polaren, aliphatischen, nicht verseifbaren Verbindungen zu einem stark basischen, bevorzugt wässrigen Reaktionsmedium und unter kontrollierter Temperaturführung durch dosierte Zugabe der Explosivstoffe nur sehr kurze Reaktionszeiten benötigt.

EP 0 858 816 A1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum gefahrlosen chemischen Abbau von Explosivstoffen im technischen Massstab zu wasserlöslichen Reaktionsprodukten, die entweder thermisch, biochemisch oder kombiniert biochemisch und thermisch entsorgbar sind.

Unter dem Oberbegriff Explosivstoffe werden in diesem Zusammenhang detonationsfähige Treibstoffe und Sprengstoffe aus der Klasse der Salpetersäureester, wie z.B. Nitrocellulose, Nitramine, wie z.B. Hexogen, Nitroverbindungen, wie z.B. Trinitrotoluol, sowie Gemenge dieser Explosivstoffe verstanden, die mit Delaborierungsoperationen vollständig von den übrigen Teilen der zu entsorgenden Munition getrennt worden sind.

Die Notwendigkeit, Explosivstoffe zu entsorgen, besteht immer dann, wenn keine Lagerkapazität für veraltete Munition mehr vorhanden ist, oder wenn die chemische Stabilität von weniger beständigen Explosivstoffen, wie z.B. Nitrocellulose, in überalterter Munition ein Sicherheitsrisiko darstellt.

Bekannte und früher häufig benutzte Verfahren zur Entsorgung von Explosivstoffen sind der Offenabbrand und das Sprengen. Aus sicherheitstechnischen und/oder ökologischen Gründen sind diese Verfahren nicht mehr erlaubt oder nur noch, im Falle zwingender Gründe, mit zeitlich begrenzten Ausnahmegenehmigungen durchführbar.

Beim Offenabbrand werden die Explosivstoffe in loser, niedriger Aufschüttung, manchmal auch in Abmischungen mit phlegmatisierenden flüssigen oder festen Brennstoffen, wie z.B. Ölen, Lösemitteln oder Sägemehl, auf dafür eingerichteten Brandplätzen offen abgebrannt. Dabei können giftige organische Rückstände in das Grundwasser gelangen. Überdies haben die gasförmigen Reaktionsprodukte eine nach heutiger Auffassung untolerierbare hohe NO_x -Konzentration. Beim Einsatz zu grossen Explosivstoffmengen in zu hoher Aufschüttung besteht Detonationsgefahr. Ausserdem können bei der Benutzung eines Brandplatzes in zu kurzen zeitlichen Abständen die in den festen Rückständen verborgene Glutherde beim Nachschütten von neuem Material zum vorzeitigen Zünden führen. Schwere Unfälle als Folge solcher Vorkommnisse sind bekannt.

Beim Sprengen führt die unter hohem Druck und Temperatur ablaufende Detonation zu gasförmigen Reaktionsprodukten mit tolerierbaren kleinen Anteilen giftiger Reaktionsprodukte wie Kohlenmonoxid und NO_x . Nachteilig indessen ist der grosse Aufwand zur weiträumigen Absperrung des Sprenggeländes, die Lärmbelästigung und die Unfallgefahr.

Das zur Zeit in westlichen Ländern meistbenutzte Entsorgungsverfahren für Explosivstoffe ist der geschlossene Abbrand. Unter diesem Begriff wird das Verbrennen von Explosivstoffen in eigens dafür entwickelten Öfen, die mit einer Entstickungseinrichtung zur

Entfernung von NO_x ausgerüstet sind, verstanden. Die Anlagen erfüllen die gegenwärtigen ökologischen Forderungen. Falls wirtschaftlich gearbeitet werden soll, sind die hohen Investitionskosten und die nicht vollständig zu beseitigende Detonationsgefahr als nachteilig zu beurteilen.

Weitere nach ihrem Prinzip bekannte und teilweise auch vorgeschlagene aber bislang nicht im technischen Massstab angewandte Entsorgungsverfahren für Explosivstoffe sind mehrstufig. In der ersten Stufe werden die Explosivstoffe vorerst chemisch zu ungiftigen, wasserlöslichen Produkten abgebaut

Die weiteren Entsorgungsstufen umfassen die Möglichkeiten des biochemischen Abbaues dieser Produkte oder deren gefahrlose Verbrennung in einer Müllverbrennungsanlage. Der biochemische Abbau kann direkt durch die Verwendung der neutralisierten, wässrigen Lösung als Flüssigdünger oder indirekt über die Bildung von Klärschlamm, der ebenfalls als Dünger verwendbar aber auch verbrennbar ist, erfolgen. Zur Umwandlung in Klärschlamm kann die wässrige Lösung einer Kläranlage mit hinreichender Kapazität zugeführt werden. Vom wirtschaftlichen Gesichtspunkt her ist aber der Direkteinsatz als Flüssigdünger sinnvoll, weil ein mit einfachsten Mitteln herstellbares Wertprodukt vorliegt.

In "ENCYCLOPEDIA OF EXPLOSIVES AND RELATED ITEMS", Picatinny Arsenal, Dover, New Jersey, USA, finden sich in den im Folgenden aufgeführten Bänden Angaben zur Entsorgung von Explosivstoffen mit mehrstufigen Verfahren: In PATR 2700, 1966, Vol 3 (D 30) wird ein Verfahren zum chemischen Abbau von Nitrocellulose beschrieben, bei dem 100 lbs des Explosivstoffes durch portionenweise Zugabe zu einer 70°C heissen, gerührten Lösung aus 50 lbs NaOH und 460 lbs Wasser chemisch abgebaut werden. Im gleichen Kapitel wird auch ein Laborverfahren aufgeführt, bei dem der chemische Abbau mit einer 15%-igen, wässrigen Na_2S -Lösung im Wasserbad durchgeführt wird. Im Kapitel C 26 wird empfohlen, die aus teilweise wasserlöslichen Explosivstoffen, wie Ammonal und Schwarzpulvern, durch wässrige Extraktion gewonnenen anorganischen Nitrate, also Produkte, die auch beim chemischen Abbau der wasserunlöslichen Explosivstoffe entstehen, als Dünger zu verwenden.

In "HAZARDS OF CHEMICAL ROCKETS AND PROPELLANTS", Volume 1, CPIA PUBLICATION 394, September 1984, werden ebenfalls die Möglichkeiten zur Entsorgung behandelter Explosivstoffabfälle durch biologischen Abbau und/oder Verbrennen aufgeführt.

In "Chemie und Technologie der Explosivstoffe", Band 11, Leipzig 1963, T. Urbanski, werden für Nitrocellulose, die mit Natron- oder Kalilauge behandelt wurde, folgende Reaktionsprodukte angegeben: Ammoniak, Stickstoff, Kohlendioxid, Alkalinitrat und -nitrit, Alkalisalze von Ameisen-, Oxal-, Malon-, Hydroxi- und nicht näher identifizierbaren Keto- und Aldehydsäuren und Zucker. Als Hydroxisäuren werden z.B. Apfelsäure und Dihydroxybuttersäure angegeben. Nach diesen Anga-

ben sind die entstandenen wasserlöslichen Feststoffe aufgrund ihrer chemischen Struktur mit den bekannten Verfahren sowohl biochemisch als auch thermisch problemlos entsorgbar, sofern die beim chemischen Abbau im Überschuss eingesetzten Basen mit anorganischen oder organischen Säuren, wie z.B. Phosphor-, Schwefel-, Essig- oder Ameisensäure neutralisiert werden.

Die US PS 4,231,822 schliesslich schützt ein Abbauprodukt durch Reduktion mit teuren organischen Verbindungen, das unwirtschaftlich lange Reaktionszeiten benötigt.

Die beschriebenen Verfahren zum chemischen Abbau von Explosivstoffen, insbesondere von Nitrocellulose, sind entweder für Kleinmengen gedacht oder haben den Charakter von Prinzipversuchen für grundlegende Abklärungen, bei denen die Reaktionsdauer keine Rolle spielt. Sie sind aus folgenden Gründen für eine industrielle Nutzung ungeeignet: Die Explosivstoffe liegen in der Regel als grobe Kristalle oder im Falle polymerer Verbindungen als Granulate vor, die beschriebenen Abbaureaktionen mit Basen und/oder Reduktionsmitteln laufen stark exotherm ab. Bei der Zuführung der Explosivstoffe zur wässrigen Lösung der reaktiven Stoffe ist bei den angegebenen tiefen Temperaturen im Bereich von 70°C der Massenumsatz wegen der kleinen Partikeloberfläche klein. Deshalb tritt anfangs nur ein schwacher Temperaturanstieg auf. Bei der Zugabe zu grosser Explosivstoffmengen kann dies bei Grossansätzen infolge eines Wärmestaus in kurzer Zeit zu einem exponentiellen und damit gefährlichen Temperaturanstieg führen, der auch mit starkem Kühlen nicht mehr kontrollierbar ist. Ein weiterer Nachteil des Verfahrens besteht darin, dass die Reaktion nach dem Umsatz der Hälfte der gesamten Explosivstoffmenge so stark abflaut, dass die Temperatur durch Heizen stetig erhöht werden muss. Dieser Effekt erschwert eine gefahrlose Prozessführung und verlängert zwangsläufig die Reaktionsdauer.

In der **DE 40 36 787 A1** wird ein Verfahren beansprucht, in dem die hydrolytische Spaltung von Explosivstoffen sehr pauschal durch Lauge in Gegenwart von Lösungsvermittlern durchgeführt wird. Unter den Lösungsvermittlern werden unter anderem auch Alkohole genannt, ohne dass ihnen irgendein weiterer vorteilhafter Einfluss auf die Reaktion zuerkannt wird.

Die Aufgabe der Erfindung besteht demnach darin, ein gefahrloses, schnelles und damit wirtschaftliches Verfahren zum Abbau von Explosivstoffen anzugeben, das sich für den industriellen Einsatz eignet und das mit der thermischen und/oder der biologischen Entsorgung der Abbauprodukte gekoppelt werden kann.

Diese Aufgabe wird mit dem Verfahren zum Abbau von Explosivstoffen zu wasserlöslichen, biochemisch oder thermisch entsorgbaren Produkten mit den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst.

Die Aufgabe wird insbesondere gelöst durch ein Verfahren, in dem feste Explosivstoffe

- dosiert einem flüssigen Reaktionsmedium zugeführt werden, das aus der Lösung von mindestens einem anorganischen Reduktionsmittel und/oder mindestens einer starken Base mit einem Zusatz von 10 bis 30 Gew.%, bevorzugt 15 bis 25 Gew.%, eines polaren, aliphatischen, nicht verseifbaren „Lösungsmittels“, bezogen auf die Menge der wässrigen Lösung, besteht,
- darin unter Durchmischung und einer Temperaturführung, die das Reaktionsmedium bevorzugt am Sieden hält, wobei das Lösungsmittel bei konstanter Temperatur unter Rückflusskühlung siedet, in exothermem Abbau in lösliche Verbindungen umgesetzt werden.,
- worauf das Reaktionsmedium wahlweise durch mindestens eine anorganische Säure neutralisiert
- und das Neutralisationsgut mindestens teilweise isoliert wird,
- Nachfolgend kann die vollständige Entsorgung auf thermischem oder biochemischem Wege erfolgen.

Dabei ist das Reaktionsmedium bevorzugt wässrig und weist während der gesamten Abbaureaktion einen pH-Wert von etwa 14 auf.

Die Komponenten Basen, Reduktionsmittel, Wasser und Lösungsmittel bilden im gerührten Zustand bevorzugt eine reaktive Dispersion, in der der Lösungsanteil bis zum Ende der Abbaureaktionen vorteilhafterweise konstant gehalten wird.

Die Reaktions- und Temperaturführung wird durch die kontinuierlich oder diskontinuierlich zudosierte Menge an Explosionsstoff auf die Weise ermöglicht, dass die Reaktionsenthalpie des Explosivstoffs der Verdampfungsenthalpie des siedenden, mittels Rückflusskühlung in den Prozess zurückgeführten Lösungsmittels, beziehungsweise seines Azeotrops, entspricht. Dabei ist eine intensive Durchmischung, bevorzugt durch Rühren, von Vorteil.

Eine Konstante Temperaturführung ist für die Abbaureaktion besonders vorteilhaft, da die Reaktion stark exotherm ist. Ausserdem wird die kühlende Wirkung des siedenden Lösungsmittels, mindestens zeitweise, vorteilhaft durch äussere Kühlung des Reaktionsmediums unterstützt.

Unter dem Begriff Lösungsmittel werden dabei organische Verbindungen verstanden, die polar, aliphatisch und nicht verseifbar sind und die bevorzugt deutlich tiefer siedet, als der wässrige Anteil des reaktiven Mediums, wobei im Gegensatz zur Lehre der **DE 40 36 787 A1** keine lösende Wirkung auf die Explosivstoffe erforderlich ist.

Bevorzugte „Lösungsmittel“ sind Methanol, Ethanol, Propanol und Isopropanol, sowie Ketone wie Aceton, Methylethylketon und Diethylketon.

Ihre Wirkung liegt, neben dem erwähnten regeln Einfluss auf die Temperaturführung im Reaktionsmedium, in einer starken Beschleunigung der Reaktionsgeschwindigkeit des Abbaus der Explosiv-

stoffe, die am Beispiel Nitrocellulose auf das 4- bis 6-Fache steigen kann sowie und in der sehr vorteilhaften Dämpfung der Schaumentwicklung im bevorzugt wässrigen konzentrierten Reaktionsmedium.

Als starke Basen werden bevorzugt die wässrigen Lösungen von NaOH und KOH eingesetzt, wobei deren effektive Konzentration nach Wirtschaftlichkeitsüberlegungen festzusetzen ist. Als besonders bevorzugt werden Natronlauge von mindesten 20 Gew.% und Kalilauge von mindesten 27 Gew.% eingesetzt. Die Konzentrationsobergrenze wird durch die Viskosität der wässrigen Lösungen und die Löslichkeitsparameter der zugesetzten Lösungsmittel bestimmt und liegt um etwa 40 Gew.%.

Für das bereits erwähnte Beispiel Nitrocellulose hat sich für den vollständigen Abbau ein Erfahrungswert von 0,75 kg NaOH pro kg Nitrocellulose als vorteilhaft erwiesen.

Die Konzentration der gegebenenfalls mitverwendeten anorganischen Reduktionsmittel, die bevorzugt NaHS und Na₂S sind, liegt je nach Basenkonzentration zwischen 5 und 30 Gew.%.

Die Neutralisation des stark alkalischen Reaktionsmediums, das im gerührten Zustand bevorzugt als Dispersion vorliegt, die aus Wasser, Abbauprodukten, überschüssigen Basen und Reduktionsmitteln sowie Lösungsmittel besteht, wobei diese Komponenten in gelöster Form in unterschiedlichen Verhältnissen auf die Dispersionsphasen verteilt sind, wird vorteilhaft auf die Entsorgung der vollständig abgebauten Explosivstoffe abgestimmt. Für Lösungen, die auf biologischem Weg in Kläranlagen abgebaut werden sollen, ist in der Regel keine Neutralisation erforderlich.

Für die Verwendung als Dünger wird bevorzugt mit Phosphorsäure neutralisiert.

Daneben sind Salpetersäure und Schwefelsäure bevorzugt. Selbstverständlich sind, je nach Verwendung des sogenannten „Neutralisationsgutes“, auch andere anorganische oder organische Säuren verwendbar.

Als weiterer Schritt im erfindungsgemässen Verfahren ist ein, ebenfalls je nach Weiterverwendung, mindestens teilweises Isolieren des „Neutralisationsgutes“ vorteilhaft. Besonders vorteilhaft ist das mindestens teilweise Abdestillieren des Lösungsmittels, das auf diese Weise wiederverwendet werden kann, während es zum Beispiel bei der Verwendung als Düngemittel oder in der thermischen Entsorgung durch Verbrennen sogar stört.

Für die biologische Entsorgung mit Weiterverwendung des „Neutralisationsgutes“ als Dünger ist es von Vorteil, durch Zugabe oder Ergänzung von ausgewählten Pflanzennährstoffen das entsprechende Anforderungsprofil, das speziell für den Gehalt an Stickstoff, Phosphor und Kalium als NPK-Wert definiert wird, zu erfüllen.

Das erfindungsgemäse Verfahren ist somit besonders vorteilhaft und kostengünstig, da

- das Reaktionsmedium durch die Lösungswärme der Alkalihydroxyde weitgehend auf die Reaktionstemperatur aufgeheizt wird,
- der Abbau der Explosivstoffe ohne Zufuhr von Fremdenergie bei der Siedetemperatur des Lösungsmittels oder dessen Azeotrops, abläuft,
- die Abbaureaktion durch das am Rückfluss siedende Lösungsmittel und die dadurch konstante Reaktionstemperatur, die bevorzugt deutlich unter dem Siedepunkt des Wassers liegt, ohne weitere Sicherheitsvorkehrungen unfallsicher gestaltet werden kann,
- durch Verwendung kostengünstiger Lösungsmittel der Zeitbedarf für die Umsetzung drastisch gesenkt wird,
- durch die Verwendung der Abbauprodukte als Düngemittel Anteile der Kosten rückgeführt werden können.

Die ganz besonderen Vorteile liegen im gefahrlosen und umweltfreundlichen Ablauf des Verfahrens und seinen nicht-toxischen Endprodukten.

In den folgenden beiden Beispielen werden die Vorteile der Erfindung näher erläutert:

Beispiel 1 (Vergleichsbeispiel)

Nicht erfindungsgemässes Verfahren, ohne Zusatz eines sogenannten „Lösungsmittels“, zum Vergleich.

In einem wandbeheizten Reaktor wurden zu 15.6 kg NaOH-Lösung mit einer Konzentration von 35 %, eingestellt auf eine isotherme Temperatur von 90 ± 2°C, im Verlauf von 195 Minuten unter Rühren 7.30 kg "Nitrocellulose" portionenweise mit steigenden Dosiermengen zugeführt. Unter diesen Bedingung bewegte sich die Temperatur des Reaktorinhaltes in einem Bereich von 88 bis 108°C mit einer Standardabweichung von 5°C um einen Mittelwert von 101°C. Nach dem Abflauen der Reaktion, erkennbar am Temperaturabfall nach dem Zugabeende, wurde die Temperatur des Heizkreislaufes von 97 auf 103°C angehoben. Nach 150 Minuten waren fast alle noch verbliebenen Explosivstoffpartikel umgesetzt. Während dieser Phase sank die Temperatur des Kesselinhaltes von 100 auf 97°C.

Die wichtigsten Verfahrensdaten sind:

- "Nitrocellulose": Treibladungspulver für Artilleriemunition in der Form von Streifen mit den Abmessung 495x11x1 mm, auf eine Länge von 60 mm gebrochen.
- Eingesetzte spezifische Menge NaOH fest: 0.75 kg/kg "Nitrocellulose".
- Aspekt und Eigenschaften der Reaktionslösung: Niederviskos, dunkel, pH 14.
- Umsatz, ermittelt durch Dekantieren der Reaktionslösung und Isolieren der zurückgebliebenen Partikel: 99.8 %.
- Reaktionsdauer: 5.8 Stunden.

Beispiel 2

(Erfindungsgemässes Verfahren)

In einem 500 cm³ Sulphierkolben mit Rückflus-
skühler wurden 174 g Wasser und 37.4 g Ethanol vor-
gelegt. Nach der Zugabe von 74.7 g NaOH fest
innerhalb von 5 Minuten unter Rühren stieg die Tempe-
ratur der Lösung als Folge der Lösungsenthalpie auf
den Höchstwert von 71°C. Bei dieser Temperatur
gagann die portionenweise Zugabe von 100 g "Nitrocel-
lulose". Nach 10 Minuten trat bei einer Temperatur des
Reaktionsmediums von 77°C Sieden auf. Die Zugabe
der gesamten "Nitrocellulose"-Menge erfolgte bei stän-
digem Sieden des Reaktionsmediums innerhalb von 34
Minuten. Die Höchsttemperatur von 80°C war nach 35
Minuten erreicht. Nach insgesamt 54 Minuten fiel die
Temperatur ohne äussere Abkühlung auf 70°C.
Dabei sind die wichtigsten Verfahrensdaten:

- "Nitrocellulose": Treibladungspulver für Artillerie-
munition in der Form von Streifen mit den Abmes-
sungen 495x11x1 mm, auf eine Länge von 20 mm
gebrochen.
- Eingesetzte spezifische Menge NaOH fest: 0.75
kg/kg "Nitrocellulose".
- Aspekt und Eigenschaften des Reaktionsmediums:
Niederviskos, dunkel, pH 14.
- Umsatz, ermittelt durch Dekantieren der Reaktions-
lösung und Isolieren der zurückgebliebenen Partikel:
> 99.9 %.
- Reaktionsdauer: 0.90 Stunden.

Beispiel 3

(Erfindungsgemässes Verfahren)

In der gleichen Versuchsanordnung wie in Beispiel
2 wurden 37,4g 1-Propanol anstelle von Ethanol vorge-
legt. Nach Zugabe von 74,7g NaOH fest innerhalb von 4
Minuten unter Rühren stieg die Temperatur der Lösung
auf den Höchstwert von 75°C. Bei dieser Temperatur
begann die portionenweise Zugabe von der „Nitrocellu-
lose“. Bereits nach 5 Minuten trat bei einer Temperatur
von 88,5°C starkes Sieden auf. Die Gesamtmenge von
100g „Nitrocellulose“ wurde bei ständigem Sieden des
Reaktionsmediums innerhalb von 33 Minuten zugege-
ben. Die Höchsttemperatur der Abbaureaktion blieb bei
etwa 88°C. Nach insgesamt 60 Minuten fiel die Tempe-
ratur ohne äussere Abkühlung auf 70 °C.
Die wichtigsten Versuchsdaten sind:

- „Nitrocellulose“: Treibladungspulver für Mittelkali-
bermunition in Form zylindrischer Granulate mit
einer mittleren Masse von 0.063g/Partikel.
- Eingesetzte spezifische Menge NaOH fest: 0.75
kg/kg „Nitrocellulose“.
- Aspekt und Eigenschaften des Reaktionsmediums:

Niederviskos, dunkel, pH 14, Phasentrennung.

- Umsatz, ermittelt durch Dekantieren des Reakti-
onsmediums und Isolieren der zurückgebliebenen
Partikel: 99,1%.
- Reaktionsdauer: 1.0 Stunden.

Beispiel 4

(Erfindungsgemässes Verfahren)

In der gleichen Versuchsanordnung wie in Beispiel
2 wurden 37,4g Aceton anstelle von Ethanol vorgelegt.
Nach Zugabe von 74,7g NaOH fest innerhalb von 10
Minuten unter Rühren stieg die Temperatur der Lösung
auf den Höchstwert von 58°C bei starkem Sieden. Nach
Temperaturabfall auf 56°C begann die portionenweise
Zugabe der „Nitrocellulose“.
Nach 6 Minuten trat bei 57°C erneut Sieden auf. Die
Zugabe der Gesamtmenge von 100g „Nitrocellulose“
erfolgte unter ständigem Rühren innerhalb von 27 Minu-
ten. Die Höchsttemperatur der Abbaureaktion von 61°C
war nach 43 Minuten erreicht und nach insgesamt 71
Minuten fiel die Temperatur ohne äussere Abkühlung
auf 53°C..

Die wichtigsten Verfahrensdaten sind:

- „Nitrocellulose“: Treibladungspulver für Mittelkali-
bermunition in der Form zylindrischer Granulate mit
einer mittleren Masse von 0.063g/Partikel.
- Eingesetzte spezifische Menge NaOH fest: 0.75
kg/kg „Nitrocellulose“.
- Aspekt und Eigenschaften des Reaktionsmediums:
Niederviskos, dunkel, pH 14, Phasentrennung.
- Umsatz: ermittelt durch Dekantieren und Isolieren
der zurückgebliebenen Partikel:
- 98,7%.
- Reaktionsdauer: 1.2 Stunden.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abbau von Explosivstoffen zu was-
serlöslichen, biochemisch oder thermisch entsorg-
baren Produkten mit den Schritten:
 - a. Zugabe von festem Explosivstoff zu einem
flüssigen Reaktionsmedium, welches minde-
stens ein anorganisches Reduktionsmittel
und/oder mindestens eine starke Base enthält,
 - b. exothermer Abbau des Explosivstoffes unter
Durchmischung und Temperaturführung zu lös-
lichen Verbindungen,
 - c. wahlweises Neutralisieren des Reaktions-
mediums durch Zugabe von mindestens einer
anorganischen Säure,
 - d. mindestens teilweises Isolieren des „Neutra-

lisationsgutes“ und

e. Entsorgung des „Neutralisationsgutes“,

dadurch gekennzeichnet, dass

das Reaktionsmedium wässrig ist und zusätzlich 10 bis 30 Gew.% eines polaren, aliphatischen, nicht verseifbaren Lösungsmittels enthält, dessen Verdampfungsenthalpie mit der Reaktionsenthalpie des Explosionsstoffs durch die Dosiergeschwindigkeit, mit der der Explosivstoff dem Reaktionsmedium zugegeben wird, im Gleichgewicht gehalten und die Abbaureaktion dadurch bei konstanter Temperatur durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Abbau im siedenden Reaktionsmedium unter Rückfluss des Lösungsmittels oder dessen Azeotrops durchgeführt wird. 5
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Reaktionsmedium während des Abbaus einen pH-Wert von etwa 14 hat. 10
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittel eine tiefer als der wässrige Anteil des Reaktionsmediums siedende Verbindung ist, ausgewählt aus der Gruppe Methanol, Ethanol, Propanol, i-Propanol, Aceton, Methyläthylketon und Diethylketon. 15
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die starke Base ausgewählt ist aus der Gruppe NaOH und KOH. 20
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Reduktionsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe Na_2S und NaHS. 25
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Säuren ausgewählt sind aus der Gruppe Schwefelsäure, Phosphorsäure und Salpetersäure. 30
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** zur Temperaturführung das Reaktionsmedium mindestens zeitweise gekühlt wird. 35

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Durchmischung des Reaktionsmediums durch Rühren erfolgt. 40

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** zum mindestens teilweisen Isolieren des Neutralisationsgutes das tiefsiedende Lösungsmittel mindestens teilweise abdestilliert wird. 45

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Entsorgen auf thermischem Weg durch Verbrennen oder auf biologischem Weg über Klärprozesse oder als Düngemittel erfolgt. 50

12. Verfahren nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Entsorgung als Düngemittel nach Zusatz von ergänzenden Pflanzennährstoffen erfolgt. 55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 97 10 8010

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	DE 40 36 787 A (DORNIER GMBH) 21.Mai 1992 * Ansprüche * ---	1-3,5, 7-12	A62D3/00
A	DE 41 15 435 C (BC BERLIN CONSULT GMBH) 6.August 1992 ---		
A	US 4 229 182 A (FROSCHE ROBERT A ADMINISTRATOR ET AL) 21.Oktober 1980 ---		
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 124, no. 24, 10.Juni 1996 Columbus, Ohio, US; abstract no. 324452, SIDHOUM, MOHAMMED ET AL: "Enhanced alkaline hydrolysis and biodegradability studies of nitrocellulose -bearing missile propellant" XP002028947 * Zusammenfassung * & NASA CONF. PUBL. (1995), 3298(AEROSPACE ENVIRONMENTAL TECHNOLOGY CONFERENCE, 1994), 87-98 CODEN: NACPDJ;ISSN: 0191-7811, 1995, ---	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
			A62D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
DEN HAAG	20.Mai 1998	Dalkafouki, A	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 97 10 8010

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 105, no. 10, 8. September 1986 Columbus, Ohio, US; abstract no. 81161, EMRI, JOZSEF, MRS. ET AL: "Decomposition of explosive materials arising during the purification of 1,5-bis(5-nitro-2-furyl)-1,4-pentadien-3-one, a fodder additive intermediate." XP002028948 * Zusammenfassung * & HU 34 451 A (BIOGAL GYOGYSZERGYAR, HUNG.)	1	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 93, no. 21, 24. November 1980 Columbus, Ohio, US; abstract no. 203970, SAVITSKAYA, L. M. ET AL: "Retardation of explosive decomposition of acetylene by alcohols and aldehydes" XP002028949 * Zusammenfassung * & TR. BURYAT. INST. ESTESTV. NAUK, BURYAT. FIL., SIB. OTD., AKAD. NAUK SSSR (1977), 14, 326-30 CODEN: TBBFAY; ISSN: 0525-2296, 1977,	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
DEN HAAG	20. Mai 1998	Dalkafouki, A	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)