[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 61468

C (45) Patentti myönnetty 10 03 1982
Patent meddelat

(51) Kv.lk.³/Int.Cl.³ C 06 B 21/00 // C 06 B 31/28

SUOMI—FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus — Patentansökning 762617
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 13.09.76
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag 13.09.76
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig 20.03.77
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 30.04.82
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet 19.09.75
14.06.76, 16.08.76 Norja-Norge(NO) 753212, 762043, 762824

(71) Dyno Industrier A.S, Tollbugaten 22, Oslo 1, Norja-Norge(NO)
(72) Oddvar Alm, Drammen, Eirik Samuelsen, Lierbyen, Norja-Norge(NO)
(74) Berggren Oy Ab

(54) Menetelmä hiukkasmuotoisen räjähdeseoksen valmistamiseksi -
Förfarande för framställning av en partikelformig sprängämneskomposition

Keksintö koskee hiukkasmuotoisia räjähdeseoksia, joissa ammoniumnitraattia ja kalsiumnitraattia käytetään happea luovuttavina ainesosina. Erityisesti keksintö koskee räjähteitä, joiden herkkyyttä on suurennettu tietyllä nitraattiainesosien käsittelyllä. Tällöin räjähteille sopiva, aikaansaatu nalliherkkyys ja pieni kriittinen läpimitta riippuu pääasiassa siitä fysikaalisesta tilasta mihin käsittely jättää seoksen, ja on käytännöllisesti katsoen riippumaton sen kemiallisesta koostumuksesta.

Yleisesti hiukkasmaiset räjähdeseokset eli ruutiräjähteet käsittävät huomattavia määriä ammoniumnitraattia (seuraavassa lyhennetty AN). Lisäksi muitakin nitraatteja, ensisijassa natrium- ja kalsiumnitraattia (jälkimmäinen seuraavassa lyhennettynä CN) ehdotetaan käytettäviksi ja käytetään hapen luovuttajana. Näiden (maa)-alkalimetallinitraattien lisäämisen syynä on pääasiassa ollut niiden suurempi happipitoisuus, joka sallii räjähteessä suuremman osuuden happea kuluttavia ainesosia.

Näiden happea kuluttavien ainesosien lajia ja määrää on pidetty ratkaisevana joukolle räjähteen ominaisuuksia, varsinkin niille, jotka liittyvät herkkyyteen. Herkkyyden parametrejä ovat mm. minimisytytyspanos eli minimikiihdytin, ja kriittinen läpimitta.

Verraten herkkien ruutiräjähteiden alueella on käytetty ainesosana typpihapon glyseroli- ja etyleeniglykoliestereitä, joista seuraavassa käytetään lyhennettä NG, nalliherkkyyden ja alle 2,5 cm:n kriittisten läpimittojen varmistamiseksi. NG:n käytöstä aiheutuu kuitenkin eräitä turvallisuusongelmia ja eräitä fysiologisiakin vaikutuksia räjähteen valmistuksen ja käytön aikana. Vähimmin herkkien hiukkasräjähdeseosten joukossa AN:n ja polttoöljyjen seos, nk. ANPÖ on todettu käytännöllisesti katsoen vapaaksi huonoista ominaisuuksista, mutta niiden minimisytytyspanos ja kriittinen läpimitta ovat varsin suuret.

Muita ruutiräjähteissä käytettyjä happea kuluttavia komponentteja ovat nitratut aromaattiset hiilivedyt, ensisijassa di- ja tri-nitrotolueenit. Niiden käyttöön perustuvien ruutiräjähteiden herkkyys ei yleensä ole ollut sillä tasolla mikä saavutetaan käyttämällä NG. Hiukkasmaiset happipitoiset komponentit eli polttoaineet, kuten puujauho, rikki, bitumiaineet, pii ja alumiini, ovat osoittaneet vähän tai ei mitään vaikutusta hiukkasmaisten räjähdysseosten herkkyyteen.

Happea kuluttavien komponenttien lajin ja määrän lisäksi ainoa muu tunnettu keino herkkyyden suurentamiseksi näyttää olevan nitraattien hiukkaskoon pienentäminen. Pitkälle pienennetty AN antaa ANPÖ:lle nalliherkkyyttä ja saattaa sen räjähdyksen etenemään pienissäkin porausrei'issä. Nämä vaikutukset ovat kuitenkin olleet vaikeita toistaa, niin että niillä on ollut vähän tai ei mitään käytännön merkitystä. Lisäksi hienojakoinen AN on yleensä vaikeata käsitellä sen huomattavan paakkuuntumistaipumuksen johdosta.

Nyt on todettu, että tietyt AN:n ja CN:n seokset, joille on suoritettu tietty lämpökäsittely, antavat nalliherkkyyttä niistä valmistetuille ruutiräjähteille. Näin aikaansaatu herkkyys on yhtä suuri tai suurempi kuin se, mihin päästään jauhamalla nitraatit hienoiksi, ja verrattavissa siihen mikä saavutetaan käyttämällä NG.

Niinpä esillä olevan keksinnön tarkoituksena on saada aikaan menetelmä nalliherkkien hiukkasmaisten räjähdeseosten valmistamiseksi käyt-

tämättä NG tai muita suurherkkiä komponentteja. Edelleen keksinnön rarkoituksena on saavuttaa tämä päämäärä pienentämättä pitkälle nitraattikomponentteja ja valmistaa räjähde vapaasti juoksevaksi hiukkasmaiseksi aineeksi. Lopuksi, tarkoituksena on myös, niin kuin jäljempänä selviää, tehdä mahdolliseksi räjähteen valmistus verraten pienessä jatkuvatoimisessa ja kauko-ohjatussa laitteistossa, saavuttaen se turvallisuusetu mikä tähän liittyy.

Tämä parannettu menetelmä käsittää olennaisesti sen, että muodostetaan yhtä tai useampaa niistä AN:n ja CN:n kaksoissuoloista, joissa näiden komponenttien moolisuhde on (mainitussa järjestyksessä) joko 1:1 tai 2:1. Mainittujen kaksoissuolojen seokset lisä-AN:n kanssa ovat periaatteessa kyseessä olevan räjähdeseoksen happea luovuttavina komponentteina. Mainitut kaksoissuolat muodostetaan lämmittämällä AN:n ja CN:n seos yhdessä tiettyjen vesimäärien kanssa, vähintään 35°C lämpötilaan. Prosessissa käytettävä CN voi olla vedetöntä tai sisältää tietyn määrän kidevettä.

Mieluummin kuitenkin käytetään kaupallista CN-laatua, johon sisältyy myös pieniä määriä AN, edellyttäen,että sen koostumus ei ole kaukana yhdisteen 5 $Ca(NO_3)_2 \cdot NH_4NO_3 \cdot 10\,H_2O$ koostumuksesta, josta lisää jäljempänä.

Räjähdeseokset, joissa on AN, CN ynnä vettä yhdessä jonkinlaisten polttoaineiden kanssa tämän keksinnön ensisijaisissa sekoitussuhteissa, eivät ole sinänsä tuntemattomia. Ne aineet, joita patenttikirjallisuudessa ynnä muualla on selitetty koostumukseltaan tämänkaltaisina räjähteinä, ovat kuitenkin nk. "sulateräjähteitä" tai niitä, jotka yleisesti tunnetaan lieteräjähteinä. Näille räjähteille on yhteistä, päinvastoin kuin tämän keksinnön mukaisilla hiukkasmaisilla seoksilla, pääasiassa niiden fysikaalinen ulkonäkö ja niiden käyttötapa, so. kaataminen tai pumppaaminen enemmän tai vähemmän lämpimänä porausreikiin tai esivalmistettuihin patruunoihin. Toiseksi ja tärkeämmin ne eroavat tämän keksinnön mukaisista hiukkasseoksista selvästi alemman herkkyytensä puolesta, mikä käy ilmi siitä,että niiden sytyttämiseen suositellaan useiden satojen grammojen sytytyspanoksia ja että niiden ilmoitetut kriittiset läpimitat ovat noin 10 cm.

Eräs esillä olevan keksinnön mukaisen nalliherkän, hiukkasmaisen räjähdeseoksen valmistuksen olennainen piirre on AN:n ja CN:n seok-

sen, joka, kuten edellä on mainittu, on lämmitetty vähintään 35°C:een, jäähdyttäminen ylläpitäen koko ajan mekaanista liikettä.

Lämmitysjakson aikana nitraattikomponenttihiukkaset reagoivat, muodostaen jonkin verran nestettä, joka ainakin saattaa ne takertumaan toisiinsa ja mahdollisesti voi saattaa ne täysin häviämään, niin kuin jäljempänä tarkemmin selitetään. Seuraavan jäähdytysjakson aikana, jonka päättymistä ennen happea kuluttavat komponentit lisätään, ylläpidetty mekaaninen liike muuntaa kostean eli tahmean aineksen vapaasti virtaavaksi, näennäisesti kuivaksi hiukkasmaiseksi aineeksi.

Näin valmistetun räjähdeseoksen hiukkaskoko riippuu vähemmän nitraattikomponenttien hiukkaskoosta ennen käsittelyä,mutta enemmän olosuhteista jäähdytysjakson aikana.

Erääksi ehdoksi entistä herkemmän räjähdysseoksen aikaansaamiselle käyttämällä tällaista nitraattikomponenttien lämmitysmenettelyä on todettu se, että räjähteen happea kuluttavat komponentit käsittävät yhtä polttoainetta, joka on ainakin osaksi nestemäinen siinä lämpötilassa, johon nitraatit lämmitetään, so. 35°C tai yli.

On todennäköistä, että se herkkyyden suureneminen, joka havaitaan esilläolevan keksinnön mukaisissa räjähteissä, on läheisessä yhteydessä järjestelmän AN/CN/vesi ainutlaatuisiin ominaisuuksiin. Esillä olevan keksinnön kannalta tärkeät ominaisuudet on kuvattu diagrammoissa 1-6. Näistä diagrammoista ilmenee selvästi keksinnön alue, samoin kuin jäljempänä esitettävien esimerkkien vaihtoehtojen rajat. Se, mitä näistä diagrammoista selviää, enemmän tai vähemmän selittää niitä havaintoja, jotka muodostavat esillä olevan keksinnön, mutta kokeellisesti saatuja havaintoja ei tietenkään millään lailla voitu ennakoida näiden diagrammojen perusteella. Olkootpa seuraavassa annettavat selitykset oikein tai väärin tai jollakin tavoin epätäydellisiä, se ei kuitenkaan millään tavoin vaikuta esillä olevan hakemuksen pätevyyteen eikä sen perusteella mahdollisesti saataviin patenttioikeuksiin.

Diagrammat, joiden lineaarit koordinaatit ovat paino-%:na, koskevat kaikkia AN:n ja CN:n seoksia 0 ja 100 % väliltä ja vesipitoisuuksia 0 ja 40 %:n väliltä. Vedetöntä AN ja CN edustavat aliset vasen ja

oikea nurkka ja merkinnät A ja vastaavasti B, kun taas pelkkää vettä edustaa täydellisen kolmion esittämätön huippu ja merkintä C.

Tässä järjestelmässä esiintyy vedettömien puhtaiden aineiden lisäksi yhteensä kahdeksan erilaista kiteistä yhdistettä joista jotkin ovat vedettömiä ja jotkin sisältävät kidevettä. Niiden joukossa on 5 AN:n ja CN:n kaksoissuolaa, kaksi vedetöntä ja kolme kidevettä sisältävää. Kaikki nämä kiteiset yhdisteet on merkitty omiin kohtiinsa diagrammoissa pienillä kolmioilla, ja niiden vastaavat koostumukset on ilmaistu niiden komponentteja tarkoittavilla lyhenteillä A, B ja C.

Eri lämpötilavälit ja sen nesteen, jonka kanssa yhdisteet voivat olla tasapainossa, eri koostumusalueet on merkitty oikeaan yhteyteen kunkin yhdisteen kanssa. Näiden erilaisten kiteisten yhdisteiden lisäksi AN:n tiedetään itsekin esiintyvän useina kidemuotoina, joista yksi on stabiili 32°C alapuolella ja yleisesti tunnettu nimellä Form IV, ja toinen on stabiili 32°C ja 84°C välillä ja yleisesti tunnettu nimellä Form III. Vesipitoista AN:ia ei tunneta, mutta CN:sta on olemassa kolme kiteistä muotoa, joissa on 2, 3 ja vastaavasti 4 kidevesimolekyyliä. Kahdella ensiksi mainitulla on hyvin pienet olemassaoloalueet eikä niillä ole merkitystä esillä olevalle keksinnölle.

AN:n ja CN:n viidestä kaksoissuolasta kaksi on vedetöntä ja esiintyy diagrammojen perusviivalla, kun taas muissa kolmessa on määrätty lukumäärä sidottuja vesimolekyylejä.

Erityisen tärkeä on se seikka, että kaksi näistä yhdisteistä, nimittäin ABC_2 ja A_2B ovat metastabiileja,kun taas AB_5C_{10} on stabiili eräissä olosuhteissa ja metastabiili toisissa.

Yleensä, jos saadaan aikaan olosuhteet, joissa jokin metastabiiliyhdiste voi esiintyä, tämä yhdiste myös usein muodostuu, vastaavan nestefaasin kanssaan tasapainossa. Yhdistelmä voi kuitenkin sitten milloin tahansa spontaanisti vaihtua stabiiliin tilaan, siten että muodostuu erilainen kiinteä yhdiste ja erilainen (tai ei lainkaan) sen kanssa tasapainossa oleva neste. Kun stabiili muoto kerran on muodostunut, metastabiili muoto ei enää palaudu.

Niin kuin diagrammasta 1 näkyy, 20°C:ssa yhdisteet A, ABC_3 ja BC_4 ovat stabiileja, ja ovat tasapainossa koostumukseltaan kaarien ax,

xz ja vast. zb ilmaisemien liuosten kanssa. Lisäksi yhdisteet ABC_2 ja AB_5C_{10} ovat tällöin metastabiileina kosketuksessa kaarien x'y' ja vastaavasti y'z' edustamien liuosten kanssa, kun taas A:n ja BC_4:n likviduskäyrät tällöin ulottuvat välille x-x' ja vastaavasti z-z'.

Tästä diagrammasta voidaan nyt lukea, että kaikki viivojen A/x/AB_3/z/BC_4 alapuolella olevat koostumukset koostuvat pelkästään kiinteistä komponenteista, edellyttäen että yhdiste AB_3 on olemassa. Jos näin ei ole, sektoreissa Axx' ABC_2x'y', AB_5C_{10}y'z' ja BC_4z'z olevat seokset koostuvat kiintoaineesta, jota edustaa sektorin kärki, ja nesteestä, jota edustaa sektorin kaari. Tämä tietää sitä,että viivan A/BC_2 alapuolella olevat seokset ovat kaikki joka tapauksessa kiintoainetta ja että kolmion A/ABC_2/ABC_3 sisässä olevat seokset myös ovat kiintoainetta edellyttäen, että yhdiste ABC_3 on olemassa. Sitä, mistä kiteisestä lajista näillä alueilla oleva seos koostuu, eivät kuitenkaan määrää nämä tilaolosuhteet, vaan se riippuu siitä miten tämä seos on syntynyt.

Esimerkiksi seos, jota edustaa piste T, voidaan ajatella koostuvaksi itse asiassa yhdisteistä BC_2 ja AB, ja yhtä hyvin koostuvaksi pääasiassa yhdisteistä AB_5C_{10} ja B. Itse asiassa yhdistelmä T voi edustaa kaupallista CN-laatua, jolla on erityinen mielenkiinto tämän keksinnön kannalta, ja, valmistustapansa johdosta sen voidaan olettaa koostuvan pääasiassa yhdisteestä AB_5C_{10}.

Mitä tahansa tämän aineen ja puhtaan, vedettömän AN:n seosta edustaa tällöin viiva, joka yhdistää A:n ja T:n. Koska nestefaasia ei muodostu spontaanisti, seos säilyttää melkoisen ajan sen ominaisuutensa, että se on ainesosien A ja T kuiva seos.

Esimerkin vuoksi A:n ja T:n seos, jota edustaa piste M, valitaan nyt tarkasteltavaksi sen seuraamiseksi, mitä tapahtuu sellaisen lämpökäsittelyn aikana, joka on esillä olevalle keksinnölle olennainen.

30°C:ssa järjestelmän likviduskäyrät siirtyvät jonkin verran diagramman perusviivaa kohti niin kuin diagrammasta 2 näkyy. Yhdisteellä AB_5C_{10} on oma likviduskäyränsä, nimittäin yz, ja se on saavuttanut todellisen stabiliteetin. Silti viiva AT on kokonaan pelkkien kiinteiden lajien alueella ja niin ollen seokselle M ei tapahdu mitään. Lämpötilavälillä 35-40°C järjestelmä muuttuu periaatteelli-

sella tavalla, koska yhdiste ABC_3 ei enää voi olla sen stabiili komponentti. Sen sijaan vedetön AB voi syntyä. Niin kuin diagrammasta 3 näkyy, 40°C:ssa yhdiste AB on tasapainossa koostumukseltaan kaarta xy vastaavien liuosten kanssa. Jos yhdistettä AB todella syntyy joistakin ainesosahiukkasista, jonkin verran sitoutunutta kidevettä vapautuu, muodostaen nesteen, jonka koostumus on x. Näin ollen seos M on alkanut muuttua kiinteiden hiukkasten seoksesta nesteen x ja kiinteiden aineiden, joiden muodollinen koostumus on S, kosteaksi seokseksi, so. AB:n ja A:n seokseksi.

Muutoksen päätökseen saattamiseen saattaa kuitenkin kulua melkoinen ajanjakso ja se on vaikea saada käynnistymään. Niinpä jopa 40°C:ssa ja jonkin verran sen yläpuolellakin seoksella voi vielä olla se ominaisuus, että se on A:n ja T:n seos. Muutos voidaan kuitenkin käynnistää joko siementämällä seos AB-kiteillä tai lisäämällä pieni määrä vettä.

Lämpötilavälillä 45-50°C järjestelmässä tapahtuu periaatteessa toinenkin muutos, sikäli että yhdiste ABC_2 ei enää ole lainkaan stabiili, kun taas vedetön yhdiste A_2B voi muuttua metastabiiliksi.

Tilannetta 50°C:ssa esittää diagramma 4, joka osoittaa, että jos AB ei ole muodostunut, seos M muuttuu yhdisteeksi A_2B yhdessä nesteen kanssa, jonka koostumus on l'. Jos nyt yhdistettä AB alkaa muodostua, yhdistelmä muuttuu edelleen kohti tilannetta, jossa se koostuu kiintohiukkasista s (todennäköisimmin AB:n ja A_2B:n seos) joka on tasapainossa nesteen x kanssa.

Yläpuolella 50°C:n ei systeemissä esiinny enempiä perustavaa laatua olevia muutoksia, jotka olisivat tärkeitä esillä olevan keksinnön kannalta, mutta likviduskäyrät siirtyvät tasaisesti edelleen diagrammojen vedettömämpiä alueita kohti. Niinpä 70°C:ssa tilanne on se, mikä on esitetty diagrammassa 5, josta näkyy, että seos M joko on muuttunut stabiiliksi yhdisteeksi AB ja nesteeksi l, tai metastabiiliksi yhdisteeksi A_2B ja nesteeksi l'. Diagrammasta näkyy myös, että metastabiilissa tapauksessa likviduskäyrä on yleisesti lähempänä kokonaisseoksen pistettä M siinä tapauksessa, että stabiili kiintoaine on muodostunut. Tämä tietää sitä, että nestettä muodostuu suhteellisesti enemmän metastabiilin yhdisteen syntyessä kuin stabiilin yhdisteen syntyessä.

80°C:ssa seos M muuttuu käytännöllisesti katsoen kokonaan nesteeksi, edellyttäen että stabiilia AB ei muodostu, mutta jos sitä muodostuu, seoksesta tulee neste, johon on suspendoituna jonkin verran kiintohiukkasia.

Suunnilleen sama kuin edellä on selitetty, tapahtuu mille tahansa seokselle, jonka koostumus on diagramman 1 kolmion $A/ABC_3/AB$ sisässä. Jos A on seoksessa vallalla, 35°C:n tai 50°C:n yläpuolella muodostuneet nestefaasit tulevat useimmiten olemaan muuttumattomia yhdistelmiä x' tai x, seoksen M yhteydessä esiintyneiden likviduspisteiden 1' ja 1 sijasta.

Kun lämmitetty seos, jonka koostumus on kolmion $A/ABC_3/AB$ sisässä, jälleen jäähdytetään, nestefaasin määrä taas pienenee. Jos sitten 45°C:ssa tai alempana muodostuu metastabiili ABC_3, koko seoksesta tulee lopulta kiintohiukkasseos. Jos taas ABC_2 ei muodostu, ennemmin tai myöhemmin muodostuu ABC_3, kun lämpötila alennetaan alle 35°C. Tämä saattaa myös seoksen täydellisesti kiinteytymään. Huomattava on, että jos seos alunperin on käsittänyt kiteisiä yhdisteitä diagramman äärimmäisestä oikeasta osasta, so. AB_5C_{10}:tä tai AN-vapaita lajeja, näitä yhdisteitä ei koskaan enää esiinny lämpökäsittelyn jälkeen.

Hyvin tärkeätä on myös se, että AN:n ja yhden tai useamman kaksoissuoloista A_2B, AB, ABC_2 ja ABC_3 seoksessa ylijäähtyminen on usein esiintyvä ilmiö. Tämä tietää sitä, että jonkin yhdisteistä muuttuminen toiseksi, jolloin samalla yhdisteiden kanssa tasapainossa olevat nestefaasit muuttuvat, voi ottaa melkoisesti aikaa. Niinpä jopa 35°C alapuolella, jossa nestefaasien pitäisi lakata olemasta, aine voi olla kosteata tai tahmeaa, mikä osoittaa, että uudelleen kiteytymiset ja faasisiirtymät eivät ole tapahtuneet loppuun saakka. Mainittujen kaksoissuolojen välisten faasisiirtymien lisäksi AN III:n muuttumisen AN IV:ksi 32°C:ssa on myös tapahduttava, mitä todennäköisesti helpottaa nestefaasin läsnäolo.

Esillä oleva keksintö perustuu siihen havaintoon, että AN:n ja CN:n seokset lämmitettynä vähintään 35°C:een ja mieluummin 50°C:een edellä mainituiksi kaksoissuoloiksi muuttumisen aikaansaamiseksi, ja sen jälkeen jäähdytettyinä ylläpitäen mekaanista hämmennystä ja lisäten jonkinlaista nestemäistä polttoainetta ennen lopullista jäähdytysjaksoa tai sen aikana, muodostavat erään lajin räjähdeseoksia, joiden räjäh-

täminen voidaan saattaa alkuun nallilla ja joissa räjähdys etenee jopa niin pienissä läpimitoissa kuin 17 mm.

On todennäköistä, että tämä suuri sytytysherkkyys ja räjähdyksen stabiili eteneminen johtuvat nitraattijärjestelmässä jäähtymisen aikana tapahtuvista uudelleenkiteytymisistä ja kiintofaasin siirtymistä, sillä tavoin, että nestemäinen polttoaine on äärimmäisen hienosti jakaantuneena lukuisille vastamuodostuneille kidepinnoille ja että näiden kidepintojen väliset kapillaarivoimat helpottavat polttoaineen jakautumista.

On mahdollista valmistaa räjähdeseoksia, joiden kemiallinen koostumus on käytännöllisesti katsoen identtinen esillä olevan keksinnön mukaisen koostumuksen kanssa, mutta joiden fysikaalinen ulkonäkö on erilainen, aivan yksinkertaisesti jättämällä suorittamatta jäähdytys ylläpitäen mekaanista hämmennystä. Kosteaan tai osaksi sulaan nitraattiseokseen voidaan sekoittaa polttoainetta ja kaataa tai pumpata se porausreikiin tai esivalmistettuihin patruunoihin, joissa sen annetaan jäähtyä ja jähmettyä. Se mikä tällöin syntyy, on enemmän tai vähemmän jäykkää ainetta, jonka herkkyys on huomattavasti pienempi kuin esillä olevan keksinnön mukaan valmistetun hiukkasmuotoisen aineen. Täten tehdään myös se johtopäätös, että herkkyys riippuu siitä fysikaalisesta muodosta, jossa seos esiintyy.

Tärkeäksi käytännön tarkoituksiin sopivan räjähteen aikaansaamisella olemme todenneet, että AN:n ja CN:n suhde ei saa olla liian alhainen. Jos valmistetaan hiukkasmuotoinen räjähdeseos, jossa mainittu moolisuhde on 1/1:n ja 4/1:n välillä, so. diagrammojen keskiosassa, esiintyy kaksi epäedullista vaikutusta. Ensinnäkin räjähdyksessä vapautuva energiamäärä pienenee CN:n epäedullisen hajaantumislämmön johdosta verrattuna AN:n hajaantumislämpöön. Ja toiseksi, seoksella on suuri taipumus kovettua, mikä tekee vaikeaksi nallin sovittamisen siitä tehtyihin patruunoihin sekä räjähteen sullomisen porausreikiin. Tämä kovettuminen saattaa johtua edellä mainitusta ylijäähtymisestä, so. joitakin uudelleen kiteytymisilmiöitä saattaa esiintyä päiviä ja viikkojakin valmistuksen jälkeen. Lisäselityksenä voi olla se, että nitraattiseokset, joiden AN-pitoisuus on verraten alhainen, ovat varsin hygroskooppisia ja että absorboitunut vesi voi aiheuttaa lisää uudelleen kiteytymistä ja kiteiden kasvua.

Niinpä esillä olevan keksinnön mukaisessa hiukkasmuotoisessa räjähdeseoksessa AN:n ja CN:n moolisuhteen tulee olla yhtä suuri tai suurempi kuin 4/1. Toisen rajan asettaa yhä pienenevien CN-lisäysten AN:iin häviämisilmiö. AN:n ja CN:n välinen moolisuhde 50:1 näyttää olevan käytännöllinen raja. Samaan aikaan on olemassa rajat seoksessa olevalle vesipitoisuudelle, ja on todettu, että veden moolisuhteen CN:iin ei pidä ylittää 4:1 eikä mieluimmin 3:1, kostean olomuodon ja kovettumisilmiöiden välttämiseksi, eikä se saa olla alle 1:1, jotta nestefaasia voisi muodostua riittävästi uudelleen kiteytymisiä varten. Tässä mainitut rajat on esitetty diagrammassa 6.

Niinpä keksinnön ensisijaisena sovellutusmuotona on menetellä sen mukaan kuin edellä on mainittu, so. lämmittää AN:n ja AC:n mainituissa rajoissa oleva seos vähintään 35°C:een ja mieluimmin vähintään 50°C:een ja sitten jäähdyttää seos ylläpitäen mekaanista hämmennystä, alle 35°C lämpötilaan ja mieluimmin edelleen 25°C:een, minkä jäähdytysjakson aikana lisätään polttoainetta, joka on ainakin osaksi nestemäistä 35°C:ssa.

Keksintö käsittää kuitenkin muitakin erityisiä sovellutusmuotoja, joita saattaa olla edullista käyttää tietyissä olosuhteissa.

Nitraattimäärän lämmittäminen 50°C:eehen tai korkeammalle ja sen jäähdyttäminen taas sen jälkeen saattaa ottaa melkoisesti aikaa. Eräs edullinen keksinnön sovellutusmuoto on sellainen, jota voidaan nimittää kaksivaiheprosessiksi. Tämän mukaan seos, jossa on AN ja CN niin, että niiden moolisuhde on välillä 4/1-1/1, ja vettä niin, että sen moolisuhde CN:aan on välillä 4/1, mieluummin 3/1-1/1, so. diagramman 6 keskiosassa oleva koostumus, lämmitetään vähintään 50°C:een, niin että syntyy neste, jossa joko on tai ei ole kiteisiä hiukkasia suspendoituna. Tällä tavoin aiheutetaan CN-lähtöaineen liukeneminen. Sitten lisätään uusi erä vedetöntä, lämmittämätöntä AN, joka muuttaa koostumuksen niin, että se tulee sijaitsemaan edellä mainituissa rajoissa, ja samalla alentaa seoksen lämpötilan lähelle edellä mainittua arvoa. Lämmitys voidaan tässä tapauksessa mieluimmin suorittaa erityisessä laitteessa, joka on varustettu lämmityspinnoilla, minkä jälkeen neste siirretään toiseen kaluston osaan, jossa lisäerä AN ja polttoaine lisätään ja jäähdytys viedään loppuun.

Keksinnön vielä erään sovellutusmuodon mukaan, jossa pyritään pienentämään tai välttämään lämmön siirtämistä nitraattiseokseen, käytetään

hyväksi polttoaineen lämpösisältöä ja sekoituslaitteen mekaanisen työn kehittämää lämpöä. Varsinkin silloin, kun polttoaineena käytetään nitroaineita, niiden pitoisuus lopullisessa seoksessa voi olla 10 paino-% tai enemmänkin ja ne voidaan helposti esilämmittää 50°C:een tai ylikin. Nitraattikomponentteja hämmentävän hämmentimen mekaaninen työ usein nostaa lämpötilaa noin 5°C:lla tai enemmänkin hämmennysjakson aikana. Nämä kaksi lämmönlähdettä pystyvät yhdessä lämmittämään aineksen yli 35°C tason, siten täysin eliminoiden ulkopuolisen lämmön tuonnin tarpeen.

Silloin kun lämpötila kuitenkaan ei nouse paljoakaan yli 35°C:n tason, niin kuin asia saattaa olla äsken mainitussa tapauksessa, herkkyys jää pienemmäksi kuin mihin voitaisiin päästä käsittelyllä korkeammassa lämpötilassa. Yleensä aina saavutetaan nalliherkkyys, mutta kriittisen läpimitan arvo on useimmiten sellainen, että se sallii käytön vain porausrei'issä joiden läpimitta on 5 cm tai suurempi.

Keksinnön puitteisiin kuuluu kuitenkin myös tällaisen rajoitetun lämpökäsittelyn vaikutuksen edelleen parantaminen. Tämä vaikutuksen suurentaminen eli kriittisen läpimitan pienentäminen saadaan aikaan lisäämällä lämmitysjakson aikana pieni määrä vettä sen veden lisäksi, joka on sidottuna ainesosiin kidevetenä.

Tällainen lisämäärä vettä ilmeisesti helpottaa lähtöainesten muuntumista edellä mainituiksi kaksoissuoloiksi liuottamalla nitraattihiukkaset pinnastaan. Näin lisätty vesimäärä ei tietenkään saa nostaa kokonaisvesipitoisuutta edellä esitettyjen rajojen yläpuolelle, ja edulliseksi on todettu, että tämä määrä on 0,5-2,5 paino-% koko räjähdeseoksesta, ja mieluimmin 1,0-1,5 paino-%.

On huomattava, että keksinnön mukainen menetelmä voidaan suorittaa rakenteeltaan erilaisissa prosessikalustoissa. Erityisen kiinnostava saattaa kuitenkin olla prosessivaiheiden suorittaminen jatkuvatoimisesti. Niin kuin alan ammattimiehille on itsestään selvää, kalustoon kuuluu tässä tapauksessa lämmitysvyöhyke, jonka läpi kulkiessaan nitraatteja hämmennetään ja lämmitetään, ja tätä seuraava jäähdytysvyöhyke, johon lisätään polttoaine ja mahdolliset lisämäärät AN. Tämä jatkuva toimintatapa on erityisen tärkeä kulloinkin käsiteltävänä olevan räjähdemäärän minimoimisen kannalta, ja se sopii edullisesti kauko-ohjattavaksi ja automatisoituun käyttöön turvallisuuden parantamiseksi.

Mitä tulee esillä olevan keksinnön yhteydessä käytettäviin nitraattikomponentteihin, käytännöllisesti katsoen mitään rajoja ei ole olemassa niiden koostumukseen ja fysikaaliseen muotoon nähden, edellyttäen, että niistä voidaan valmistaa seos, joka on edellä mainituissa rajoissa. Kuten on mainittu, mieluimmin käytetään kaupallista CN-laatua, jossa on tietty AN-pitoisuus, pääasiassa koska se on vapaasti juoksevaa, rakeista eli hiukkasmaista kiintoainetta, jota on helppo käsitellä. Tämän ensisijaisen aineksen koostumus voidaan määritellä CN:n ja AN:n moolisuhteella, joka on rajoissa 5/1-10/1 ja veden ja CN:n moolisuhteella, joka on rajoissa 2/1-1/1. Tätä erittelyä edustaa nelisivuinen alue diagramman 6 oikeanpuolisessa osassa, josta näkyy, että siihen sisältyy edellä kirjaimella T merkitty koostumus, ja että yhdessä sen kulmista esiintyy koostumus AB_5C_{10}.

Sekä AN:lle että CN:lle on edullista suorittaa kohtuullinen hiukkaskoon pienennys, mutta mikään pitkälle menevä pienennys ei ole tarpeen.

Niin kuin edellä on mainittu, tässä selitetyn käsittelyn aikaansaaman herkkyyden suurenemisen arvellaan johtuvan siitä, että nestemäistä polttoainetta on hienoksi jakaantuneena lukuisille vasta muodostuneille kidepinnoille. Itse asiassa happea kuluttavina komponentteina voidaan käyttää erilaisia nestemäisiä polttoaineita lähes samoin tuloksin. Polttoaine saa jähmettyä tai olla jähmettymättä sen lämpötilan alapuolella, jossa se sekoitetaan nitraatteihin. Ainoana ehtona sille, että polttoaine on käyttökelpoinen esillä olevan keksinnön yhteydessä, on näin ollen se, että se on ainakin osaksi nestemäistä $35^{\circ}C$ lämpötilassa. Niin kuin jäljempänä esitettävistä esimerkeistä näkyy, maaöljyjaetta, joka yleisesti tunnetaan polttoöljynä n:o 2, voidaan edullisesti käyttää.

Muissa esimerkeissä mainitaan nitrattujen aromaattisten hiilivetyjen käyttö, erityisesti sellaisten, joilla, koska ne ovat erilaisten kemiallisten yhdisteiden seoksia, on alhainen sulamispiste tai oikeammin laaja jähmettymisalue.

Tällaisen nestemäisen tai osaksi nestemäisen polttoaineen lisäksi tässä hiukkasmuotoisessa räjähdeseoksessa voi olla läsnä muitakin happea kuluttavia komponentteja, muiden laatuparametrien kuin herkkyyden modifioimiseksi, niin kuin seuraavissa esitettävissä esimerkeissä mainitaan.

Esimerkkeihin sisältyy vertailun vuoksi seoksia, jotka on valmistettu keksinnön puitteiden ulkopuolisissa olosuhteissa, niin kuin asianomaisissa paikoissa mainitaan.

Esimerkki 1

Lannoitelaatuista ammoniumnitraattia jauhettiin kohtuullisesti, niin että likimäärin 80 % siitä läpäisi n:o 30 seulan (seulan aukko 0,59 mm) ja likimäärin 85 % siitä jäi n:o 200 seulalle (seulan aukko 0,074 mm).

Kaupallista kalsiumnitraattia, sekin lannoitelaatua, jonka likimääräinen koostumus oli seuraava, jauhettiin käytännöllisesti katsoen samaan hiukkaskokoon kuin ammoniumnitraatti:

Kalsiumnitraattia	79,0 paino-%
Ammoniumnitraattia	6,0 paino-%
Kidevettä	15,0 paino-%

Näistä nitraateista ja kaupallisesta n:o 2 polttoöljystä valmistettiin kolme erilaista räjähdeseosnäytettä. Kaksi näistä valmistettiin pelkästään vertailun vuoksi, kun taas kolmas valmistettiin esillä olevan keksinnön mukaan.

Näyte 1a

Komponentit olivat:

AN	94,4 paino-%
Polttoöljyä	5,6 paino-%

Seos edustaa ANPÖ, joka on olennaisesti happitasapainossa. Komponentit sekoitettiin perusteellisesti 20-25°C:ssa. Näyte siirrettiin ohutseinäiseen, jäykkään muoviputkeen syttyvyyden ja räjähdyksen etenemisen testaamista varten. Havainnot olivat seuraavat:

32 mm läpimitta: epäonnistuminen 32 g TNT-esipanoksella

Näyte 1b

Komponentit olivat:

AN	78,5 paino-%
CN	15,0 paino-%
Polttoöljyä	6,5 paino-%

Tämä seos on myös käytännöllisesti katsoen happitasapainossa, koska CN:n sisältämä suurempi määrä käytettävissä olevaa happea kompensoi seoksen sisältämän suuremman polttoöljymäärän. AN:n ja CN:n moolisuhde on likimäärin 14,7/1. Komponentit sekoitettiin perusteellisesti 20-25°C:ssa. Näyte siirrettiin sitten muoviputkeen niin kuin näyte 1a. Havainnot olivat samat.

32 mm läpimitta: epäonnistuminen 32 g TNT-esipanoksella.
Näyte 1c

Komponentit olivat samat kuin näytteessä 1b. Niitä hämmennettiin lämmittäen 50°C:een, jolloin näyte muuttui ulkonäöltään kosteaksi, takertuvaksi massaksi, johon polttoöljy lisättiin. Tämän jälkeisessä jäähdytyksessä 25°C:een aine muuttui kuivaksi, vapaasti juoksevaksi hiukkasmuotoiseksi aineeksi, jonka hiukkaskoko oli karkeampi kuin lähtöaineiden. Kun tämä aine oli siirretty muoviputkeen, tehtiin seuraava havainto:

32 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 8.

Tämä esimerkki osoittaa, että keksinnön mukainen lämpökäsittely muuntaa seoksen, joka ei pysty levittämään räjähdystä 32 mm läpimitassa, nalliherkäksi räjähdeseokseksi, jonka kriittinen läpimitta on alle 32 mm.

Esimerkki 2

Tässä esimerkissä käytetyt nitraatit olivat samat kuin esimerkissä 1. Pääasiallisena polttoaineena käytettiin dinitrotolueenia (DNT), jonka sulamisväli, sen valmistuksen jälkeen, on 30°C-54°C. Esimerkissä 2a tätä dinitrotolueenia modifioitiin poistamalla siitä jonkin verran siinä pääkomponenttina olevaa 2,4-dinitrotolueenia, niin että jäännös oli täysin nestemäistä 35°C:ssa. DNT:n lisäksi polttoaineena käytettiin hienojakoista parafiinivahaa vedenkestävyyden parantamiseksi, ja "atomisoitua" alumiinia räjähdyksen aikana vapautuvan energian suurentamiseksi. Molempien näytteiden koostumus oli seuraava:

AN	69,2 paino-%
CN	15,0 paino-%
DNT	12,8 paino-%
Parafiinia	1,0 paino-%
Alumiinia	2,0 paino-%
yhteensä	100,0

Moolisuhde AN/CN oli likimäärin 12,2/1.

Molempia näytteitä käsiteltiin hämmennyslaitteessa, jonka mekaaninen hämmennys aiheutti 5-8°C suuruisen lämpötilan nousun 15 minuutin jakson aikana.

Näyte 2a
(Esitetään pelkästään vertailun vuoksi)
Nitraattien alkulämpötila oli 23°C, DNT:n 35°C. Hämmennysaika oli 15 minuuttia, jona aikana parafiinivaha ja alumiini lisättiin. Seoksen loppulämpötila oli 30°C. Havainnot seoksen siirtämisen jälkeen muoviputkeen olivat seuraavat:

32 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 8
epäonnistuminen nallilla n:o 6
22 mm läpimitta: epäonnistuminen nallilla n:o 8

Näyte 2b
Nitraattien alkulämpötila oli 23°C, DNT:n alkulämpötila oli (esilämmityksen jälkeen) likimäärin 70°C. Hämmennysaika oli 15 minuuttia, jona aikana lisättiin parafiinivaha ja alumiini. Seoksen loppulämpötila oli 38-39°C. Kun seos oli siirretty muoviputkeen, tehtiin seuraavat havainnot:

22 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 6
epäonnistuminen nallilla n:o 4

Tämä esimerkki osoittaa, että 30°C:n ja 40°C:n välillä lämpökäsittelyn vaikutuksesta tapahtuu muutos, siten, että seoksen sekä kriittinen läpimitta että sytytyspanoksen minimi koko huomattavasti pienenevät.

Esimerkki 3
Käytetyt nitraatit olivat samat kuin edellisissä esimerkeissä, samoin parafiinivaha ja alumiini. Pääasiallisena polttoaineena käytettiin trinitrotolueenia, joka oli rikastettu epäsymmetrisiin isomeereihin nähden, ja dinitrotolueenia, painosuhteessa 35/65, joka seos oli nestemäistä vielä likimäärin 30°C:ssa. Valmistettiin kolme erilaista näytettä joiden koostumus oli sama, nimittäin:

AN	67,8 paino-%
CN	15,0 paino-%
DNT/TNT	14,2 paino-%
parafiinia	1,0 paino-%
alumiinia	2,0 paino-%
yhteensä	100,0

Moolisuhde AN/CN oli likimäärin 11,6/1.

Näyte 3a

Nitraattien alkulämpötila oli likimäärin 20°C. Nitrotolueenit ja parafiini lämmitettiin noin 70°C:een ennen sekoittamista. Seoksen loppulämpötila oli noin 35°C. Havainnot olivat:

25 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 4
22 mm läpimitta: epäonnistuminen nallilla n:o 8

Näyte 3b

Nitraatit lämmitettiin noin 50°C:een, jolloin muodostui kostea massa. Tämä jäähdytettiin sitten, koko ajan hämmentäen, kunnes lämpötila oli alle 25°C, minkä jälkeen lisättiin polttoaineet, joista nitrotolueenit ja parafiini olivat sulassa tilassa noin 70°C lämpötilassa. Havainnot olivat seuraavat:

17 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 8
epäonnistuminen nallilla n:o 4

Näyte 3c

Nitraatit lämmitettiin noin 50°C:een, polttoaineet lisättiin (nitrotolueenit ja parafiini 70°C lämpötilassa) minkä jälkeen jäähdytettiin. Havainnot olivat:

17 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 4

Tämä esimerkki osoittaa, että nitraattien lämpökäsittely 50°C:een antaa seokselle suuremman herkkyyden kuin 35°C:een rajoittuva käsittely, ja lisäksi, että suuri osa herkkyyden lisäyksestä voidaan saavuttaa lisäämällä polttoaineet loppujäähdytysjakson aikana.

Esimerkki 4

Samanlainen seos kuin esimerkissä 2 valmistettiin tavalla, jota edellä on nimitetty kaksivaiheprosessiksi. Menettely oli seuraava:

15,0 osaa CN ja 16,5 osaa AN lämmitettiin 50°C:een, jolloin saatiin lähes sula kidesuspensio, jossa moolisuhde AN/CN oli likimäärin 3/1. Tähän seokseen lisättiin polttoaineet, joista DNT ja parafiini esilämmitettiin 60°C:een. Tämän jälkeen lisättiin 52,7 osaa lämmittämätöntä AN, mikä aiheutti seoksen lämpötilan laskun 33°C:een. Jäähdyttäminen edelleen, koko ajan hämmentäen, alensi lämpötilan 20°C:een, minkä jälkeen seos siirrettiin muoviputkiin. Havainnot olivat seuraavat:

22 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 4
17 mm läpimitta: epäonnistuminen nallilla n:o 8

Tämä esimerkki osoittaa että kaksivaiheprosessi aiheuttaa seokselle suuremman herkkyyden kuin esimerkin 2a mukainen menettely (lämpötila rajoitettu 30°C:een ja että siten saadaan sama kriittinen läpimitta ja jopa pienempi minimi sytytyspanos kuin esimerkissä 2b.

Esimerkki 5

Tämä esimerkki käsittää vertailun vuoksi seoksen, jota ei muunneta hiukkasmuotoiseksi aineeksi keksinnön mukaan, vaan sensijaan on nk. "sulateräjähde" tai liete. Pääasiallisena polttoaineena oli samanlainen TNT:n ja DNT:n seos kuin esimerkissä 3 käytettiin. Koostumukseen sisällytettiin lisäksi erä guaarikumia sen saattamiseksi lietemäisemmäksi. Lisäerä vapaata vettä lisättiin myös juoksevuuden 60°C:ssa varmistamiseksi. Koostumus oli seuraava:

AN	66,0 paino-%
CN	14,6 paino-%
DNT/TNT	12,0 paino-%
parafiinia	1,0 paino-%
alumiinia	3,0 paino-%
guaarikumia	1,0 paino-%
vapaata vettä	2,4 paino-%
	100,0

Näyte 5a

Nitraattikomponentit lämmitettiin 60°C:een, jossa lämpötilassa muut komponentit lisättiin ja sekoitettiin perusteellisesti osittain suliin nitraatteihin. Seos siirrettiin kaatamalla muoviputkiin ja annettiin jäähtyä hämmentämättä. Tuote oli varsin tiheää, lähes

kiinteää ainetta. Havainnot olivat seuraavat:

67 mm läpimitta: epäonnistuminen 160 g TNT-esipanoksella.

Näyte 5b

Polttoaineiden lisäämisen jälkeen nitraatteihin 60°C:ssa seos jäähdytettiin hämmentäen, jolloin saatiin vapaasti juokseva keksinnön mukainen hiukkasmuotoinen aine. Aine siirrettiin muoviputkiin. Havainnot olivat seuraavat:

32 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 4

Tämä esimerkki osoittaa, että muuntaminen hiukkasmuotoiseksi aineeksi jäähdyttämällä hämmentäen on olennainen ehto herkkyyden kehittymiselle.

Esimerkki 6

Valmistettiin kolme näytettä, joiden koostumus oli sama, nimittäin:

AN	79,3 paino-%
CN	5,0 paino-%
DNT/TNT	10,7 paino-%
parafiinia	1,0 paino-%
alumiinia	3,0 paino-%
guaarikumia	1,0 paino-%
yhteensä	100,0

Näyte 6a

Nitraattikomponentit lämmitettiin 60°C:een, jossa lämpötilassa muut komponentit lisättiin ja sekoitettiin perusteellisesti. Kun jäähdyttämällä hämmentäen saatu hiukkasmainen aine oli siirretty muoviputkiin, havainnot olivat seuraavat:

22 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 4
17 mm läpimitta: epäonnistuminen nallilla n:o 8

Näyte 6b

Nitraattikomponentit lämmitettiin noin 30°C:een, jossa lämpötilassa lisättiin esilämmitetyt nitrotolueenit ja muut polttoaineet. Seoksen loppulämpötila oli 37°C. Tämän jälkeen suoritettiin jäähdytys

hämmentäen. Havainnot seoksesta muoviputkissa olivat seuraavat:

32 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 4
25 mm läpimitta: epäonnistuminen nallilla n:o 8

Näyte 6c
Valmistus suoritettiin samoin kuin näytteen 6b valmistus 37°C:ssa, mutta ennen jäähdytyksen aloittamista lisättiin vesimäärä, joka vastasi 1 % kokonaispainosta, ja sekoitettiin perusteellisesti koko massaan. Havainnot lopullisesta hiukkasmaisesta aineesta olivat seuraavat:

22 mm läpimitta: räjähdys nallilla n:o 4

Tämä esimerkki osoittaa, että pienen vesimäärän lisäämisellä käsittelyssä, jonka lämpötila on rajoitettu alle 40°C:een, on käytännöllisesti katsoen sama vaikutus kuin käsittelyllä, jossa lämpötila nostetaan 60°C:een.

Esimerkki 7
Valmistettiin sarja seoksia, joissa suhdetta AN/CN vaihdeltiin melkoisella alueella. Pääasiallisena polttoaineena oli DNT niin kuin esimerkissä 2, nitraatit lämmitettiin 50°C:een, jossa lämpötilassa polttoaineet lisättiin. Seokset ja havainnot olivat seuraavat:

Näyte n:o	7a	7b	7c	7d
AN	80,7 %	75,0 %	69,2 %	63,5 %
CN	5,0 %	10,0 %	15,0 %	20,0 %
DNT	11,3 %	12,0 %	12,8 %	13,5 %
parafiinia	1,0 %	1,0 %	1,0 %	1,0 %
alumiinia	2,0 %	2,0 %	2,0 %	2,0 %
Yhteensä	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %
Moolisuhde AN/CN	43	20	12	8
Läpimitta 22 mm nalli n:o 4	räj.*	räj.	räj.	räj.
Läpimitta 17 mm nalli n:o 8	Epäonnistuu	Epäonnistuu	räj.	räj.

*räj. = räjähtää

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä hiukkasmuotoisen räjähdeseoksen valmistamiseksi, joka seos sisältää olennaisina happea vapauttavina komponentteina ammoniumnitraattia ja kalsiumnitraattia moolisuhteissa, jotka ovat rajoissa 50:1-4:1, jonka seoksen vesipitoisuus on kalsiumnitraattiin moolisuhteessa, joka on rajoissa 4:1, mieluimmin 3:1-1:1, ja joka seos sisältää vähintään yhtä happea kuluttavaa komponenttia, joka on pääasiassa veteen liukenematonta ja täysin tai osaksi nestemäistä yli 35°C lämpötiloissa, t u n n e t t u siitä, että ammoniumnitraatti ja kalsiumnitraatti mainittuine vesipitoisuuksineen lämmitetään vähintään 35°C:een ja mieluimmin vähintään 50°C:een, minkä jälkeen tämä nitraattiseos jäähdytetään koko ajan mekaanisesti hämmentäen alle 35°C ja mieluimmin alle 25°C, niin että saadaan vapaasti juokseva hiukkasmainen aine, minkä lämpökäsittelyn aikana happea kuluttava(t) komponentti tai komponentit lisätään, ennen loppujäähdytysjaksoa tai sen aikana.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ammoniumnitraattia, ja kalsiumnitraattia moolisuhteessa, joka on rajoissa 4:1-1:1, lämmitetään vähintään 50°C lämpötilaan, niin että saadaan neste, jossa joko on tai ei ole kiteisiä hiukkasia suspendoituna, minkä jälkeen, mahdollisesti toisessa laitteiston osassa, mainittuun nesteeseen sekoitetaan lisämääriä vedetöntä ja lämmittämätöntä ammoniumnitraattia ja happea kuluttavat komponentit, ja seos jäähdytetään, koko ajan mekaanisesti hämmentäen, alle 35°C ja mieluimmin alle 25°C lämpötilaan.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ammoniumnitraatin ja kalsiumnitraatin seos lämmitetään vähintään 35°C lämpötilaan happea kuluttavien komponenttien lämpösisällön avulla, jotka komponentit on esilämmitetty vähintään 50°C lämpötilaan, ja hämmennyslaitteen suorittaman mekaanisen työn kehittämän lämmön avulla.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesimäärä, joka on rajoissa 0,5-2,5 %, mieluimmin rajoissa 1,0-1,5 % räjähdeseoksen painosta lisätään lämmitysjakson aikana ammoniumnitraatin ja kalsiumnitraatin seokseen, mieluimmin nitraattiseoksen lämpötilan ollessa 30°C ja 40°C välillä.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että nitraattikomponentteja syötetään jatkuvasti laitteistoon, jossa niitä jatkuvasti sekoitetaan ja lämmitetään, ja jossa komponentteja seuraavissa vyöhykkeissä jäähdytetään ja samaan aikaan hämmennetään räjähdeseoksen happea kuluttavien komponenttien kanssa.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että siinä käytetään kaupallista kalsiumnitraattilaatua, jonka ammoniumnitraattipitoisuus on sellainen, että ammoniumnitraatin moolisuhde kalsiumnitraattiin on rajoissa 1:5-1:10, ja vesipitoisuus sellainen, että veden moolisuhde kalsiumnitraattiin on rajoissa 2:1-1:1.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että siinä käytetään happea kuluttavana komponenttina jotakin nestemäistä hiilivety-polttoainetta, mieluimmin kaupallista polttoöljyä.

8. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että siinä käytetään happea kuluttavana komponenttina nitrattujen aromaattisten hiilivetyjen, mieluimmin nitrotolueenien seosta, joka on täysin tai osaksi nestemäistä yli 35°C lämpötiloissa.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av en partikelformig sprängämneskomposition, vilken som väsentliga syreavgivande komponenter innehåller ammoniumnitrat och kalciumnitrat i ett molförhållande mellan gränserna 50:1 och 4:1, har en vattenhalt i ett molförhållande till kalciumnitratet mellan gränserna 4:1, företrädesvis 3:1, och 1:1, och innehåller minst en syrekonsumerande komponent som är väsentligen olöslig i vatten och är fullständigt eller delvis i flytande form vid temperaturer över 35°C, k ä n n e t e c k n a t därav, att ammoniumnitrat och kalciumnitrat med den angivna vattenhalten värmes till minst 35°C och företrädesvis till minst 50°C, varefter denna nitratblandning under fortsatt mekanisk omblandning kyles till under 35°C och företrädesvis till under 25°C under bildning av ett fririnnande, partikelformigt material, varvid under värmebehandlingen den syrekon-

sumerande komponenten eller komponenterna tillsättes före eller under den slutliga kylningsperioden.

2. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att ammoniumnitrat och kalciumnitrat i ett molförhållande mellan gränserna 4:1 och 1:1 värmes till en temperatur av minst 50°C för bildning av en vätska med eller utan däri suspenderade kristallina partiklar, varefter, eventuellt i en annan apparatur, denna vätska blandas med ytterligare kvantiteter av vattenfritt och icke värmt ammoniumnitrat och de syrekonsumerande komponenterna, samt under fortsatt mekanisk omblandning kyles till under 35°C, företrädesvis då till under 25°C.

3. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att blandningen av ammoniumnitrat och kalciumnitrat värmes till minst 35°C medelst värmeinnehållet i de syrekonsumerande komponenterna, vilka är förvärmda till minst 50°C, och medelst det värme som bildas av det mekaniska arbete som pålägges av blandningsutrustningen.

4. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att en kvantitet av vatten inom gränserna från 0,5 till 2,5 viktprocent, företrädesvis då inom gränserna från 1,0 till 1,5 viktprocent av sprängämnesblandningen, sättes till blandningen av ammoniumnitrat och kalciumnitrat under värmningen, företrädesvis när nitratblandningen befinner sig i temperaturområdet mellan 30 och 40°C.

5. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att nitratkomponenterna kontinuerligt inledes i en apparatur, i vilken de kontinuerligt omblandas och värmes, och vari komponenterna i följande zoner kyles och samtidigt blandas med de syrekonsumerande komponenterna av sprängämnesblandningen.

6. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att en kommersiell kvalitet av kalciumnitrat användes, vilken har en halt av ammoniumnitrat i ett molförhållande till kalciumnitrat mellan gränserna 1:5 och 1:10 och en vattenhalt i ett molförhållande till kalciumnitratet mellan gränserna 2:1 och 1:1.

7. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att som syrekonsumerande komponent användes ett vätskeformigt kolvätebränsle, företrädesvis en kommersiell eldningsolja.

8. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att som syrekonsumerande komponent användes en blandning av nitrerade aromatiska kolväten, företrädesvis nitrotoluener, vilken fullständigt eller delvis är vätskeformig vid temperaturer över 35°C.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer
Hakemusjulkaisuja:-Ansökningspublikationer: Saksan Liittotasavalta-Förbundsrepubliken Tyskland(DE) 2 020 490 (C 06 B 1/04).
Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: USA(US) 3 787 254 (C 06 b 1/04).

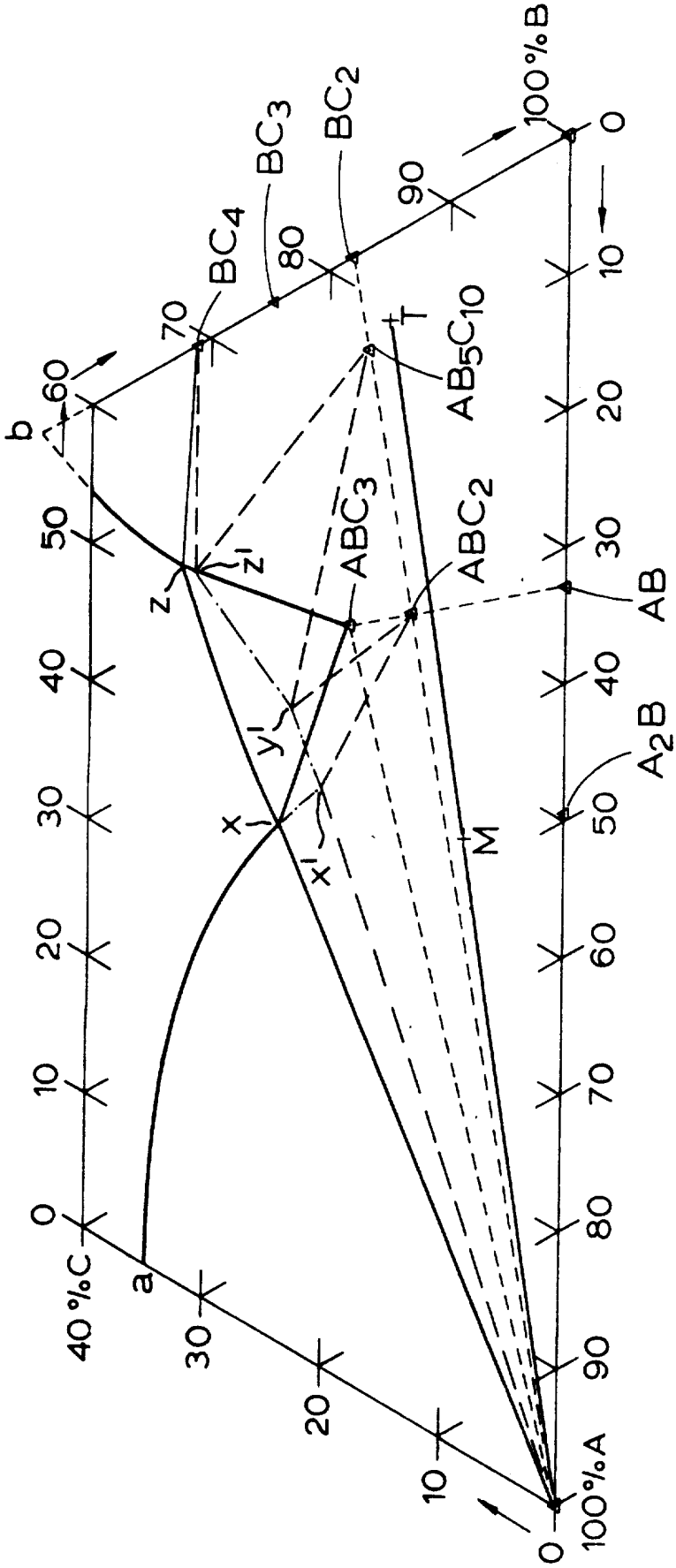

100%B
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
BC4
BC3
BC2
AB5C10
ABC3
ABC2
AB
A2B
T
M
z
z'
y'
x
x'
a
b
40%C
100%A

Fig. 1

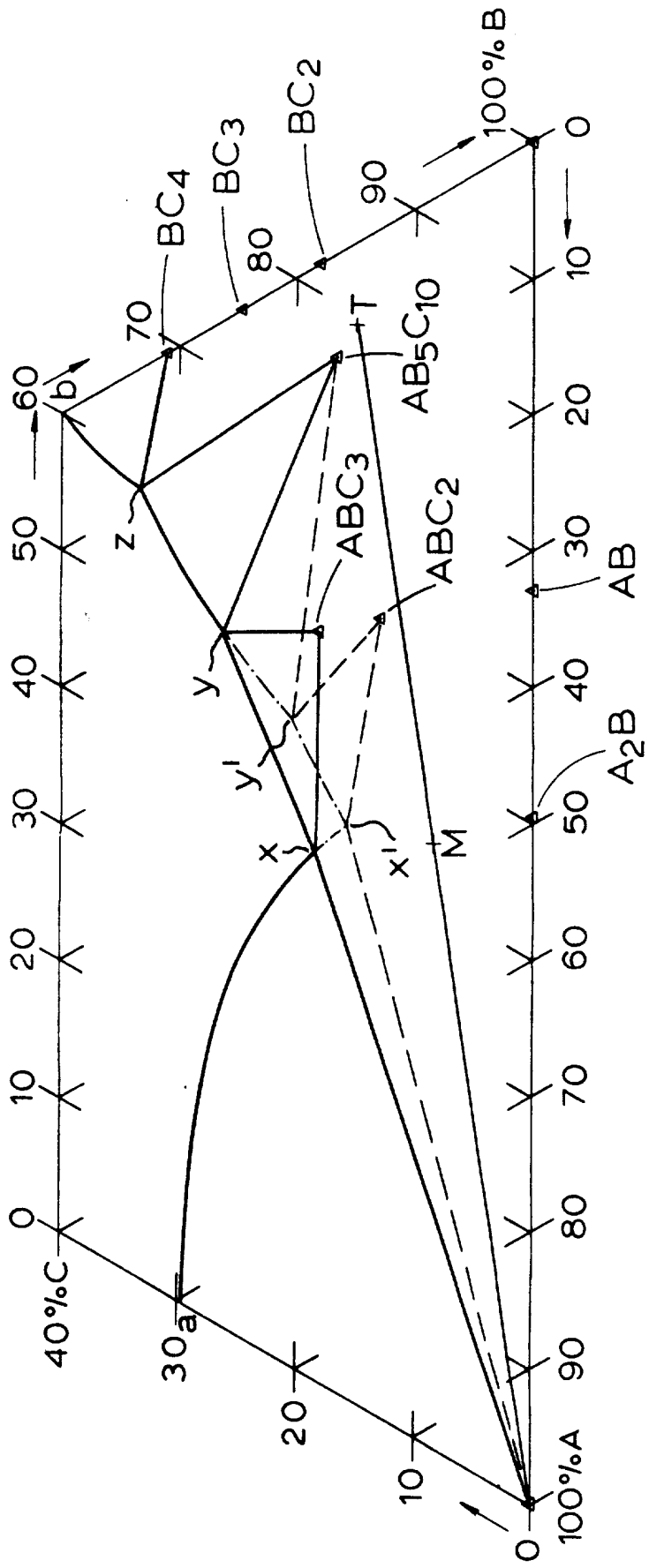

100%B
0
10
20
30
AB
40
A2B
50
60
70
80
90
100%A
0
10
20
30
40%C
0
10
20
30
40
50
60
a
b
BC4
BC3
BC2
70
80
90
T
AB5C10
ABC3
ABC2
z
y
y'
x
x'
M

Fig. 2

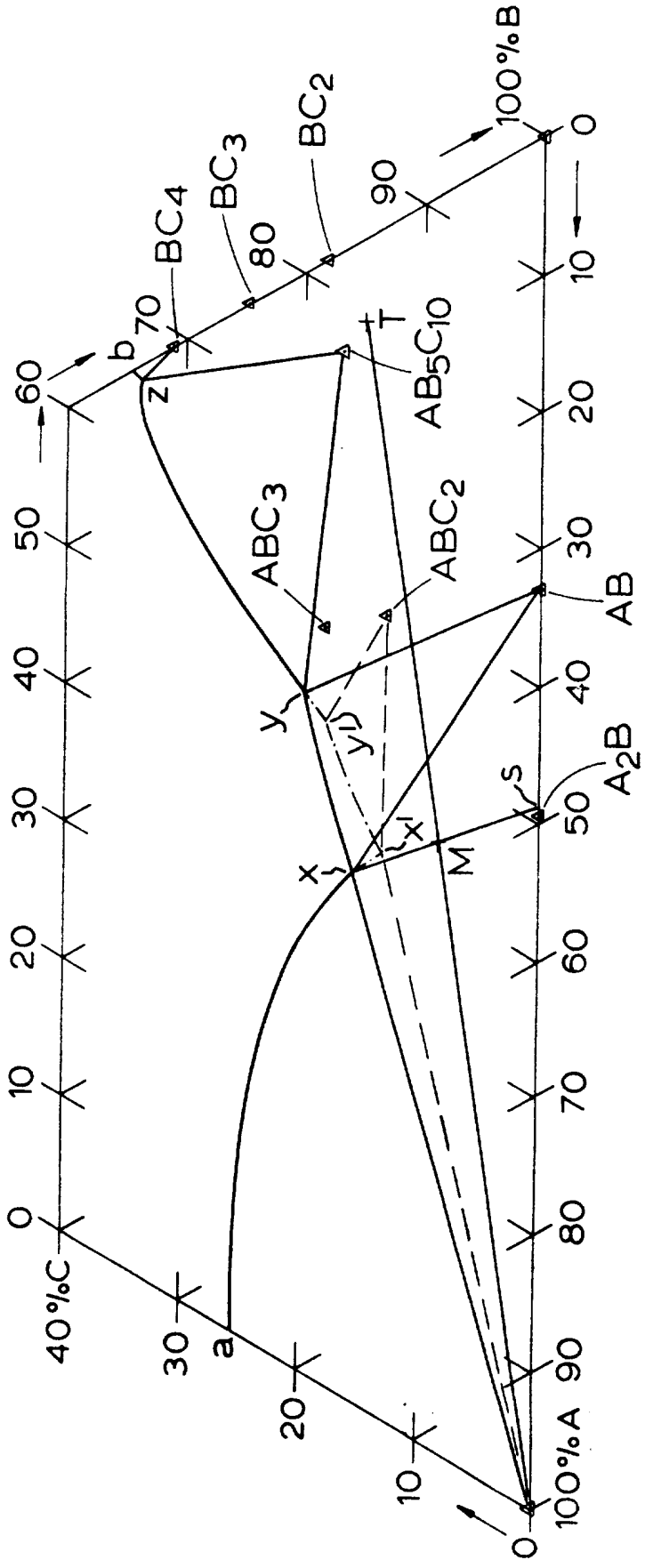

100%B
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
BC4
BC3
BC2
b
z
T
AB5C10
ABC3
ABC2
AB
y
y1
A2B
s
x1
x
M
40%C
a
100%A

Fig. 3

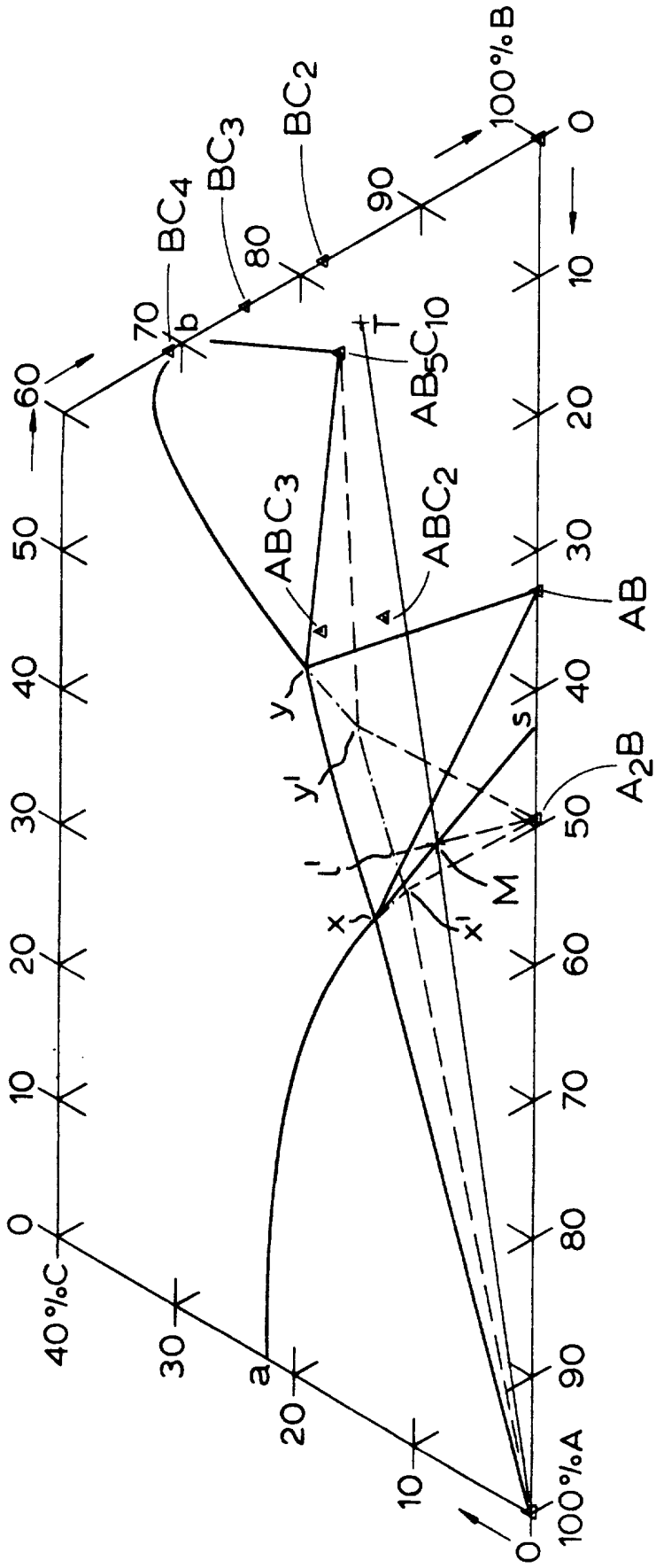

100%B
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100%A
40%C
BC4
BC3
BC2
b
a
T
AB5C10
ABC3
ABC2
AB
A2B
y
y'
s
L'
M
x
x'

Fig. 4

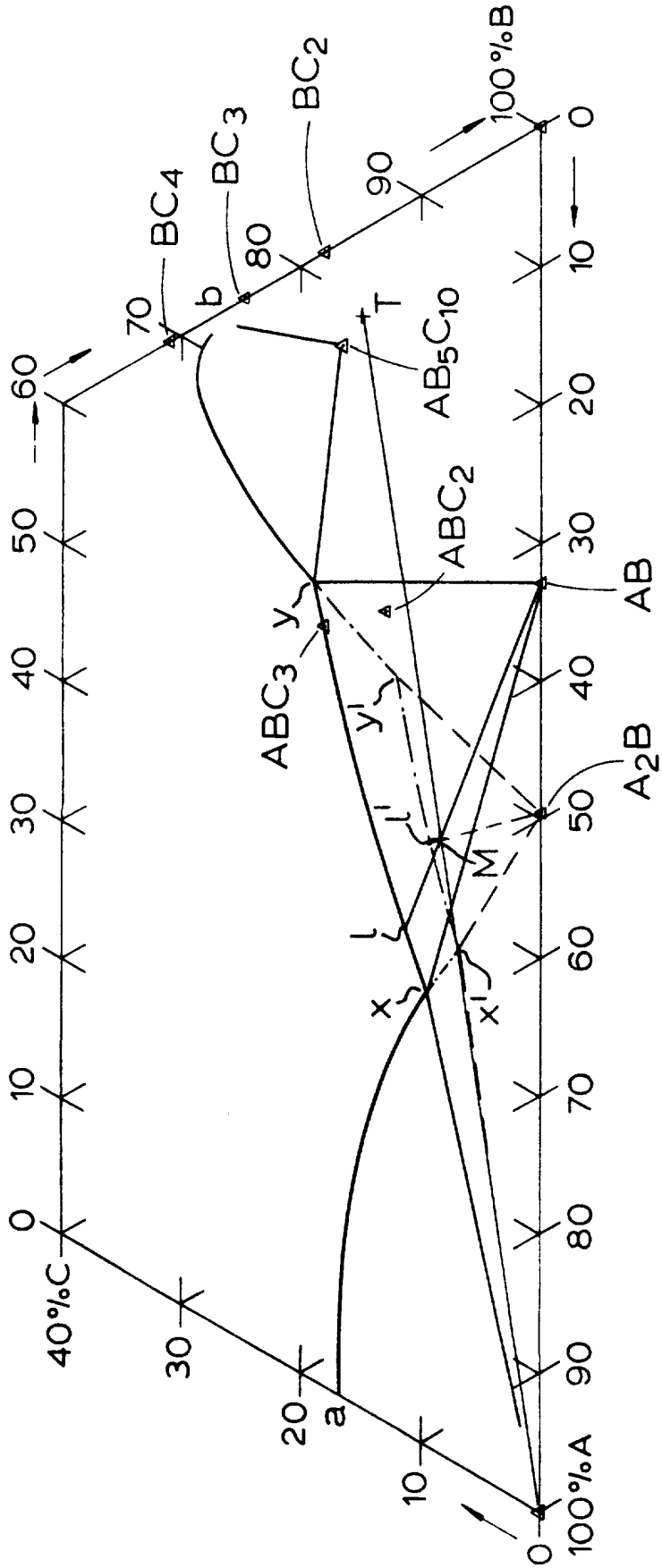

100%B
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100%A
40%C
BC4
BC3
BC2
b
a
T
AB5C10
ABC2
AB
ABC3
A2B
y
y'
l'
M
l
x
x'

Fig. 5

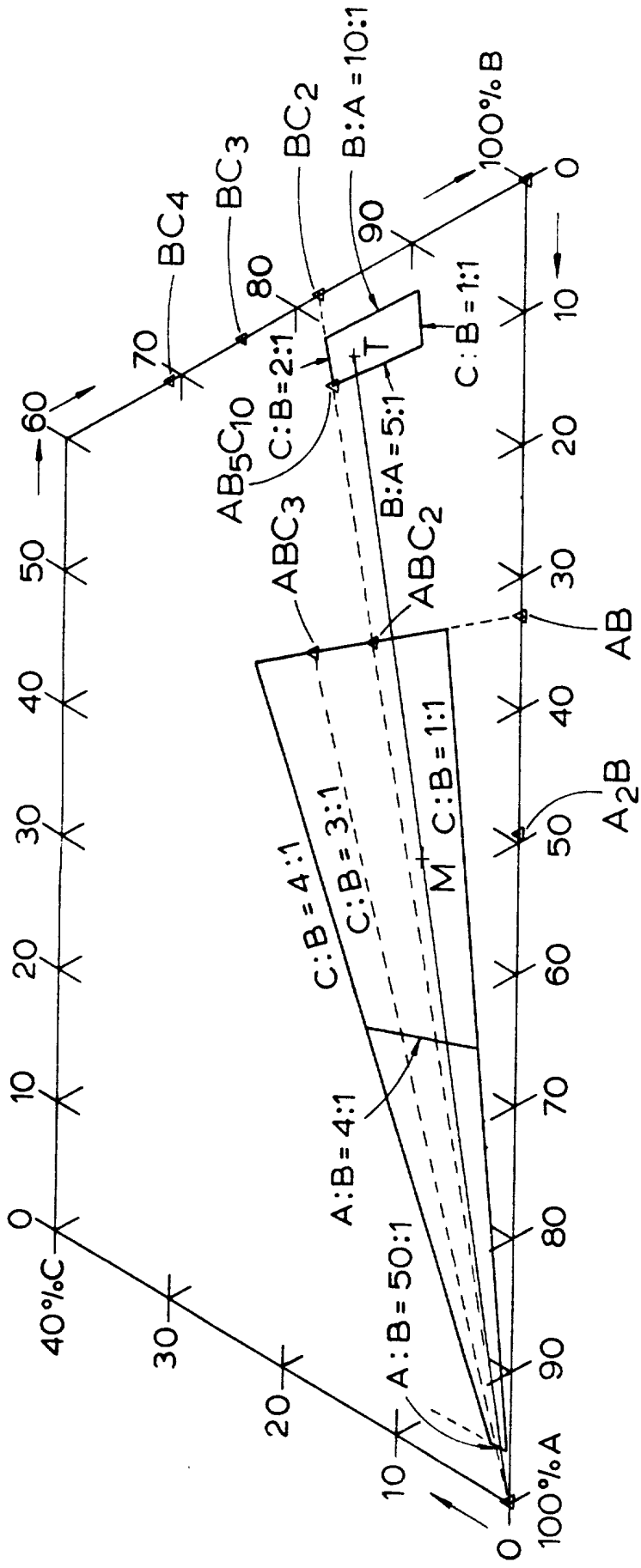

100%B
100%A
40%C
BC4
BC3
BC2
B:A=10:1
AB5C10
C:B=2:1
ABC3
ABC2
B:A=5:1
C:B=1:1
AB
A2B
C:B=4:1
C:B=3:1
M
C:B=1:1
A:B=4:1
A:B=50:1
T

Fig. 6