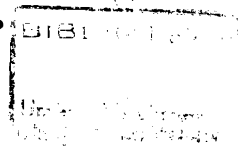


URZĄD PATENTOWY

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

C066 5/00

78c, 5/00

Nr 2190.

Nobel's Explosives Company Limited
(Stevenston, Wielka Brytania).

Kl. 78 c. II.

78c, 5/00

Sposób wyrobu strzelniczych materiałów wybuchowych.

Zgłoszono 8 sierpnia 1924 r.

Udzielono 5 czerwca 1925 r.

Pierwszeństwo: 10 sierpnia 1923 r. (Wielka Brytania).

Wynalazek niniejszy dotyczy wytwarzania materiałów wybuchowych strzelniczych, zawierających galaretowatą nitrocelulozę.

Można go rozpatrywać jako składający się z dwu części, z których pierwsza dotyczy wytwarzania strzelniczych materiałów wybuchowych, zawierających galaretowatą nitrocelulozę, oraz galaretowania masy zapomocą ulatniania się rozpuszczalników, t. j. odczynników, które po rozpuszczeniu nitrocelulozy zostają następnie usunięte przez odparowanie. Druga część wynalazku dotyczy wytwarzania strzelniczych materiałów wybuchowych, zawierających nitroglicerynę-nitrocelulozę, która należy, jak wiadomo, do nierozpuszczalnych, wobec czego galaretowanie skutecz-

nia się zapomocą ciśnienia i ciepła bez użycia rozpuszczalników lotnych.

Co się tyczy pierwszej części wynalazku, dotyczącej wytwarzania materiałów strzelniczych, które składają się głównie z nitrocelulozy, lub wytwarzania materiałów wybuchowych typu nitkowego, składających się głównie z mieszaniny nitrocelulozy i nitrogliceryny, to stosuje się w danym wypadku znaczną ilość lotnego rozpuszczalnika dla zgalaretowania materiału przed kształtowaniem go w postać nitek, rurek lub t. p. materiałów. Tak znaczne ilości lotnego rozpuszczalnika są jednak kosztowne.

Główne zadanie tej części wynalazku stanowi przeto sposób wytwarzania materiałów wybuchowych strzelniczych, zawie-

rających galaretowatą nitrocelulozę, podług którego galaretowanie osiąga się wprawdzie zapomocą rozpuszczalników lotnych, ale w ilościach o wiele mniejszych, aniżeli to jest niezbędne obecnie.

Co do drugiej części wynalazku, polegającej na wytwarzaniu wskazanych już powyżej materiałów wybuchowych, to przekonano się, że operacja ta jest zarówno niebezpieczna, jak i nieekonomiczna przy wytwarzaniu materiałów o własnościach balistycznych w postaci nitek o średnicy poniżej 0,13 cm, jeżeli zawartość użytej gliceryny jest stosunkowo niska, t. j. nie większa niż około 40%.

Przekonano się, że koloid sporządzony przy użyciu zwykłej celulozy, w bezpiecznej temperaturze pracy, t. j. nie przekraczającej 80° C, nie daje się sprasować w cienkie nitki zapomocą stosowanego w praktyce i bezpiecznego dla pracy ciśnienia.

Głównym przedmiotem tej części wynalazku jest sposób wytwarzania, wolny od powyższych wad.

Co do pierwszej części wynalazku to okazuje się, że do wyrobu materiałów wybuchowych, zawierających nitrocelulozę włącznie z materiałami wybuchowymi typu nitkowego, zawierającymi głównie nitrocelulozę i nitroglicerynę, nadaje się doskonale nitroceluloza pod działaniem wody o wysokiej temperaturze, a mianowicie przekraczającej 100° C, z dodatkiem lub bez dodatku kwasów, alkaliów lub soli, i że ilość rozpuszczalnika potrzebnego do zgalearetowania i formowania (odlewanania) koloidu przy normalnem ciśnieniu roboczem jest wówczas znacznie mniejsza, aniżeli przy użyciu nitrocelulozy o tej samej w przybliżeniu zawartości azotu, lecz nie podanej wskazanej wyżej obróbce.

Dokładny przepis obróbki zależy od właściwości i osobliwych znamion nitrocelulozy użytej w charakterze tworzywa surowego, od celu, w jakim traktowaną nitrocelulozę przerabiamy, i od własności,

jakie są wymagane od wykończonego materiału wybuchowego.

Proponowano już stabilizowanie nitrocelulozy i redukowanie jej do subtelnego proszku zapomocą ogrzewania w obecności wody w temperaturze przekraczającej 100° C przez rozmaite okresy czasu. Nitroceluloza traktowana w ten sposób lub nawet w warunkach temperatury i czasu odmiennych od tych, jakie są potrzebne do zadawalniającej stabilizacji, nadaje się również do celów wynalazku, byle temperatura obróbki przekraczała 100° C.

Nitrocelulozę poddawaną tej obróbce można sporządzać w drodze nitracji (azotowanie) celulozy zapomocą jakiegokolwiek znanego procesu, np. metodą przedstawiania lub wirowania.

Co się tyczy drugiej części wynalazku, to znaleziono, że ten sam rodzaj nitrocelulozy, jak powyżej, poddany działaniu wody w wysokiej temperaturze, a mianowicie, przekraczającej 100° C z dodatkiem lub bez dodatku kwasów, ługów lub soli można stosować do wyrobu materiałów wybuchowych zawierających nitroglicerynę i nierozpuszczalnych, dla łatwiejszego wytworzenia koloidu pod wpływem ciepła i ciśnienia, aniżeli przy posługiwaniu się nitrocelulozą zwykłą. Nitrocelulozę obrabianą w ten sposób można wytwarzać zapomocą azotowania celulozy jakąkolwiek znaną metodą, na przykład metodą przedstawiania lub w wirówkach.

Poza tem wytworzony koloid posiada własności łatwego odlewania i prasowania w kształt dowolny, np. nitki o średnicy 0,025 cm bez zastosowania lotnych rozpuszczalników, nawet gdy zawartość nitrogliceryny w materiale wybuchowym nie większa jest od 40%.

Znaleziono dalej, że przy użyciu rzezczonej nitrocelulozy można znacznie obniżyć zawartość domieszki nitrogliceryny w prochu, np. do 25%, a pomimo to otrzymać koloid dający się z łatwością prasować.

wać w kształt dowolny w temperaturach i przy ciśnieniach stosowanych w praktyce, co ułatwia wyrób materiałów wybuchowych, nie nadżerających broni palnej w stopniu tak znacznym, jak inne.

Pokazało się również, że przy użyciu do wytwarzania nierozpuszczalnych materiałów wybuchowych, nitrocelulozy obrobionej w sposób opisany powyżej, można otrzymać zapomocą ciskania przez gęste sita, materiał wybuchowy (prawie) wolny od wszelkich obcych zanieczyszczeń. Nitrocelulozy używanej powszechnie dotychczas nie można było poddawać tej operacji przetłaczania.

Zauważono także, że dzięki użyciu nitrocelulozy obrobionej w myśl wynalazku można wyrabiać materiały wybuchowe zawierające nitroglicerynę typu nierozpuszczalnego bez uciekania się do pomocy dodatkowych czynników galaretujących, w rodzaju przytoczonych w patentach angielskich Nr 4940/13 oraz Nr 4941/13; lecz czynność galaretowania można wykonać jedynie zapomocą ciepła i ciśnienia.

Nitrocelulozę, obrobioną w obecności wody w temperaturach przekraczających 100°C w sposób wskazany, można użyć zarówno do tej części, jak i do pierwszej części wynalazku.

Szczegóły obróbki, stanowiącej przedmiot niniejszego wynalazku, zależą od specjalnego charakteru nitrocelulozy użytej za materiał surowy, od składu prochu, jaki zamierza się wyrabiać, i od właściwości wymaganych od gotowego prochu.

Część pierwsza wynalazku polega na sposobie wytwarzania strzelniczych materiałów wybuchowych, polegającym na galaretowaniu nitrocelulozy zapomocą rozpuszczalnika lotnego, lub na połączeniu nitrocelulozy z innymi materiałami w obecności lotnego rozpuszczalnika nitrocelulozy, w którym nitrocelulozę ogrzewa się w obecności wody z domieszką, lub bez do-

mieszki kwasów, alkaliów lub soli w temperaturze powyższej 100°C .

Ta część wynalazku polega również na wytwarzaniu strzelniczych materiałów wybuchowych zawierających galaretową nitrocelulozę, przygotowanych zapomocą lotnego rozpuszczalnika, przyczem nitroceluloza składa się całkowicie lub częściowo z nitrocelulozy, która została poddana obróbce polegającej na ogrzewaniu z wodą, z dodatkiem lub bez dodatku kwasów, alkaliów, soli lub t. p. odczynników pod ciśnieniem przekraczającym jedną atmosferę.

Ta część wynalazku obejmuje strzelnicze materiały wybuchowe, zawierające galaretową nitrocelulozę, a wytwarzane jakimkolwiek z opisanych tu sposobów.

Część druga wynalazku polega w krótkości na sposobie przygotowywania strzelniczych materiałów wybuchowych, zawierających połączenie pod działaniem ciepła i ciśnienia nitrogliceryny i nitrocelulozy, które były ogrzewane w obecności wody z dodatkiem lub bez dodatku kwasów, alkaliów lub soli w temperaturze powyżej 100°C .

Wynalazek obejmuje strzelnicze materiały wybuchowe zawierające galaretową nitrocelulozę, a wytwarzane jakimkolwiek z opisanych tu procesów.

Przytaczamy poniżej w charakterze ilustracji przykład wykonania praktycznego pierwszej części wynalazku w zastosowaniu do wyrobu strzelniczego materiału wybuchowego, zawierającego galaretową nitrocelulozę.

23 kg nitrocelulozy przygotowanej i obrobionej sposobem wskazanym w patencie angielskim Nr 20413/13 łączy się z 11 kg eteru i 7 kg alkoholu przez $1\frac{1}{2}$ godzin. Otrzymany materiał plastyczny cedzi się w prasie karabinowej przez siatkę o 20 otworach na cm i przetłacza się przez oprawę (otwór) o średnicy 0,12 cm z iglicą środkową o średnicy 0,05 cm. Materiał przetłacza się szybko pod ciśnie-

niem 422 kg na cm², zbiera, tnie na ziarenka, suszy i t. d. Dla takiej samej ilości nitrocelulozy w tych samych warunkach pracy ze zwykłej nitrogliceryny jako surowca o tej samej zawartości azotu i jednakowej rozpuszczalności w mieszaninie eteru i alkoholu potrzebna ilość rozpuszczalnika wynosi 18 kg eteru i 12 kg alkoholu.

W tym wypadku, zaoszczędza się przede przy 23 kg nitrocelulozy 7 kg eteru i 5 kg alkoholu.

Przy zastosowaniu tej części wynalazku do wyrobu strzelniczego materiału wybuchowego typu rozpuszczalnego, zawierającego galaretowatą nitrocelulozę-nitroglicerynę, mieszaninę 24 kg nitrocelulozy przygotowanej w sposób opisany z 19 kg nitrogliceryny i 3 kg wazeliny miesza się z 5 kg eteru i 4 kg alkoholu przez 4 godziny, wkłada galaretowatą masę do małego cylindra prasy i przetłacza przez oprawkę w postaci szczeliny o wymiarach 0,05 cm przez 0,2 cm pod ciśnieniem 280 kg na cm². Ta sama ilość zwykłej nitrocelulozy surowej o tej samej zawartości azotu i rozpuszczalności w mieszaninie alkoholu i eteru wymaga rozpuszczalnika potrzebnego dla podobnych warunków pracy 11 kg alkoholu i 15 kg eteru.

W wypadku tym zaoszczędza się na 24 kg celulozy 10 kg eteru i 7 kg alkoholu.

Co się tyczy czasu obróbki, to okazuje się, że nitroceluloza przyrządzona w sposób powyższy w ciągu np. 6 do 20 godzin w 130° C nadaje się do celów wynalazku niniejszego, aczkolwiek nie wyczerpuje to granic jego zastosowań. W przybliżonych granicach można zgruba przyjąć, że podniesienie temperatury o każde 5° C skraca czas obróbki, potrzebny do wyprodukowania nitrocelulozy określonego i stałego gatunku, o połowę.

Dla ilustracji drugiej części wynalazku przedstawiony jest, tytułem przykładu wy-

konania, następujący proces przygotowania nitrocelulozy.

45 kg nitrocelulozy o zawartości azotu 12,36%, której roztwór uzyskany przez rozpuszczenie 4 gramów w 100 cm³ 95%-go acetonu posiada lepkość 50, rozpuszcza się w ilości 99,6% w mieszaninie eteru i alkoholu i przygotowuje w drodze azotowania zapomocą przestawiania i zanurza w 340 kg wody w autoklawie. Po zamknięciu tegoż w odpowiedni sposób podnosi się stopniowo temperaturę do 130° C i utrzymuje ją na tej wysokości przez 20 godzin, a następnie autoklawowi i jego zawartości pozwala się ostygnąć. Następnie nitrocelulozę wyjmuje się i płócze w wodzie, zobojeźnia alkalkjami i poddaje ponownemu płókanu w wodzie.

Co się tyczy czasu obróbki, to okazało się, że nitroceluloza przygotowana w powyższy sposób w ciągu np. 6 do 20 godzin w 130° nadaje się do celów niniejszego wynalazku, aczkolwiek wskazówki te nie wyczerpują granic warunków pracy. Zgruba można uznać za ogólne prawidło, że podniesienie temperatury o każde 5° C skraca czas obróbki, potrzebny do wytworzenia nitrocelulozy o określonych i stałych właściwościach, o połowę.

23 kg nitrocelulozy zawiesza się, następnie miesza się w 136 kg wody i do tego dodaje się stopniowo roztworu 4 kg fenolobenzolo-uretanu w 19 kg nitrogliceryny, przyczem nitrocelulozę kłóci się sprężonym powietrzem. Kłócenie to trwa godzinę, poczem odsąca się wodę. Wilgotną mieszaninę nitrocelulozy i innych domieszek przepuszcza się kilkakrotnie przez walce nieogrzewane, podczas gdy nitroceluloza typu normalnego wymaga walców ogrzewanych.

Podczas walcowania materiał wiąże się w nieprzezroczyste arkusze zawierające około 5% wody. Następuje potem suszenie w temperaturze około 45° C, aż do chwili, gdy zawartość wilgoci zredukuje

się do 0,5%. Podczas suszenia arkusz przetwarza się w prawie czystą galaretowatą masę, którą można bez dalszej obróbki przenieść do ogrzewanego cylindra prasy, gdzie się ją filtruje przez siatkę z pobielonej stali o 24 oczkach na centymetrze i przetłacza przez metalową płytkę dźwigającą oprawki, z których każda posiada średnicę otworu równą 0,05 cm. W temperaturze przeciskania równej 80° C można wyciągnąć 0,9 kg nitki na minutę pod ciśnieniem 492 kg na cm².

Dla porównania należy zaznaczyć, że w wypadku nitrocelulozy o tej samej zawartości azotu i rozpuszczalnej całkowicie w eterze i alkoholu mieszanina nitrocelulozy i innych domieszek przygotowana w sposób poprzednio opisany rozwałcowywuje się pod gorącymi walcami w temperaturze 50° C, wymagając znacznego przeciągu czasu, zanim zawartość wilgoci spadnie do 5—10%. Krótki nieprzezroczysty „placcek” otrzymany w ten sposób należy następnie wysuszyć w piecu w temperaturze 47° C, następnie przepuścić przez walce i walcowaniem w temperaturze 60° C przemienić w galaretowatą masę, a następnie złożyć do gorących cylindrów prasy. W temperaturze 80° C i pod ciśnieniem sięgającym 842 kg na cm² cedzenie materiału przez siatkę o 24 otworkach na centymetrze nie jest możliwe. Stosując oprawki już opisane można wycisnąć mniej niż 20g na minutę pod ciśnieniem 773 kg na cm² i w temperaturze roboczej 80° C.

W celu wyrobu prochu artyleryjskiego, któryby nie wywoływał znaczniejszego nadżerania działa, używany jest sposób następujący:

66 części bawełny strzelniczej, przygotowanej w sposób opisany w pierwszym przykładzie drugiej części wynalazku, zawieszono w 400 częściach wody i skłócono sprzężeniem powietrzem. Mieszanina 25 części nitrocelulozy i 9 części fenolo-benzolo-uretanu dodaje się stopniowo, a kłó-

cenie podtrzymuje w ciągu godziny. Zawartość mieszała spuszcza się do wielkich sit, gdzie woda zostaje odcedzona, a pozostała na sitach pasta zebrana i walcowana pomiędzy chłodnymi walcami aż do utworzenia ścisłego arkusza. Arkusz ten galaretuje się całkowicie zapomocą rozwałcowywania go na ciepłych walcach w temperaturze około 60° C. Materiał otrzymany w ten sposób, umieszcza się w zaopatrzonym w płaszcz cylindrze prasy hydraulicznej, chłodzonym do 85° C wodą, krążącą pomiędzy cylindrem i płaszczem. Dalej materiał przetłacza się przez oprawkę o wymiarach równych 0,010 cala. Otrzymuje się w ten sposób ścisłą dobrze wykończoną nitkę.

Jeżeli użyć bawełny strzelniczej bez uprzedniego ogrzewania z wodą pod ciśnieniem, jak opisano powyżej, to nie powstałby nigdy galaretowaty i nadający się do odnośnych celów produkt o składzie procentowym podanym powyżej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wyrobu strzelniczych materiałów wybuchowych w drodze galaretowania nitrocelulozy zapomocą lotnego rozpuszczalnika, znamienny tem, że użytą nitrocelulozę ogrzewa się całkowicie lub częściowo w obecności wody z dodatkiem lub bez dodatku kwasów, alkaliów lub soli w temperaturze powyżej 100° C.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny zastosowaniem nitrogliceryny łącznie z nitrocelulozą.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, a mianowicie sposób wyrobu strzelniczego materiału wybuchowego z nitrocelulozy i nitrogliceryny połączonych pod działaniem ciepła i ciśnienia, znamienny tem, że nitrocelulozę ogrzewa się w całości lub częściowo w obecności wody z dodatkiem lub bez dodatku kwasów, alkaliów lub soli w temperaturze powyżej 100° C

4. Odmiana sposobu według zastrz. 3, znamienna tem, że mieszaninę koloidalną walcuje się (np. w arkusze) w walcach nieogrzewanych.

5. Sposób według zastrz. 3 lub 4, znamienny tem, że połączenie materiałów zachodzi w obecności nielotnego stabilizatora lub nielotnego czynnika galaretującego lub obu razem lub wreszcie w obecności ciała łączącego obie te własności.

6. Sposób według zastrz. 3, 4 lub 5, znamienny tem, że zawartość nitroglicery-

ny nie przekracza 40% materiału wybuchowego.

7. Sposób według zastrz. 3, 4 lub 5, znamienny tem, że zawartość nitrogliceryny zostaje obniżona np. do 25%.

8. Sposób według zastrz. 3—6, znamienny tem, że galaretowane materiały wybuchowe cedzi się przez sita.

Nobel's Explosives Company
Limited.

Zastępca: K. Czempiński,
rzecznik patentowy.