

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

N° 80 15411

⑭ Procédé pour produire des explosifs à la nitroglycérine.

⑮ Classification internationale (Int. Cl. ³). C 06 B 21/00, 25/10.

⑯ Date de dépôt..... 10 juillet 1980.

⑰ ⑱ ⑲ Priorité revendiquée : Pologne, 10 juillet 1979, n° P-217041; 3 juin 1980, n° P-224736.

⑳ Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 5 du 30-1-1981.

㉑ Déposant : ZAKLADY TWORZYW SZTUCZNYCH « NITRON-ERG », résidant en Pologne.

㉒ Invention de : Marian Ambrozek, Joachim Grzesiek, Zygmunt Borosz et Jan Guga.

㉓ Titulaire : *Idem* ㉑

㉔ Mandataire : Cabinet Plasseraud,
84, rue d'Amsterdam, 75009 Paris.

Procédé pour produire des explosifs à la nitroglycérine

La présente invention concerne un procédé pour produire des explosifs à la nitroglycérine, utiles pour broyer les roches et ne risquant pas de provoquer des explosions de poussier et de méthane. L'invention convient à la production d'explosifs, en particulier de ceux dont la teneur en substances explosives liquides est supérieure à 20 % en poids.

Un procédé connu pour produire les explosifs à la nitroglycérine est le suivant : on mélange avec précaution les explosifs liquides, c'est-à-dire la trinitroglycérine et/ou le nitroglycol et de la nitrocellulose puis on mélange soigneusement. Lorsque le gel devient rigide, on ajoute les composants absorbants et on mélange. On introduit la matière mélangée dans des cartouches de papier ou de matière plastique.

Un inconvénient des explosifs à la nitroglycérine que l'on prépare ainsi, est la variation de leurs propriétés de tir en cours de conservation. Cette variation constitue un inconvénient important et elle se manifeste principalement par une diminution considérable de la transmission de la détonation et de la sensibilité.

La diminution de la sensibilité ou de l'initiation est souvent si élevée que l'on ne peut effectuer l'amorçage avec un détonateur. Par conséquent, après un stockage trop prolongé, la matière n'est plus utilisable et doit être détruite. Les explosifs à la nitroglycérine produits selon le procédé connu présentent une durée maximale de stockage de trois mois.

Un autre inconvénient des explosifs produits selon le procédé connu est l'exsudation de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol pendant le stockage. Le gel fraîchement préparé de nitroglycérine et/ou de nitroglycol et de nitrocellulose est rigide. La rigidité du gel s'explique par l'activité mécanique des fibres de nitrocellulose incomplètement dissoutes que contient le gel. Au cours du temps, par

suite de l'effet de dissolution de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol, ces fibres sont ramollies, leur rigidité diminue et également leur pouvoir d'absorption de la nitrocellulose et/ou du nitroglycol diminue. Si on soumet un tel gel à l'effet d'une pression ou d'un changement de température, les particules de nitroglycérine et/ou de nitroglycol sont isolées du gel ce qui constitue l'exsudation de la nitroglycérine.

L'essence de l'invention réside dans l'utilisation dans le procédé de préparation d'explosifs à la nitroglycérine, de la découverte inattendue que la tendance à la dissolution de l'air dans la nitroglycérine diminue rapidement aux températures supérieures à 20°C. Pour tirer parti de cet effet, on doit effectuer l'opération de dissolution de la nitrocellulose dans la nitroglycérine, que l'on appelle gélification, à une température inférieure à 20°C, en assurant simultanément au cours de la gélification, une augmentation suffisante de la surface de la nitroglycérine et un contact constant de la surface ainsi augmentée et de l'air. Au lieu de nitroglycérine, on peut utiliser du nitroglycol ou de préférence des mélanges de nitroglycérine et de nitroglycol. Dans le cas où on utilise le nitroglycol, la température en dessous de laquelle la tendance à la dissolution de l'air dans le nitroglycol diminue rapidement s'abaisse à 15°C. Pour des mélanges dans un rapport de la nitroglycérine au nitroglycol de 1/1 ou plus, cette température est aussi en pratique égale à 20°C. L'oxygène accroît les capacités chimiques de la nitrocellulose à absorber la nitroglycérine et/ou le nitroglycol, assure au gel une pression osmotique supérieure et accroît l'aptitude de la nitrocellulose à absorber la nitroglycérine et/ou le nitroglycol. Simultanément, l'oxygène accroît la tendance à la dissolution de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol dans les fibres de nitrocellulose si bien que dans le processus de gélification, il n'y a pas de stade de formation d'un gel rigide transitoire.

On mélange le gel ainsi préparé de nitroglycérine et/ou de nitroglycol et de nitrocellulose avec les composants restants de l'explosif, on brasse et on introduit dans

des cartouches en papier ou en plastique à une température inférieure à 20°C. On soumet l'explosif mis en cartouche, de préférence dans les emballages d'expédition, à une maturation à une température supérieure à 20°C pendant une durée d'au
5 moins 7 jours.

Par suite du brassage du mélange gélifié de nitroglycérine et/ou de nitroglycol et de nitrocellulose formé au préalable, le composant granulaire de l'explosif est recouvert d'une couche mince. Lors de la maturation à la
10 température supérieure à 20°C, la gélification de ce mélange s'accroît sur les composants granulaires de l'explosif si bien qu'il se forme simultanément des bulles d'air microscopiques qui par suite de la grande viscosité du gel en cours d'évolution, ne migrent pas à la surface de la couche, mais
15 forment une phase séparée dans ce gel.

Selon le procédé de l'invention on opère de la façon suivante : on mélange avec précaution de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol et de la nitrocellulose et on brasse soigneusement à une température inférieure à 20°C
20 de telle sorte que la surface de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol en contact avec l'air soit au moins cinq fois supérieure à la surface de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol au repos avant le début du brassage. On ajoute les
25 composants restants de l'explosif au mélange ainsi préparé et on brasse. On introduit la matière obtenue dans des cartouches en papier ou en matière plastique, on place dans des emballages et des cartons et on effectue une maturation à une température supérieure à 20°C pendant une durée d'au moins 7 jours.

30 L'explosif conserve ses propriétés de tir pratiquement sans changement pendant une durée d'au moins un an et demi.

Selon un autre procédé de l'invention on opère de la façon suivante : on mélange avec précaution de la
35 nitroglycérine et/ou du nitroglycol et de la nitrocellulose et on brasse soigneusement de telle sorte que la surface de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol en contact avec l'air soit au moins cinq fois supérieure à la surface de la

nitroglycérine et/ou du nitroglycol au repos avant le début du brassage. On ajoute les composants restants du mélange et on brasse. On place la matière obtenue dans des cartouches de papier ou de matière plastique au plus tard huit heures après le
5 le mélange de l'explosif et on met les cartouches dans des emballages ou des cartons.

La nitroglycérine et/ou le nitroglycol sont des explosifs puissants sensibles aux chocs mécaniques et très dangereux lors du brassage. De préférence on brasse la
10 nitroglycérine et/ou le nitroglycol avec la nitrocellulose pour assurer une augmentation au moins quintuple de la surface du liquide à mélanger, mécaniquement, sans participation de l'homme, de la façon suivante : on introduit la nitrocellulose et la nitroglycérine et/ou le nitroglycol dans un mélangeur
15 ayant la forme d'une auge horizontale avec un fond hémicylindrique. On place dans l'auge un agitateur constitué d'un arbre horizontal portant une série de disques plats équidistants. L'axe de l'arbre coïncide avec l'axe du fond de l'auge. L'agitateur est entraîné mécaniquement et on le met en marche à
20 une distance assurant la sécurité. Lors de la rotation de l'arbre, les disques entraînent les composants à brasser et les soulève et dans la phase suivante de la rotation, les composants mélangés coulent en couche mince sur les disques avec la totalité de leur surface en contact avec l'air. On peut
25 pour améliorer l'efficacité du brassage et de l'accroissement de la surface, utiliser des anneaux plats montés sur l'arbre par des bras plats, le plan des anneaux étant perpendiculaire à l'axe de l'arbre.

Les exemples non limitatifs suivants illustrent
30 le procédé de l'invention.

EXEMPLE 1

Dans une cuve horizontale ayant un fond hémicylindrique, on introduit 23 kg. d'un mélange de nitroglycérine et de nitroglycol dans le rapport de 1/1 et 0,8 kg de nitrocellulose. On introduit ensuite dans la cuve un agitateur constitué
35 d'un arbre horizontal sur lequel est montée de façon fixe une série de bras plats. La distance entre les anneaux et le fond est égale à 2 cm et leur angle d'inclinaison par rapport

à l'arbre de 70°. La distance entre les anneaux est de 5 cm. On fait tourner l'agitateur autour de son axe pendant 15 minutes à la vitesse de 15 tr/min. On effectue le mélange à 15°C. On recueille deux échantillons de 100 g chacun du liquide
5 dense obtenu. On soumet le premier échantillon à une gélification complémentaire à 15°C pendant 20 jours. On soumet le second échantillon à une gélification complémentaire pendant une période de 20 jours à 40°C. Après cette période, les deux échantillons sont sous forme d'un gel élastique, le gel obtenu
10 à la température de 15°C ayant une masse volumique de 1,478 g/cm³ et celui obtenu à la température de 40°C une masse volumique de 1,220 g/cm³. La section de ces gels présente des pores à peine visibles au microscope.

Ensuite on retire l'agitateur et on place le
15 liquide épais dans un bassin rond, on ajoute les composants restants de l'explosif, c'est-à-dire 69,2 kg de nitrate d'ammonium, 6 kg de dinitrotoluène et 1 kg de farine de bois, et on mélange la charge au moyen de deux agitateurs verticaux pendant 12 minutes. On place la matière ainsi obtenue qui a
20 une consistance plastique et molle dans des cartouches en papier ayant un diamètre de 32 mm par portions de 150 g. Les propriétés de tir de la matière, 5 heures après la mise en cartouches sont les suivantes: accroissement de volume dans l'épreuve au bloc de plomb : 320 ml, vitesse de détonation :
25 2 800 m/s, transmission de la détonation : 3 cm, force relative d'explosion : 70 %, initiation : détonateur n° 2. Les propriétés de tir après 15 jours de stockage à 30°C et à 65 % d'humidité relative sont les suivantes : accroissement de volume dans l'épreuve au bloc de plomb : 370 ml vitesse de
30 détonation : 3 400 m/s, transmission de la détonation : 6 cm, force relative d'explosion : 80 %, initiation : détonateur n° 1, pas d'exsudation notée.

La matière ci-dessus après 15 mois de conservation dans une pièce à 23°C et à 80% d'humidité relative présente les propriétés de tir suivantes : accroissement de
35 volume dans l'épreuve au bloc de plomb : 350 ml, vitesse de détonation : 3 200 m/s, transmission de la détonation : 9 cm, force relative d'explosion : 80 % initiation : détona-

teur n° 1, pas d'exsudation notée, test de congélation et décongélation : satisfaisant .

EXEMPLE 2

Dans une cuve horizontale ayant un fond hémicylin-
5 drique on introduit : 23 kg d'un mélange de nitroglycérine et
de nitroglycol dans la proportion pondérale de 1/1 et 0,8 kg
de nitrocellulose; on introduit ensuite dans la cuve un agi-
tateur constitué d'un arbre horizontal sur lequel est montée
une série de bras plats fixes; la distance entre les anneaux
10 et la paroi du fond est de 2 cm et l'angle d'inclinaison des
anneaux sur l'arbre est de 70°. La distance entre les anneaux
est de 5 cm. On fait tourner l'agitateur autour de son axe
pendant 15 minutes à la vitesse de 15 tr/min.

Ensuite on retire l'agitateur, on place le liqui-
15 de épais dans un bassin rond, on ajoute les composants res-
tants de l'explosif, c'est-à-dire 69,2 kg de nitrate d'ammo-
nium, 6 kg de nitrotoluène et 1 kg de farine de bois et on
mélange la charge avec deux agitateurs verticaux pendant 12
minutes. On place la matière obtenue qui a une consistance
20 plastique et molle dans des cartouches de papier ayant un dia-
mètre de 32 mm par portions de 150 gr. Les propriétés de tir
de la matière le troisième jour après la mise en cartouche
sont les suivantes : accroissement de volume dans l'épreuve
au bloc de plomb : 360 ml, vitesse de détonation 3 200 m/s,
25 transmission de la détonation 7 cm, force relative d'explosion
sion : 80 %, initiation : détonateur n° 1, pas d'exsudation
notée.

Cette matière après 9 mois de conservation dans
une pièce à 23°C et 80 % d'humidité relative présente les
30 propriétés de tir suivantes : accroissement de volume dans
l'épreuve au bloc de plomb : 355 ml, vitesse de détonation :
3 120 m/s, transmission de la détonation : 6 cm, force rela-
tive d'explosion : 78 % , initiation : détonateur n° 1, pas
d'exsudation notée. Test de congélation et décongélation :
35 satisfaisant.

EXEMPLE 3

On prépare un explosif comme dans l'exemple 1
à l'exception de la composition qui est la suivante : nitro-
glycérine et nitroglycol dans la proportion de 1/1 : 45 kg,

nitrocellulose : 2 kg, nitrate d'ammonium : 49 kg, dinitro-
toluène : 2 kg, farine de bois : 2 kg. Les propriétés de tir le
troisième jour après la mise en cartouches sont les suivantes:
accroissement de volume dans l'épreuve au bloc de plomb : 428 ml,
5 vitesse de détonation : 6 200 m/s, transmission de la détona-
tion : 11 cm, force relative d'explosion : 95 %, initiation :
détonateur n° 1, pas d'exsudation notée. Les propriétés de tir
après 20 mois de stockage dans une pièce à 25°C et 70 % d'hu-
midité relative sont les suivantes : accroissement de volume
10 dans l'épreuve au bloc de plomb : 450 ml, vitesse de détona-
tion : 6 000 m/s, transmission de la détonation : 8 cm, force
relative d'explosion 95 %, initiation : détonateur n° 1, pas
d'exsudation, notée. Test de congélation et décongélation :
satisfaisant.

REVENDEICATIONS

1 - Procédé pour produire des explosifs à la nitroglycérine consistant à préparer un gel explosif de nitroglycérine et/ou de nitroglycol et de nitrocellulose,
5 ajouter à ce gel les composants restants de l'explosif, mélanger et placer dans des cartouches de papier ou de matière plastique, caractérisé en ce que la surface de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol lors du mélange avec la nitrocellulose est au moins cinq fois supérieure à la surface de
10 la nitroglycérine et/ou du nitroglycol avant le début du mélange, qu'on effectue la gélification de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol jusqu'à obtention d'un composé semi-liquide, ce composé étant ensuite mélangé avec les composants restants de l'explosif et brassé jusqu'à obtention d'un mé-
15 lange homogène et en ce qu'on met ce mélange en cartouches moins de huit heures après sa production.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on effectue la gélification de la nitroglycérine et/ou du nitroglycol à une température inférieure à 20°C jusqu'à
20 obtention d'un composé semi-liquide que l'on mélange ensuite avec les composants restants de l'explosif et qu'on brasse jusqu'à obtention d'un mélange homogène et en ce qu'on met ce mélange en cartouches et on le soumet à une maturation à une température supérieure à 20°C pendant une durée d'au
25 moins 7 jours.

3 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on mélange la nitroglycérine et/ou le nitroglycol avec la nitrocellulose dans un mélangeur horizontal ayant un fond hémicylindrique, que des éléments d'agitation tournent selon
30 l'axe de symétrie du fond en entraînant les composants à mélanger et en les soulevant pour que, dans la phase suivante de la rotation, les composants mélangés coulent en une couche mince sur les éléments de l'agitateur pour revenir au fond du mélangeur.

35 4 - Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on mélange la nitroglycérine et/ou le nitroglycol avec la nitrocellulose dans un mélangeur horizontal ayant un fond hémicylindrique, que des éléments d'agitation tournent selon

l'axe de symétrie du fond en entraînant les composants à mélanger et en les soulevant pour que dans la phase suivante de la rotation, les composants mélangés coulent en une couche mince sur les éléments de l'agitateur pour revenir au fond du
5 mélangeur.