

ROMANIA

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București



(11) Nr. brevet: **108677 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 06 C 7/02

(12)

BREVET DE INVENTIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **143895**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **25.01.90**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
29.07.94 BOPI nr. 7/94

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 98588; FR 2464932; 2216248

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **Intreprinderea Mecanică Sadu, Bumbesti- Jiu, județul Gorj , RO**

(73) Titular: (72)

(72) Inventatori: **Popescu Gheorghe, Târgu- Jiu, județul Gorj, RO**

(54) **Compoziție antigrizutoasă, pentru întârziatori milisecundă și procedeu de obținere a acesteia**

(57) Rezumat: Invenția se referă la o compoziție antigrizutoasă, pentru întârziatori milisecundă și la procedeul de obținere a acesteia, în așa fel, încât viteza de ardere a acesteia, pe unitatea de lungime și timpul de întârziere total, al detonării capselor miniere, în care se montează, să aibă dispersie mică, iar timpul de întârziere, nominal, dintre două trepte consecutive, să fie de 32 ms. Compoziția are la bază o pereche de elemente carburante, alese dintre stibiu cristalin și sulf ortorombic, ambele de

înalță puritate, asociate cu peroxid de plumb, ca oxidant, măcinate, în prealabil, până la un grad de finețe, corespunzător. Procedeul pentru obținerea compoziției constă în omogenizări suplimentare, prin cicluri de malaxare-vâlțuire, urmate de o granulare în stare umedă, la granulații cuprinse între 0,16 și 0,4 mm. Invenția se utilizează la încărcarea întârziatorilor milisecundă, pentru capse detonante, electrice, antigrizutoase.

Revendicări: 4

RO 108677 B1



Invenția de față se referă la o compoziție antigrizutoasă, pentru întârzierii milisecundă, ai capselor detonante electrice și la un procedeu pentru obținerea acesteia.

În scopul obținerii unei compoziții antigrizutoase, pentru întârzierii milisecundă se cunoaște un procedeu, conform căruia, carburantul (stibiu) și oxidanții (perclorat de potasiu, cromat de plumb), după măcinare, uscare și cernere, fracțiunile "produs fin" sunt omogenizate într-un amestecător special, malaxate cu un lac de nitroceluloză, iar pasta obținută este zvântată, amestecată, frământată, uscată și măcinată grosier într-o moară, produsul final rezultând sub formă de granule. Compoziția astfel obținută, se dozează și se presează în corpi întârzierii, de diferite lungimi, în funcție de treapta de întârziere dorită.

Procedul are următoarele dezavantaje:

- pentru aprinderea compoziției presate în corpi întârzierii sunt necesari inflamatori de construcție specială ce dezvoltă energii și presiuni mari.

- timp de inducție, la aprindere, mare, datorită cromatului de plumb din compoziție.

- compoziția fiind în stare uscată, prezintă pericol de aprindere la granulara prin măcinare, întrucât în compoziție are perclorat de potasiu.

- necesită uscări suplimentare datorită higroscopicității percloratului de potasiu.

În același scop, mai este cunoscut un procedeu, conform căruia, carburantul (ferosiliciu) și oxidantul (miniu de plumb), după măcinare, sortare prin hidrofugare în "produs fin", "produs filtru" și "produs grosier" sunt uscate, fracțiunile "produs fin" sunt omogenizate într-un amestecător special, după care sunt presate cu 300 ... 400 barri/cm² în pastile cilindrice cu greutatea de 30 ... 60 g. Pastilele sunt măcinate grosier, într-o moară specială, iar granulele obținute se dozează în corpi întârzierii, de diferite lungimi, în funcție de treapta de întârziere dorită, peste o bilă ce obturează canalul de acces la încărcătura de inițiere.

Procedul prezintă următoarele dezavantaje:

- compoziția nu are proprietăți antigrizutoase, iar produsele de ardere, ale acesteia, dezvoltă temperaturi de peste 1300°C

și perioadă lungă de răcire.

- protecția antigrizutoasă este asigurată de către o bilă, așezată în canalul de acces la încărcătura de inițiere.

- presarea preliminară, a compoziției întârziatoare, în pastile cilindrice, de dimensiuni mari, permite obținerea, după granulara prin măcinare, a granulelor cu densități variabile.

- dispersii în viteza de ardere a întârzierii pe unitatea de lungime.

Scopul invenției este acela de a realiza o compoziție pirotehnică, întârziatoare, cu proprietăți antigrizutoase, care să poată fi utilizată la încărcarea corpurilor întârzierii, ale tuturor tipurilor de capse miniere, milisecundă, pentru medii inflamabile și neinflamabile.

Problema, pe care o rezolvă invenția, este stabilirea unei asocieri între componenți și parametri optimi de lucru, în vederea realizării scopului propus.

Compoziția conform invenției înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că folosește o pereche de elemente carburante, constituite din stibiu cristalin, cu puritatea de minimum 99,65% și sulf ortorombic cu puritatea de minimum 99,90%, asociate cu un oxidant, constituit din peroxid de plumb, cu puritatea de minimum 97% și un liant, constituit din nitroceluloză cu peste 12% azot.

Procedul pentru obținerea compoziției, constă în aceea că, după măcinare, componenții se sortează pe mărimi de particule prin hidrofugare, omogenizarea acestora se execută mai întâi în stare uscată după care se face o omogenizare suplimentară prin 2 ... 3 cicluri de malaxare-văltuire, cu liantul de nitroceluloză, urmate de o granulare umedă, a amestecului, la granulații mai mici de 0,4 mm și uscare în camere cu aer cald la 40 ... 50°C.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- produsele de ardere ale compoziției nu dezvoltă temperaturi mai mari de 760°C;

- are în compoziție substanțe cu punct de topire mai mic de 630°C;

- se pot obține 12 trepte de întârziere, cu 32 ms între treptele consecutive, utilizând compozițiile de la exemplele 1 și 2, dirijând viteza de ardere a acestora din cantitatea de compoziție pe o dozare, lungimea corpului întârzierii și tipul compoziției;

- abaterea de la valoarea nominală a timpului de întârziere pe treaptă este mai mică de ± 7 ms;

- omogenizarea avansată a componentilor prin operațiile suplimentare de 5 vâlțuire;

- se elimină aprinderea compoziției în fazele de granulare;

- reducerea ciclului total de fabricație;

- utilizează materiale nehigroscopice. 10

În continuare, se dau două exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Stibiul măcinat se sortează în "produs fin", cu mărimea particulelor de maximum 0,05 mm, "produs 15 filtru", cu mărimea particulelor mai mare de 0,05 mm și mai mică de 0,08 mm, "produs grosier", cu mărimea particulelor mai mare de 0,08 mm, după care, separat, cele trei sorturi se usucă în camere cu aer cald, sau etuve cu 20 vid la 40 ... 50°C.

Se procedează în același mod cu peroxidul de plumb și sulf.

Se amestecă, timp de 1,5 h, 70 părți stibiu, "produs fin", cu 30 părți stibiu, 25 "produs filtru", constituind 37,5% din amestec, cu 70 părți peroxid de plumb, "produs fin", cu 30 părți peroxid de plumb, "produs filtru", constituind 55,12% din amestec, după care se amestecă încă 2 h cu 30 7,38% sulf, "produs fin". După omogenizarea uscată, amestecul format se malaxează cu liantul, constituit din lac de nitroceluloză 0,5%,

se vâlțuiește, apoi urmează încă două cicluri de malaxare vâlțuire. Amestecul se umectează, după fiecare vâlțuire, cu un dizolvant, constituit din 40 părți acetat de amil, 40 părți dibutil ftalat și 20 părți acetonă. După ultima vâlțuire, amestecul se trece prin sita unui granulator, cu latura ochiului conform STAS 1077 - 67, de 0,4 mm.

Granulele obținute se usucă în camere cu aer cald sau etuve cu vid, la 40 ... 50°C, se elimină prin cernere praful cu dimensiunea particulei mai mică de 0,16 mm.

Funcție de treapta de întârziere dorită, se presează în corpi întârziatori la 300 ... 400 barri/cm², câte una sau mai multe doze din compoziție, în așa fel încât să se obțină o coloană cu $\phi + 3,28$ mm și densitate constantă pe toată lungimea. După presarea întârziatorilor în capse detonante cu tub din cupru și montarea dispozitivelor electrice de aprindere, se obțin, pentru compoziția întârziatoare, caracteristicile din tabelul 1, anexat.

Exemplul 2. Componentii se sortează, se usucă și se păstrează proporțiile între fracțiunile "produs fin", "produs filtru", la fel ca în exemplul 1, după care se amestecă, în stare uscată, timp de 1,5 h, 32,36% stibiu, cu 63,40% peroxid de plumb. Amestecului format i se adaugă 4,24% sulf, fracțiunea "produs fin" și se omogenizează încă două ore în stare uscată.

Tabelul nr. 1

Nr. crt.	Caracteristici	UM	Performanțe	
			Ex. 1	Ex. 2
1.	Densitate	g/cm ³	2,84	2,96
2.	Înălțime coloană/60 mg amestec	mm	2,50	2,40
3.	Timp inducție	ms	8,1	12,8
4.	Timp ardere/2,5 mm coloană	ms	31,40	43,10
5.	Timp ardere/10 mm coloană	ms	109,05	151,10
6.	Viteză ardere/2,5 mm coloană	cm/s	7,96	5,80
7.	Viteză ardere/10 mm coloană	cm/s	9,17	6,62
8.	Temperatură de aprindere	°C	185,00	200,00
9.	Temperatura maximă a prod. de ardere	°C	760,00	760,00
10.	Dispersia timpului de ardere	ms	12,50	14,00
11.	Siguranța în atmosferă inflamabilă	%	100	100

După omogenizarea uscată, amestecul format, se malaxează-vălțuește, apoi se malaxează cu liant, constituit din lac de nitroceluloză 0,5%, în mai multe cicluri și se încarcă în corpi întârziatori, la fel ca în exemplul 1.

După presarea întârziatorilor în capse detonante cu tub din cupru și montarea dispozitivelor electrice, de aprindere, se obțin, pentru compoziția întârziatoare, caracteristicile din tabel.

Din tabel, rezultă că la proporții stoichiometrice, ale componentilor prezenți în exemplele 1 și 2, viteza de ardere a compoziției este reglată de cantitatea de sulf care participă la reacție pentru formarea sulfurii de stibiu.

Cu cât cantitatea de sulf din compoziție este mai mare, cu atât mai mare este viteza de ardere a amestecului și mai mic timpul de inducție la aprindere.

Totodată sulful acționează asupra vitezei de oxidare a stibiului și plumbului.

Invenția a fost realizată fizic, constituind un procedeu de realizare simplă și cu performanțe deosebite, a compoziției întârziatoare, care în asociere cu corpul întârziator, în care se presează, constituie un element de bază al capselor detonante electrice și totodată un mijloc de realizare al programului de asimilare al capselor milisecundă.

Compoziția întârziatoare, conform descrierii, a fost realizată, în două variante, cu viteze de ardere diferite (prima compoziție pentru treptele de întârziere 1 ... 6, iar cea de-a II-a pentru treptele 7...12).

În tabelul 2, de mai jos, se prezintă lungimea coloanei întârziatoare (cu toate caracteristicile constructive), pentru fiecare treaptă în parte, care asigură un timp de întârziere, între două trepte consecutive, de 32 ms.

Tabelul nr. 2

Temperatura	Lungime coloană întârziator	Lungime coloană /treaptă (mm)	Lungime corp întârziator (mm)	Φ coloană întârziator (mm)	Timp întârziator /treaptă (ms)
1	1,89	1,89	$10,89 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	32 ± 7
2	4,50	2,25	$13,50 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	64 ± 7
3	7,15	2,38	$16,15 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	96 ± 7
4	9,81	2,45	$18,81 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	128 ± 7
5	12,47	2,49	$21,47 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	160 ± 7
6	15,40	2,56	$24,14 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	192 ± 7
7	17,84	2,54	$26,84 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	224 ± 7
8	20,40	2,55	$29,40 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	256 ± 7
9	23,04	2,56	$32,04 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	288 ± 7
10	25,83	2,58	$34,83 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	320 ± 7
11	28,36	2,57	$37,36 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	352 ± 7
12	31,03	2,58	$40,03 \pm 0,02$	$3,28 \pm 0,01$	384 ± 7

Compoziția întârziatoare a fost presată în corpi din zinc, obținuți prin procedeul de turnare sub presiune.

Tot în acești corpi s-a presat pe o lungime de 9 mm și încărcătura de inițiere.

Compoziția întârziatoare a fost împărțită în doze de câte 60 mm/treaptă și presată la 300 ... 400 barri/cm². Corpii întârziatori astfel obținuți au fost introduși, în capse detonante,

cu tub din cupru, la care s-a montat dispozitiv electric de aprindere cu pilula pe bază de picraminat de plumb, miniu de plumb și silicocalciu.

Prin utilizarea în construcția capselor detonante, a întârziatorilor ce conțin compoziția din prezenta invenție, se poate trece la fabricarea mijloacelor de inițiere antigrizutoase și negrizutoase pentru industria extractivă.

Revendicări

1. Compoziție antigrizutoasă, pentru întârzieri milisecundă, **caracterizată prin aceea că**, în scopul asigurării calităților antigrizutoase ale capselor detonante, pentru lucrări miniere cu atmosferă inflamabilă, este constituită dintr-un carburant stibiu cristalin, cu puritatea de minimum 99,65%, în amestec cu sulf ortorombic, cu puritatea de minimum 99,90%, dintr-un oxidant peroxid de plumb, cu puritatea de minimum 98%, liante cu lac de nitroceluloză 0,5% cu grad de nitrare al acesteia, mai mare de 12%.

2. Compoziție conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că**, folosind ca element de accelerare și de reglare, a vitezei de ardere, 7,38% sulf ortorombic, procentul de stibiu cristalin este de 37,5%, iar procentul de peroxid de plumb este de 55,12%, pentru

viteze de ardere de 7,96 cm/s, la 2,5 mm coloană și 9,17 cm/s la 10 mm coloană.

3. Compoziție conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că**, folosind ca element de accelerare și reglare a vitezei de ardere, 4,24% sulf ortorombic, procentul de stibiu cristalin este de 32,36%, iar procentul de peroxid de plumb este de 63,40%, pentru viteze de ardere de 5,80 mm/s, la 2,5 mm coloană și 6,62 cm/s la 10 mm coloană.

4. Procedeu pentru obținerea unei compoziții, conform revendicărilor 1 ... 3, prin omogenizare, malaxare și granulare, **caracterizat prin aceea că**, în scopul obținerii unei viteze de ardere cu dispersii mici pe unitatea de lungime, se efectuează o omogenizare suplimentară prin 2 ... 3 cicluri de malaxare- vâlțuire, urmate de o granulare umedă, a amestecului, la granulații cuprinse între 0,16 ... 0,4 mm.

Președintele comisiei de examinare: biolog Nicola Nicolin

Examinator: chim. Iliescu Octavian

