



**NORGE**

(19) [NO]

STYRET FOR DET  
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **NR. 150077**

[C] (45) **PATENT MEDDELT**  
**15. AUG. 1984**

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 06 B 47/14

- |                                    |   |                                   |   |
|------------------------------------|---|-----------------------------------|---|
| (21) Patentsøknad nr.              | 802500  | (86) Internasjonal søknad nr.     | -   |
| (22) Inngivelsesdag                | 22.08.80  | (86) Internasjonal inngivelsesdag | -   |
| (24) Løpedag                       | 22.08.80  | (85) Videreføringdag              | -   |
| (62) Avdelt/utskilt fra søknad nr. |   | (41) Alment tilgjengelig fra      | 19.03.81  |
|                                    |   | (44) Utlegningsdag                | 07.05.84  |
| (71)(73) Søker/Patenthaver         | IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,<br>Imperial Chemical House,<br>Millbank, London SW1P 3JF,<br>England. | (72) Oppfinner                    | JAMES ALEXANDER ENEVER, Kilmarnock, Ayrshire,<br>HUGH SANDFORD PATON, Irvine, Ayrshire,<br>Skottland. |
| (74) Fullmektig                    | Siv.ing. Sigrun E. Græsbøll,<br>Bryn & Aarflot A/S, Oslo.   | (30) Prioritet begjært            | 18.09.79, Storbritannia, nr. 7932303.   |
| (54) Oppfinnelsens benevnelse      | FREMGANGSMÅTE FOR FREMSTILLING AV ET<br>VANNLØSELIG KRYSTALLINSK MATERIALE.                                 |                                   |   |
| (57) Sammendrag                    |   |                                   |   |

Vannløselig, krystallinsk materiale som er findelt i en mett, vandig løsning av materialet i nærvær av en vannløselig krystallvekst-inhibitor som har en hydrofob del og en hydrofil del i sin molekylstruktur, blandes med et deflokkuleringsmiddel som inhiberer vekselvirkningen av de hydrofobe molekyldeler når det findelte, faste stoff suspenderes i vann. Viskositeten til vandige suspensjoner av findelt, fast stoff stabiliseres derved.

Spesielt beskrives fremstilling av vandige suspensjoner av findelt ammoniumnitrat for anvendelse i oppslemmede sprengstoffblandinger.

Med slike krystallvekst-inhibitorer som vannløselige polysakkarid-derivater, langkjedede alifatiske aminer, polyakrylsyrer, sulfonerte kjerne-aromatiske forbindelser, sulfonerte farvestoffer eller sulfonerte polymerer kan det foretrukne deflokkuleringsmiddel, som må være forskjellig fra krystallvekst-inhibitoren, inkludere vannløselige polysakkarid-derivater, polyakrylsyre, polyvinylpyrrolidon, natriumlignosulfonat og/eller et salt av et kondensat av naftalensulfonsyre med formaldehyd.

- (56) Anførte publikasjoner. USA (US) patent nr. RE 29295, 2616786, 2720446, 4055449.

Oppfinnelsen vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av et vannløselig krystallinsk materiale som er stabilt i vandig suspensjon. Oppfinnelsen er spesielt nyttig for tilveiebringelse av stabile vandige suspensjoner av svært findelt, malt ammoniumnitrat for oppslemmede sprengstoffblandinger.

Et oppslemmet sprengstoff inneholder vanligvis en suspensjon av uorganisk oksyderende salt, vanligvis omfattende ammoniumnitrat og eventuelt natrium- og/eller kalsiumnitrat som er suspendert i en mett, vandig løsning av oksyderende salt. Brennstoffer, fortykningsmidler og eventuelt sensibiliseringsingredienser og luftemidler er også vanligvis til stede i suspensjonen.

Ved fremstilling av oppslemmede sprengstoffer er det vanligvis bekvemt å fremstille et fluid som omfatter størstedelen, i vekt, av det endelige sprengstoff, nemlig et fluid som lett kan bearbeides til pumpbar form, men allikevel ikke er eksplosivt i seg selv. De gjenværende ingredienser innføres deretter i fluidet etter behov for oppnåelse av sprengstoffet. For å oppnå høyenergispregstoffer må fluidet (vanligvis betegnet

150077

oksydasjonsmiddel-løsning) ha lavt vanninnhold, og dette oppnås ved å oppvarme fluidet og/eller anvende en blanding av oksydasjonssalter. De andre ingredienser blandes inn i den varme løsning av oksydasjonsmiddel for dannelselse av sprengstoffet som deretter får avkjøle seg. Under avkjølingen utfelles oksydasjonsmiddelkrystaller fra løsninger som danner en tykk suspensjon, hvorved de faste ingredienser immobiliseres effektivt.

Det ville innlysende være mer bekvemt å anvende den vandige komponent under kolde betingelser og å "skille" den med suspendert oksydasjonsmiddelsalt, men dette foretrekkes generelt ikke fordi i fravær av fortykningsmiddel de normale oksydasjonsmiddelpartikler har tendens til å segregere fra løsningen, og med tilstrekkelig fortykningsmiddel til å suspendere partiklene er løsningen for viskøs til å bearbeide. En fremgangsmåte for å forhindre segregering av de suspenderte partikler er å anvende mindre partikler, som er lettere og derfor krever mindre fortykningsmiddel til å holde dem i suspensjon.

I britisk patentskrift nr. 2.028.785 er det beskrevet en fremgangsmåte for findeling av fast materiale, hvorved materialet findeles i nærvær av en mettet løsning av faststoffet i en væske hvor faststoffet har en løselighet som er over 1 vekt%, og også i nærvær av et additiv som minst delvis oppløses i den nevnte mettede løsning, og som har evne til minst delvis å inhibere krystallvekst ved både eksisterende krystalloverflater og nye krystalloverflater som produseres ved findelingsoperasjonen. Fremgangsmåten er spesielt nyttig for fremstilling av vannløselig materiale inklusive vannløselige oksydasjonsmiddelsalter som er knust til partikler med diameter under  $45 \mu\text{m}$  (typisk  $15 \mu\text{m}$ ) som er tilstrekkelig små i størrelse til å kreve bare lave nivåer av fortykningsmiddel for å holde dem i suspensjon. Det findelte materiale kan bekvemt fremstilles i form av en stabil, pumpear suspensjon i væsken som den ble findelt i. Vandige suspensjoner av ammoniumnitrat fremstilt ved denne fremgangsmåte er spesielt fordelaktige for oppslemmede sprengstoffer, da suspensjonen kan inneholde en meget høy andel av fast materiale

og liten andel av vann, og den meget fine partikkelstørrelse til det suspenderte ammoniumnitrat gir høy sensibilitet og høy detonasjonshastighet.

De mest foretrukne vandige suspensjoner av krystallinske materialer og spesielt av oksydasjonsmiddelsalter fremstilles ved findeling av det krystallinske materiale i nærvær av en krystallvekst-inhibitor som adsorberes sterkt på krystall-overflaten under findelingsprosessen. På grunn av vekselvirkning mellom de adsorberte substanser i løsning har imidlertid disse suspensjoner ofte uønsket høye viskositeter.

Det er et formål med oppfinnelsen å tilveiebringe et slikt findelt materiale som vil gi stabile vandige suspensjoner med lavere viskositet. Vi har nå oppdaget at den viskositetsøkende effekt hos visse krystallvekst-inhibitorer kan motvirkes ved hjelp av deflokkuleringsmiddel hvorved det tilveiebringes fluide suspensjoner som er stabile ved omgivelsestemperaturer og kan anvendes ved omgivelsestemperaturer ved fremstilling av oppslemmede sprengstoffer, nemlig sprengstoffer som kan ha lavt vanninnhold og inneholde et vidt område av brennstoffer og sensibilisatorer. På grunn av deres lave viskositet kan de oppslemmede sprengstoffer lett pumpes inn i et borehull eller patronhylser.

Følgelig tilveiebringer oppfinnelsen en fremgangsmåte for fremstilling av et vannløselig, krystallinsk materiale som er stabilt i vandig suspensjon, hvor findelte krystaller av det vannløselige krystallinske materiale, etter findeling i en mettett, vandig løsning av materialet i nærvær av oppløst krystallvekst-inhibitor som har en hydrofob del og en hydrofil del i sitt molekyl, suspenderes i en mettett løsning av det krystallinske materiale.

Fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er karakterisert ved at suspensjonen foretas i den samme mettede løsning som materialet var findelt i, i nærvær av et deflokkuleringsmiddel hvis kjemiske natur er forskjellig fra krystallvekstinhibitorens, som inhiberer deflokkulering av de findelte krystaller forårsaket av vekselvirkning mellom de hydrofobe molekyldele, og findelingen fortsettes med alle tre komponenter i suspensjonen.

Selv om de findelte krystaller kan separeres fra den mettede løsning som de ble findelt i, før behandling med deflokkuleringsmidlet, er det innlysende fordelaktig i noen tilfeller å behandle de findelte krystaller med deflokkuleringsmiddel i den samme mettede løsning som de ble findelt i, uten isolering av de findelte krystaller. I slike tilfeller er det ofte fordelaktig, om mulig, å tilsette både deflokkuleringsmidlet og krystallvekst-inhibitoren til den mettede løsning før faststoffet findeles. Likeledes, hvis den endelige anvendelse av det findelte, krystallinske materiale krever at materialet er i fluid form, slik som f.eks. i en oppslemmet sprengstoffblanding, er det fordelaktig å anvende materialet i suspensjon i den mettede løsning som det ble findelt i, og/eller behandlet med deflokkuleringsmiddel.

Vannmengden i suspensjonen må være tilstrekkelig til å holde en kontinuerlig fase og utgjør fortrinnsvis fra 10 til 40 vekt% av suspensjonen.

Ved å forhindre flokkulering av de findelte krystaller tilveiebringer oppfinnelsen stabile suspensjoner med lavere viskositet ved enhver gitt konsentrasjon og partikkelstørrelse av findelt materiale. Alternativt tillater oppfinnelsen firdeling til finere krystaller ved en gitt konsentrasjon eller øket konsentrasjon ved en gitt partikkelstørrelse mens den samme viskositet opprettholdes. Suspensjoner med lavere viskositet foretrekkes, da de lettere kan blandes med andre ingredienser og transporteres ved pumping, f.eks. inn i borehull for sprengning.

Mindre partikler er også fordelaktige, da de generelt er mer reaktive og f.eks. i sprengstoffblandinger gir større sensibilitet. De vandige suspensjoner i henhold til oppfinnelsen oppviser forbedret stabilitet under lagring hva angår krystallvekst og koalescens, slik at suspensjoner av ammoniumnitratpartikler med gjennomsnittlig krystallstørrelse 20  $\mu\text{m}$  kan lagres uten signifikant endring ved 15-25°C i minst 4 måneder.

Krystallinske materialer som fordelaktig kan findeles og modifiseres i overensstemmelse med oppfinnelsen, inkluderer ammoniumnitrat, natriumnitrat, kalsiumnitrat, kaliumklorid, natriumklorid, ammoniumfosfat, ammoniumpolyfosfat, kalium-

hydrogenfosfat, dinatriumhydrogenfosfat og urinstoff, idet nitratene er spesielt nyttige i form av stabile, vandige suspensjoner som oksyderende bestanddeler i oppslemmede sprengstoffer, og de gjenværende forbindelser er nyttige i fluidgjødningsstoff eller, når det gjelder natriumklorid, som avisningsfluid for veier. Vandige oppslemmede sprengstoffer kan lett lages av de vandige suspensjoner av findelte ammoniumnitratkrystaller ved å blande suspensjonen med brennstoff, f.eks. findelt metall, f.eks. aluminium, og eventuelt ytterligere sensibiliseringsmiddel, f.eks. alkylamin-nitrat. Konvensjonelle ingredienser i oppslemmede sprengstoffer, f.eks. fortykningsmidler og gassemidler, kan også inkluderes uten at man gir avkall på noen av fordelene ved deflokkuleringsmidlet.

Krystallvekst-inhibitorer som er egnet for fremstilling av det findelte materiale i henhold til oppfinnelsen inkluderer:

Vannløselige polysakkarid-derivater, f.eks. natriumkarboksymetylcellulose (SCMC); langkjedede alifatiske aminer hvor den alifatiske gruppe fortrinnsvis inneholder 6-18 karbonatomer; polyakrylsyrer; sulfonerte kjerne-aromatiske forbindelser, f.eks. natrium-metylnaftalensulfonat; sulfonerte farvestoffer, f.eks. sur magenta; sulfonerte polymerer, f.eks. natriumlignosulfonat, langkjedede ( $C_6 - C_{18}$ )-alkylsulfonater og fosfonater og blandinger av hvilke som helst to eller flere av disse inhibitorer.

De foretrukne deflokkuleringsmidler inkluderer vannløselige polysakkarid-derivater, f.eks. natriumkarboksymetylcellulose, polyakrylsyrer, polyvinylpyrrolidon, natriumlignosulfonat og salter, fortrinnsvis natriumsaltet, av kondensater av naftalensulfonsyre med formaldehyd. Blandinger av hvilke som helst to eller flere av disse deflokkuleringsmidler kan anvendes om så ønskes. Det skal bemerkes at noen av materialene som er effektive deflokkuleringsmidler også er effektive krystallvekst-inhibitorer, og i disse tilfeller bør de foretrukne krystallvekst-inhibitorer tilsettes først, fulgt av det annet kjemikalium, som tjener som deflokkuleringsmiddel. Tiden mellom én tilsetning og den annen må være tilstrekkelig til å tillate krystallvekst-inhibitoren å adsorbere på krystalloverflaten. I alle tilfeller må den kjemiske natur hos deflokku-

leringsmidlet være forskjellig fra den hos krystallvekst-inhibitoren. For vandige suspensjoner av findelt ammonium-nitrat inkluderer de foretrukne inhibitor/deflokkuleringsmiddel-kombinasjoner natrium-metylnaftalensulfonat/SCMC, natrium-metylnaftalensulfonat/natriumsalt av et kondensat av naftalensulfonsyre med formaldehyd, SCMC/natriumsalt av et kondensat av naftalensulfonsyre med formaldehyd og sur magenta/-natriumsalt av et kondensat av naftalensulfonsyre med formaldehyd.

Konsentrasjonen av krystallvekst-inhibitoren og deflokkuleringsmidlet kan variere innen vide grenser, avhengig av det spesielle findelte krystallinske materiale, dets partikkelstørrelse og dets fasevolum i den ønskede vandige suspensjon. Generelt må mengden av hver av inhibitoren og deflokkuleringsmidlet fortrinnsvis ligge i området fra 0,5 til 2,0% av den totale vekt av det findelte materiale.

Oppfinnelsen skal i det følgende illustreres ved hjelp av eksempler, hvor alle deler og prosenter angir vekt. Disse eksempler refererer til fremstilling av vandige suspensjoner av findelte oksydasjonsmiddelsalter og fremstilling av oppslemmede sprengstoffer fra disse, men det skal forstås at nyttige suspensjoner av forskjellige faststoffer i fluide gjødningsstoffer og andre oppslemminger, som beskrevet i britisk patentskrift nr. 2.028.785, kan fremstilles ved anvendelse av de fremgangsmåter som er beskrevet i disse eksempler.

I eksemplene ble oksydasjonsmiddelsaltpartikler som opprinnelig hadde gjennomsnittlig partikkelstørrelse på ca. 500  $\mu\text{m}$ , malt i en kulemølle av rustfritt stål med kapasitet 5 liter. Møllens dimensjoner var:

Innvendig diameter	- 175 mm
Utvendig diameter	- 203 mm
Innvendig lengde	- 193 mm
Utvendig lengde	- 286 mm

200 kuler av rustfritt stål, hver med diameter 25 mm, ble anvendt. Ved anvendelse av et sett av motordrevne valser ble møllens rotert med en maksimalhastighet på ca. 90 opm og en minimumshastighet på 60 opm, idet maksimumet tilsvarte 83% av den kritiske hastighet (sentrifugeringshastighet).

Viskositeten til de suspensjoner som ble fremstilt i eksemplene ble målt ved 20°C med Brookfield-viskosimeter under anvendelse av spindel 4 ved 20 opm.

#### Eksempel 1

84 deler ammoniumnitrat, 0,25 del natrium-metylnaftalen-sulfonat og 16 deler vann ble møllet i 90 minutter. Den resulterende suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler med gjennomsnittlig diameter 15  $\mu\text{m}$ . Viskositeten til suspensjonen var 10.000 cP.

1,0 del natriumkarboksymetylcellulose (deflokkuleringsmiddel) med substitusjonsgrad 0,7 og molekylvekt ca. 100.000 ble kraftig blandet inn i den vandige suspensjon av ammoniumnitratpartikler. Viskositeten ble redusert til 7.500 cP.

#### Eksempel 2

84 deler ammoniumnitrat, 0,25 del natrium-metylnaftalen-sulfonat og 16 deler vann ble møllet i 45 minutter. 1,0 del SCMC (som anvendt i eksempel 1) ble så tilsatt og møllingen fortsatt i ytterligere 45 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler med gjennomsnittlig diameter 15  $\mu\text{m}$ , og viskositeten til suspensjonen var 2.500 cP.

#### Eksempel 3

84 deler ammoniumnitrat, 0,25 del natrium-metylnaftalen-sulfonat og 16 deler vann ble møllet i 45 minutter. 0,5 del SCMC og 0,5 del natriumsalt av naftalensulfonsyre/formaldehyd-kondensat ble tilsatt og møllingen fortsatt i ytterligere 45 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler med gjennomsnittlig diameter 15  $\mu\text{m}$ , og suspensjonsviskositet var 1.500 cP.

Et oppslemmet sprengstoff som hadde følgende sammensetning ble fremstilt ut fra den vandige ammoniumnitratsuspensjon.

	<u>Deler</u>
Ammoniumnitratsuspensjon	86
Isopropylnitrat	7,0
Guargummi	0,4
Sinkkromat	0,2
Aluminium-granulat	6,4

150077

8

Sprengstoffblandingen ble lett blandet og patronert ved gjennomsnittlig temperatur. Ved testing i uinnspent stand i patroner med diameter 83 mm ved tetthet  $1,4 \text{ g/cm}^3$  ved  $5^\circ\text{C}$  ble blandingen initiert med 4 g pentolite (50/50 pentaerytritol-tetranitrat/TNT).

#### Eksempel 4

84 deler ammoniumnitrat, 0,25 del natrium-metylnaftalensulfonat og 16 deler vann ble møllet i 45 minutter. 0,5 del SCMC og 0,5 del natriumlignosulfonat ble så tilsatt, og møllingen ble fortsatt i ytterligere 45 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler med gjennomsnittlig partikkeldiameter  $15 \mu\text{m}$ . Suspensjonens viskositet var 2.000 cP.

Da prosessen ble gjentatt, med unntagelse av at SCMC og natriumlignosulfonaten ble utelatt, var viskositeten til suspensjonen ved  $20^\circ\text{C}$  8.500 cP.

#### Eksempel 5

84 deler ammoniumnitrat, 0,5 del SCMC, 0,5 del natriumsalt av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat og 16 deler vann ble møllet i 90 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler med gjennomsnittlig partikkeldiameter  $15 \mu\text{m}$ , og dens viskositet var 2.000 cP.

Et oppslemmet sprengstoff med følgende sammensetning ble fremstilt av den vandige suspensjon av ammoniumnitrat:

	<u>Deler</u>
Ammoniumnitratsuspensjon	59,3
Ammoniumnitrat-prills	16,7
Aluminiumpulver	12,1
Natriumnitrat	5,0
Guargummi	0,6
Sinkkromat (tverrbinder)	0,2
Isopropylnitrat	6,1

Blandingen hadde tetthet  $1,40 \text{ g/cm}^3$  og detonerte ved testing i patroner med diameter 83 mm, uinnspent ved  $5^\circ\text{C}$ , med en detonator som hadde en basisladning på 0,8 g PETN. Med en lignende vandig ammoniumnitratsuspensjon, men uten natrium-

saltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat (deflokkuleringsmiddel) kunne sprengstoffblandingen ikke blandes skikkelig. Adekvat blanding kunne bare oppnås hvis viskositeten til ammoniumnitratpartiklene i suspensjonen ble holdt lav ved findeling til gjennomsnittlig partikkeldiameter på bare 25  $\mu\text{m}$  snarere enn det 15  $\mu\text{m}$  gjennomsnitt som var mulig uten deflokkuleringsmidlet. Produktet uten deflokkuleringsmidlet var vanskeligere å pumpe og patronere og hadde større tendens til å svette ut isopropylnitrat fra gelen enn det produkt som inneholdt deflokkuleringsmiddel.

#### Eksempel 6

84 deler ammoniumnitrat, 0,5 del sur magenta, 0,5 del natriumsalt av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat (deflokkuleringsmiddel) og 16 deler vann ble møllet i 90 min. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 15  $\mu\text{m}$ , og dens viskositet var 600 cP.

Da prosessen ble gjentatt under utelatelse av natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat, var viskositeten til suspensjonen 9.000 cP.

Et oppslemmet sprengstoff som hadde følgende sammensetning ble fremstilt av den vandige suspensjon av ammoniumnitrat som inneholdt deflokkuleringsmidlet:

	<u>Deler</u>
Vandig ammoniumnitrat-suspensjon	87,3
Aluminium av malingkvalitet	4,0
Aluminium, atomisert kvalitet	0,5
Guargummi	0,5
Natriumdikromat	0,2

Ved en tetthet på 1,46 g/cm<sup>3</sup> detonerte denne blanding i en patron med diameter 32 mm ved initiering med en detonator som inneholdt 0,1 g bly-azid, primærladning og 0,1 g PETN-basisladning, idet detonasjonshastigheten var 3,6 km/sek.

For å oppnå den samme sensibilitet i et sprengstoff som inneholdt en lignende suspensjon av ammoniumnitrat, men var uten deflokkuleringsmiddel, var det nødvendig å øke aluminiumet

av maling-kvalitet til 5 deler og å redusere tettheten til blandingen til  $1,2 \text{ g/cm}^3$ . Videre var suspensjonen uten deflokkuleringsmiddel meget vanskeligere å blande inn i en oppslemmet sprengstoffblanding på grunn av den høyere viskositet.

#### Eksempel 7

84 deler ammoniumnitrat, 0,25 del natrium-metylnafatalensulfonat og 16 deler vann ble møllet i 45 minutter. 0,25 del SCMC, 0,25 del polyvinylpyrrolidon og 0,5 del natriumsalt av nafatlensulfonsyre/formaldehydkondensat ble tilsatt, og møllingen ble fortsatt i ytterligere 45 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig diameter på mindre enn  $15 \mu\text{m}$ , og suspensjonens viskositet var 350 cP.

#### Eksempel 8

63 deler kalsiumnitrat, 4 deler ammoniumnitrat og 32 deler vann ble møllet i 20 minutter. 0,5 del SCMC og 0,5 del natriumsalt av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat (deflokkuleringsmiddel) ble så tilsatt og møllingen fortsatt i ytterligere 60 minutter.

Den resulterende vandige suspensjon inneholdt kalsiumnitrat og ammoniumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på  $20 \mu\text{m}$ . Viskositeten til suspensjonen var 27.000 cP.

Da fremgangsmåten ble gjentatt med unntagelse av at natriumsaltet av nafatlensulfonsyre/formaldehydkondensat ble utelatt, inneholdt den resulterende vandige suspensjon kalsiumnitrat og ammoniumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på  $22 \mu\text{m}$ , og viskositeten til suspensjonen var 99.000 cP.

#### Eksempel 9

69 deler kaliumnitrat og 30 deler vann ble møllet i 20 minutter. 0,5 del SCMC og 0,5 del av natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat ble så tilsatt, og møllingen ble fortsatt i ytterligere 60 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt kaliumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på  $10 \mu\text{m}$ . Viskositeten til suspensjonen var 2.387 cP.

Da prosessen ble gjentatt, med unntagelse av at natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat (deflokkuleringsmiddel) ble utelatt, inneholdt den resulterende vandige suspensjon kaliumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 35  $\mu\text{m}$ . Suspensjonens viskositet var 8.000 cP.

#### Eksempel 10

74 deler natriumnitrat og 25 deler vann ble møllet i 20 minutter. 0,5 del SCMC og 0,5 del av natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat ble så tilsatt, og møllingen ble fortsatt i ytterligere 60 minutter.

Den resulterende vandige suspensjon inneholdt natriumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 15  $\mu\text{m}$ . Viskositeten til suspensjonen var 21.000 cP.

Da prosessen ble gjentatt, med unntagelse av at natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat (deflokkuleringsmiddel) ble utelatt, inneholdt den resulterende vandige suspensjon natriumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 35  $\mu\text{m}$ . Viskositeten til suspensjonen var 36.000 cP.

#### Eksempel 11

82 deler diammoniumfosfat, 0,5 del sur magenta, 0,5 del natriumsalt av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat og 18 deler vann ble møllet i 90 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt diammoniumfosfatpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 80  $\mu\text{m}$ , og dens viskositet var 1.700 cP.

Da fremgangsmåten ble gjentatt under utelatelse av natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat, var viskositeten til suspensjonen 5.000 cP.

#### Eksempel 12

82,5 deler diammoniumfosfat, 0,25 del natrium-metylnaftalensulfonat og 17,5 deler vann ble møllet i 45 minutter. 1,0 del SCMC ble så tilsatt, og møllingen ble fortsatt i ytterligere 45 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt diammoniumfosfatpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 80  $\mu\text{m}$ , og dens viskositet var 3.600 cP.

150077

12

Da prosessen ble gjentatt under utelatelse av SCMC, var viskositeten til suspensjonen 4.600 cP.

#### Eksempel 13

62,5 deler natriumklorid, 0,5 del sur magenta, 0,5 del natriumsalt av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat og 37,5 deler vann ble møllet i 90 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt diammoniumfosfatpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 15  $\mu\text{m}$ , og dens viskositet var 3.500 cP.

Da prosessen ble gjentatt under utelatelse av natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat, var viskositeten til suspensjonen 8.000 cP.

#### Eksempel 14

62,5 deler natriumklorid, 0,25 del natrium-metylnaftalensulfonat og 37,5 deler vann ble møllet i 45 minutter. 1,0 del SCMC ble så tilsatt og møllingen ble fortsatt i ytterligere 45 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt natriumkloridpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 15  $\mu\text{m}$ , og dens viskositet var 6.000 cP.

Da prosessen ble gjentatt under utelatelse av SCMC, var viskositeten til suspensjonen 9.000 cP.

#### Eksempel 15

76 deler ammoniumnitrat, 12 deler kalsiumnitrat, 0,2 del langkjedet (6-18 karbonatomer) alifatisk amin "ARMAC T", fremstilt av Armour Hess (Akzo Chemie), 0,5 del natriumsalt av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat og 11,3 deler vann ble møllet i 40 minutter. Den resulterende vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 20  $\mu\text{m}$ , og dens viskositet var 5.000 cP.

Da prosessen ble gjentatt under utelatelse av natriumsaltet av naftalensulfonsyre/formaldehydkondensat, var viskositeten til suspensjonen 11.000 cP.

#### Eksempel 16

84 deler ammoniumnitrat, 0,2 del "ARMAC T", 0,5 del SCMC og 16 deler vann ble møllet i 60 minutter. Den resulterende

vandige suspensjon inneholdt ammoniumnitratpartikler som hadde en gjennomsnittlig partikkeldiameter på 20  $\mu\text{m}$ , og dens viskositet var 3.000 cP.

Da prosessen ble gjentatt under utelatelse av SCMC, var suspensjonens viskositet 5.000 cP.

#### P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for fremstilling av et vannløselig krystallinsk materiale som er stabilt i vandig suspensjon, hvor findelte krystaller av det vannløselige krystallinske materiale, etter findeling i en mettet, vandig løsning av materialet i nærvær av oppløst krystallvekst-inhibitor som har en hydrofob del og en hydrofil del i sitt molekyl, suspenderes i en mettet løsning av det krystallinske materiale, k a r a k t e r i - s e r t v e d at suspenderingen foretas i den samme mettede løsning som materialet var findelt i, i nærvær av et deflokkuleringsmiddel hvis kjemiske natur er forskjellig fra krystallvekst-inhibitorens, som inhiberer deflokkulering av de findelte krystaller forårsaket av vekselvirkning mellom de hydrofobe molekyldele, og findelingen fortsettes med alle tre komponenter i suspensjonen.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i - s e r t v e d at det anvendes en krystallvekst-inhibitor som omfatter et vannløselig polysakkarid-derivat, et langkjedet alifatisk amin hvor den alifatiske gruppe inneholder mer enn 6 karbonatomer, polyakrylsyre, en sulfonert kjernearomatisk forbindelse, et sulfonert farvestoff, en sulfonert polymer, et langkjedet ( $\text{C}_6$ - $\text{C}_{18}$ )alkylsulfonat, et langkjedet ( $\text{C}_6$ - $\text{C}_{18}$ )alkylfosfonat eller en blanding av hvilke som helst to eller flere av disse inhibitorer.