(11) Veröffentlichungsnummer:

0 157 911

Α1

## (12)

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 84113880.3

(51) Int. Cl.4: C 06 B 21/00

(22) Anmeldetag: 16.11.84

(30) Priorität: 03.04.84 DE 3412410

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 16.10.85 Patentblatt 85/42

84 Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE (1) Anmelder. Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.
Leonrodstrasse 54
D-8000 München 19(DE)

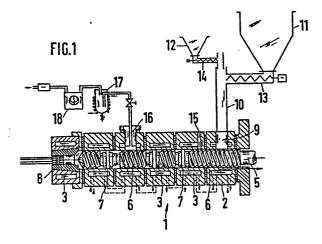
72) Erfinder: Müller, Dietmar, Dr. Dipl.-Chem. Heinrich-Lilienfein-Weg 2 D-7500 Karlsruhe 41(DE)

(72) Erfinder: Schubert, Hiltmar, Dr.Dipl.-Chem. Dahlienweg 6 D-7519 Walzbachtal 2(DE)

Vertreter: Dr.-Ing. Hans Lichti Dipl.-Ing. Heiner Lichti Dipl.-Phys. Dr. Jost Lempert Postfach 41 07 60 Durlacher Strasse 31 D-7500 Karlsruhe 41(DE)

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung kunststoffgebundener Treibladungspulver und Sprengstoffe.

(57) Ein Verfahren zur Herstellung kunststoffgebundener Treibladungspulver und Sprengstoffe mittels eines Extruders, der aus einem Gehäuse mit wenigstens einer Einzugsöffnung, gegebenenfalls einer Lösungsmittel-Zugabeöffnung, zwei gleich- oder gegenläufigen Schneckenwellen und einem Formkopf besteht, ermöglicht eine kontinuierliche Herstellung bei geringem Binderanteil von 4 bis 6% dadurch, daß zunächst der Kunststoffbinder in fester, gelöster oder suspendierter Form über die Einzugsöffnung solange zugegeben wird, bis die Schnecken ohne gegenseitige Reibung und ohne Wandreibung im Kunststoffbinder "schwimmen" und daß anschließend die Komponenten des Treibladungspulvers bzw. der Explosivstoff in kristalliner Form mit stetig zunehmendem Anteil bei gleichzeitiger Abnahme des Anteils des Kunststoffbinders zugegeben und schließlich das Mischungsverhältnis konstant gehalten wird.



**PATENTANWÄLTE** 

DR. ING. HANS LICHTI DIPL-ING. HEINER LICHTI

DIPL.-PHYS. DR. RER. NAT. JOST LEMPERT

D-7500 KARLSRUHE 41 (GRÖTZINGEN) DURLACHER STRASSE 31

TEL.: (07 21) 4 85 11

7415/84

14. November 1984

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V. Leonrodstraße 54 D-8000 München 19

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung kunststoffgebundener Treibladungspulver und Sprengstoffe

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung kunststoffgebundener Treibladungspulver und Sprengstoffe mittels eines Extruders, bestehend aus einem Gehäuse mit wenigstens einer Einzugsöffnung und gegebenenfalls einer Lösungsmittel-Zugabeöffnung, zwei gleich- oder gegenläufigen Schneckenwellen und einem Formkopf.

Extruder des vorgenannten Aufbaus zur Herstellung von Treibladungspulvern in Strangform sind bekannt (DE-PS 30 44 577, P 32 42 301). Diese Vorzrichtungen dienen zur Herstellung einbasiger (Nitrozellulose), zweibasiger (Nitrozellulose + Nitroglyzerin oder andere Sprengöle), wie auch dreibasiger Treibladungspulver (Nitrozellulose + Nitroglyzerin + Nitroguanidin), wobei stets mit lösungsmittelfeuchter Nitrozellulose gearbeitet wird. Es sind ferner Treibladungspulver und Sprengstoffe bekannt, die in einer Kunststoffmatrix gebunden sind. Hierfür kommen kristalline Explosivstoffe und darunter in erster Linie Hexogen, Oktogen oder Gemische beider

5

10

... 15-

5

10

15

20

25

30

Stoffe (HMX/RDX) und/oder Nitroguanidin in Frage. Gegebenenfalls können noch das Anzündverhalten verbessernde Zusätze, wie Nitrozellulose in kleiner Menge (≤ 7%) oder andere hochenergetische Polymere zugegeben werden. Solche kunststoffgebundenen Treibladungspulver und Sprengstoffe lassen sich bisher nur chargenweise (batchweise) herstellen, wobei der Binderanteil relativ hoch bei ca. 15% und mehr liegt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art vorzuschlagen, das eine kontinuierliche Herstellung kunststoffgebundener Treibladungspulver oder Sprengstoffe bei gleichzeitig verringertem Anteil des Kunststoffbinders ermöglicht. Ferner soll eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens vorgeschlagen werden.

Ausgehend von dem Verfahren der eingangs genannten Art wird die Aufgabe erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß zunächst der Kunststoffbinder in fester, gelöster oder suspendierter Form über die Einzugsöffnung solange zugegeben wird, bis die Schnecken ohne gegenseitige Reibung und Wandreibung im Kunststoffbinder "schwimmen" und daß anschließend die Komponenten des Treibladungspulvers bzw. der Explosivstoff in kristalliner Form mit stetig zunehmendem Anteil bei gleichzeitiger Abnahme des Anteils des Kunststoffbinders zugegeben und schließlich das Mischungsverhältnis konstant gehalten wird.

Es hat sich gezeigt, daß das bisher für unmöglich gehaltene Verarbeiten kunststoffgebundener Treibladungspulver oder Sprengstoffe mit hohem Anteil kristalliner Komponenten in Extrudern und damit eine kontinuierliche Herstellungsweise dadurch möglich ist, daß der Extruder mit dem Kunststoffbinder zunächst "unterfüttert" wird bis die bei jedem Extruder im Leerlauf vorhandene Reibung der Schnecken untereinander und gegenüber der Gehäusewandung beseitigt ist. Die Schnecken zentrieren sich nämlich bei gefülltem Extruder derart, daß zwischen ihnen und der Wandung keine oder nur

5

10

15

20

eine sehr geringe Friktion vorhanden ist. Die Schnecken schwimmen in dem sie umgebenden Material. Sobald dieser Zustand erreicht ist, wird der Explosivstoff in kristalliner Form zugegeben. Dadurch ist die Gefahr beseitigt, daß die Kristalle selbst einer metallischen Friktion ausgesetzt sind, die zu einer erheblichen Gefährdung führen würde. Die kristallinen Stoffe werden schließlich mit stetig zunehmendem Anteil bei gleichzeitiger Abnahme des Anteils des Kunststoffbinders zugegeben. Praktische Versuche haben gezeigt, daß sich der Anteil des Kunststoffbinders bis auf 4 bis 6% absenken läßt, so daß der Anteil von Inertstoffen, die die Leistung des Endproduktes mindern, geringer ist als bei herkömmlich chargenweise hergestellten Treibladungspulvern oder Sprengstoffe in Kunststoff-Bindermatrix. Bei entsprechender Konfiguration der Schnecken, die aus Förder- und Knetsegmenten bestehen, lassen sich kontinuierlich ein oder mehr Treibladungspulver- oder Sprengstoffstränge herstellen, die zu Rohlingen geschnitten und durch Pressen der Sprengstoffrohlinge, z. B. für Rohladungen, oder durch mechanische Überarbeitung, z. B. für Gefechtsköpfe oder Splitterbomben, in die gewünschte Geometrie gebracht werden können. Im Falle der Verarbeitung von Treibladungspulver kann der Strang gleichzeitig mit den notwendigen Kanälen oder Schlitzen während des Extrudierens versehen werden. Der Extruder wird in der Temperaturführung und der Verweilzeit so gesteuert, daß der Kunststoffbinder nur anpolymerisiert bzw. teilweise ausgehärtet ist, so daß sich das Produkt noch weiterverarbeiten läßt. Als geometrische Form für die Knetsegmente "3-Spitz-Segmente" (gleichschenkliges Dreieck 25 mit balligen Schenkeln) oder "2-Spitz-Segmente" (eliptischer Querschnitt mit abgeflachten Spitzen).

Gemäß einer Ausführungsform des Verfahrens wird der Kunststoffbinder in Form von Granulat, Flocken oder dgl. zugegeben und bei Temperaturen bis maximal 130°C im Extruder geschmolzen und danach zeitverzögert

die Komponenten des Treibladungspulvers bzw. der kristalline Explosivstoff mit zunehmendem Anteil zugegeben.

Die Temperatur und damit die Erweichungs- bzw. Schmelztemperatur des Polymers darf aus Sicherheitsgründen 130°C nicht überschreiten. Sie sollte im übrigen bei ca. 100°C liegen. Gegebenenfalls kann dem erweichten Kunststoff auch noch Lösungsmittel zugegeben werden, um die Plastifizierung zu unterstützen, wobei diese Zugabe mit Vorteil stromabwärts der Einzugsöffnung erfolgt und überschüssiges Lösungsmittel an einer weiter stromabwärts liegenden Stelle abgesaugt wird.

Wird der Kunststoffbinder in suspendierter Form eingesetzt, so ist unter Umständen für eine entsprechende Entwässerung des Extruders zu sorgen.

15 In vorrichtungstechnischer Hinsicht geht die Erfindung von einem Extruder aus, der aus einem Gehäuse, zwei gleich- oder gegenläufigen Schneckenwellen, wenigstens einer Einzugsöffnung, gegebenenfalls einer Lösungsmittelzugabeöffnung, und einem Formkopf besteht. Eine solche Vorrichtung zeichnet sich erfindungsgemäß dadurch aus, daß der Einzugs-20 öffnung ein Vorratsbehälter mit einer Dosiervorrichtung für den Kunststoffbinder zugeordnet ist und ferner ein Vorratsbehälter mit einer Dosiervorrichtung für die Komponenten des Treibladungspulvers bzw. den kristallinen Explosivstoff vorgesehen ist, der entweder der Einzugsöffnung oder einer stromabwärts von dieser liegenden Zugabeöffnung zugeordnet ist. 25 Als Dosiervorrichtungen kommen in erster Linie Schnecken- oder Spiraldosierer, vorzugsweise Differentialdosierwaagen, in Frage. Sie werden so gesteuert, daß zunächst der Kunststoffbinder allein zugegeben wird, bis der gesamte Extruder gefüllt ist. Danach setzt dann die Zudosierung des kristallinen Explosivstoffs ein, wobei das Verhältnis von Kunststoffbinder und kristallinem Explosivstoff ständig zu dessen Gunsten geändert wird, 30

bis schließlich das gewünschte Mischungsverhältnis mit bis zu 4 bis 6% Binderanteil erreicht ist.

Die Lösungsmittel-Zugabeöffnung befindet sich mit Vorteil stromabwärts der Einzugsöffnung, sofern nicht das Polymer bereits als Suspension, die gegebenenfalls lösungsmittelhaltig ist, unmittelbar in die Einzugsöffnung zugegeben wird.

5

15

20

25

30

Ferner kann das Gehäuse des Extruders eine stromabwärts der Einzugs10 öffnung liegende Zugabeöffnung für einen Weichmacher aufweisen, die wiederum nahe der Lösungsmittel-Zugabeöffnung liegen kann.

Stromabwärts der Zugabeöffnungen ist für den Fall der Zugabe von Lösungsmittel das Gehäuse mit einer Absaugöffnung für überschüssiges Lösungsmittel versehen, wobei in üblicherweise eine Rückkühlung und Rückführung des Lösungsmittels vorgesehen sein kann.

Gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung ist das Gehäuse zumindest teilweise für Röntgenstrahlen durchlässig, um auf diese Weise Kunststoffe, deren Polymerisation durch Röntgenstrahlen beeinflußbar ist, zu verarbeiten.

Gemäß einer anderen Ausführungsform kann das Gehäuse zumindest teilweise für Lichtstrahlen bestimmter Wellenlänge durchlässig oder mit einer
Öffnung für eine Lichtquelle versehen sein, um eine fotochemische Polymerisation zu ermöglichen.

Nachstehend ist die Erfindung anhand von Ausführungsformen der Vorrichtung, die in den Zeichnungen wiedergegeben sind, beschrieben. Die Figuren 1 bis 4 zeigen den Extruder jeweils im Schnitt mit unterschiedlichen Ausführungsformen für die Materialzugabe.

Der Extruder weist ein Gehäuse 1 auf, das aus einer Mehrzahl von axial hintereinandergesetzten Segmenten 2 und dazwischen angeordneten Dichtungskörpern besteht. In den Segmenten 2 sind Heiz- und/oder Kühl-einrichtungen 3 angeordnet, die eine bestimmte Temperaturführung ermöglichen. Innerhalb des Gehäuses sind nebeneinander zwei Schneckenwellen 5 angeordnet, die von einem nicht gezeigten Motor oder Hydraulikaggregat angetrieben sind. Die Schneckenwellen 5 bestehen aus abwechselnd angeordneten Fördersegmenten 6 und Knetsegmenten 7, wobei letztere als 3-Spitz- oder 2-Spitz-Segmente ausgebildet sein können. Am austrittsseitigen Ende weist das Gehäuse 1 einen Formkopf 8 zur Bildung von ein oder mehr Strängen auf.

Am antriebsseitigen Ende besitzt das Gehäuse eine Einzugsöffnung 9, in die ein Schacht 10 mündet, an den bei dem in Figur 1 wiedergegebenen Ausführungsbeispiel ein Vorratsbehälter 11 für den Kunststoffbinder, z. B. ein Polymer, und ein Vorratsbehälter 12 für den kristallinen Explosivstoff, z. B. Hexogen, Oktogen oder Gemische derselben, angeschlossen sind. Zwischen den Vorratsbehältern 11, 12 und dem Schacht 10 ist jeweils eine Dosiervorrichtung 13 bzw. 14 in Form eines Schnecken- oder Spiraldosierers eingesetzt. Stromabwärts der Einzugsöffnung 9 kann das Gehäuse ferner eine Zugabeöffnung 15 für Lösungsmittel oder dgl. aufweisen. An einer weiter stromabwärts gelegenen Stelle ist eine Absaugöffnung 16 für überschüssiges Lösungsmittel angeordnet, die über einen Kühler und einen Entgaser 17 an eine Vakuumpumpe 18 angeschlossen ist.

25

5

10

15

20

Bei Betriebsbeginn wird zunächst die Dosiervorrichtung 13 eingeschaltet, um den Kunststoff aus dem Vorratsbehälter 11 über die Einzugsöffnung 9 zuzugeben. Die Aufgabe des Kunststoffs erfolgt solange, bis die Schneckenwellen 5

friktionslos im Gehäuse 1 umlaufen. Dann wird die Dosiervorrichtung 14 in Betrieb gesetzt, um die kristallinen Explosivstoffe aus dem Vorratsbehälter 12 über den Schacht 10 der Einzugsöffnung 9 zuzuführen, wobei die Drehzahl der Dosiervorrichtung 14 stetig gesteigert wird, während gleichzeitig die Drehzahl der Dosiervorrichtung 13 zurückgenommen wird, um so das gewünschte Mischungsverhältnis herzustellen. Ferner kann über die Zugabeöffnung 15 Lösungsmittel zugegeben werden. Überschüssiges Lösungsmittel wird über die Absaugöffnung 16 wieder aus dem Extruder entfernt und rückgeführt.

10

15

5

Die Ausführungsform gemäß Figur 2 unterscheidet sich von der gemäß Figur 1 dadurch, daß an den Schacht 10 ein weiterer Vorratsbehälter 19 für Zuschlagstoffe, z. B. Nitrozellulose oder dgl. angeschlossen ist. Auch diesem Vorratsbehälter ist eine Dosiervorrichtung 20 zugeordnet. Ferner ist neben der Zugabeöffnung 15 für Lösungsmittel noch eine Zuleitung 21 für einen in einem Behälter 22 befindlichen Weichmacher vorgesehen.

20

Bei der Ausführungsform gemäß Figur 3 erfolgt die Zugabe des Polymers aus dem Vorratsbehälter 11 und den Schacht 10 wiederum in die Einzugsöffnung 9. Der Vorratsbehälter 12 für den kristallinen Explosivstoff hingegen ist stromabwärts an einen eigenen Schacht 23 mit einer weiteren
Einzugsöffnung 24 angeschlossen. Auch hier kann eine Zugabeöffnung 15
für Lösungsmittel und/oder Weichmacher vorgesehen sein, die dann zwischen
den beiden Einzugsöffnungen 9 und 24 angeordnet ist.

25

30

In Figur 4 ist wiederum der Vorratsbehälter 12 mit den Explosivstoffen und der Dosiervorrichtung 14 erkennbar. Bei dieser Ausführungsform wird das Polymer als wasser- oder lösungsmittelhaltige Suspension bei 25 in den Schacht 10 zugegeben. Ferner ist der Extruder an seinem antriebsseitigen Ende mit einer Abflußleitung 26 für die Entwässerung bzw. für des Abquetschen überschüssigen Lösungsmittels versehen.

DR. ING HANS LICHTI
DIPL-ING HEINER LICHTI
DIPL-PHYS DR. RER. NAT. JOST LEMPERT

D-7500 KARLSRUHE 41 (GROTZINGEN) DURLACHER STRANSE 31 TEL 107 21: 4 85 11

7415/84

14. November 1984

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.\* Leonrodstraße 54 D-8000 München 19

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung kunststoffgebuncener Treibladungspulver und Sprengstoffe mittels eines Extruders, bestehend aus einem Gehäuse mit wenigstens einer Einzugsöffnung und gegebenenfalls einer Lösungsmittel-Zugabeöffnurz. zwei gleich- oder gegenläufigen 5 Schneckenwellen und einem Formkapf, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst der Kunststoffbinder in fester, gelöster oder suspendierter Form über die Einzugsöffnung solange zugegeben wird, bis die Schnecken ohne gegenseitige Reibung und Wandreibung im Kunst-10 stoffbinder "schwimmen" und daß anschließend die Komponenten des Treibladungspulvers bzw. der Explosivstoff in kristalliner Form mit stetig zunehmendem Anteil bei gleichzeitiger Abnahme des Kunststoffbinderanteils zugegeben und schließlich das Mischungsverhältnis konstant gehalten wird.

15

20

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoffbinder in Form von Granulat, Flocken oder dgl. zugegeben und bei Temperaturen bis maximal 130°C im Extruder geschmolzen und danach zeitverzögert die Komponenten des Treibladungspulvers bzw. der kristalline Explosivstoff mit zunehmendem Anteil zugegeben wird.

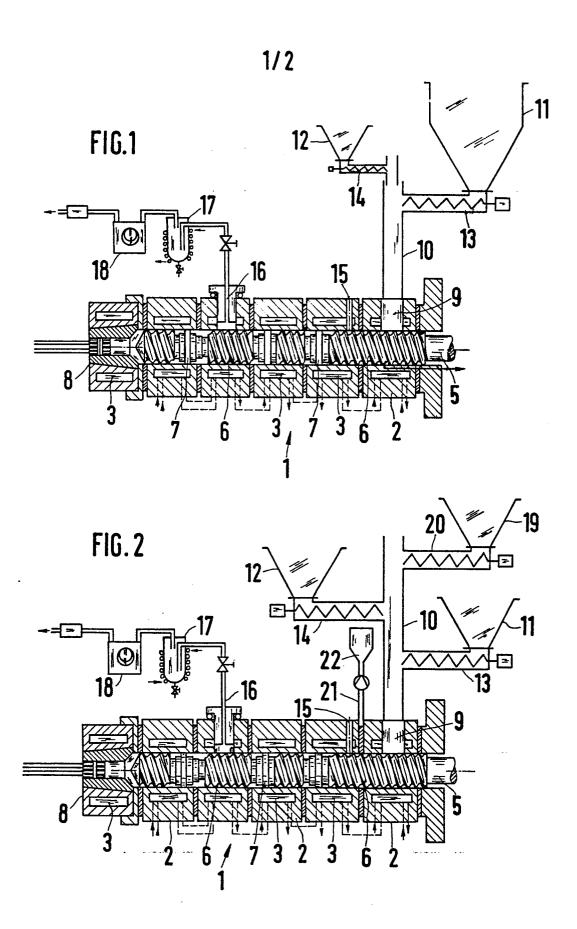
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß stromabwärts der Einzugsöffnung Lösungsmittel zugegeben und überschüssiges Lösungsmittel an einer weiter stromabwärts liegenden Stelle abgesaugt wird.

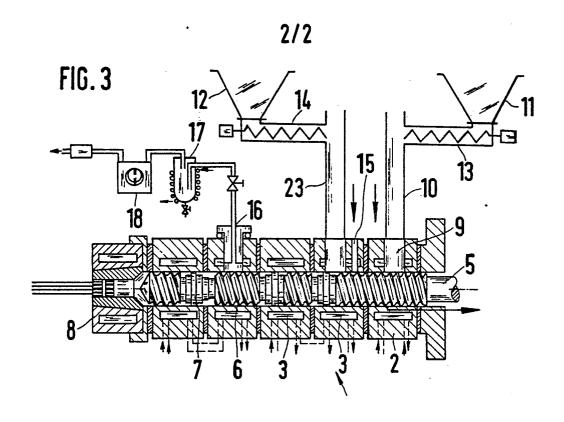
5

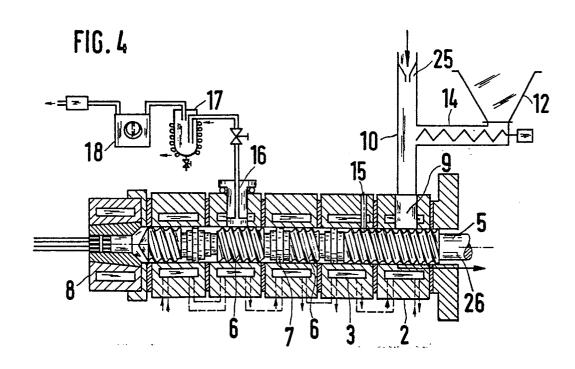
25

- 4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 3, bestehend aus einem Extruder mit Gehäuse, zwei gleich- oder gegenläufigen Schneckenwellen, wenigstens einer Einzugsöffnung und gegebenenfalls einer Lösungsmittel-Zugabeöffnung und einem Formkopf, dadurch gekennzeichnet, daß der Einzugsöffnung (9) ein Vorratsbehälter (11) mit einer Dosiervorrichtung (13) für den Kunststoffbinder zugeordnet ist und ferner ein Vorratsbehälter (12) mitteiner Dosiervorrichtung (14) für die Komponenten des Treibladurgspulvers bzw. den kristallinen Explosivstoff vorgesehen ist, der entweder der Einzugsöffnung (9) oder einer stromabwärts von dieser liegenden Zugabeöffnung (23) zugeordnet ist.
- Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die
   Lösungsmittel-Zugabeöffnung (15) stromabwärts der Einzugsöffnung (9) angeordnet ist.
  - 6. Vorrichtung nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Gehäuse (1) des Extruders eine stromabwärts der Einzugsöffnung (9) Liegende Zugabeöffnung (21) für einen Weichmacher aufweist.
    - 7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Gehäuse (1) stromabwärts der Lösungsmittel-Zugabeöffnung (15) eine Absaugöffnung (16) für überschüssiges Lösungsmittel aufweist-

- 8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Gehäuse (1) zumindest teilweise für Röntgenstrahlen durchlässig ist.
- 9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Gehäuse (1) zumindest teilweise für Lichtstrahlen durchlässig oder mit einer Öffnung für eine Lichtquelle versehen ist.









## **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeldung

EP 84 11 3880

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE						
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile		Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)		
х	US-A-4 120 920 u.a.) * Anspruch 8; 32-41 *	•	eilen	1	C 06 B	21/00
х	BE-A- 568 214 * Figur; Seite Seite 2, Zeile 8	l, Zeile		3-7		
D,A	DE-A-3 242 301 (FRAUNHOFER-GES.	)	-			
Α	EP-A-O 052 797 (FRAUNHOFER-GES. * Ansprüche 1,	2 * & DE	A - 3	8,9		
					RECHERCH SACHGEBIETE	
					C 06 B B 29 B	•
			-			
		·		-	1	
				-	Z	
Der	vorliegende Recherchenbericht wurd	de für alle Patentansprüche	erstellt.			
	Recherchenort DEN HAAG	Abschlußdatum der F 20-06-1		. KESTI	Prüfer EN W.G.	
X : voi Y : voi an A : ted O : nid	ATEGORIE DER GENANNTEN DO n besonderer Bedeutung allein b n besonderer Bedeutung in Verb deren Veröffentlichung derselbe chnologischer Hintergrund chtschriftliche Offenbarung vischenliteratur	OKUMENTEN etrachtet indung mit einer n Kategorie	D: in der Ai	nmeldung ang ern Gründen	ent, das jedoch er tum veröffentlich geführtes Dokum angeführtes Doku Patentfamilie, üb nt	ent · iment