

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑲ Anmeldenummer: **89122756.3**

⑤① Int. Cl.⁵: **C06D 5/06, C06B 35/00**

⑳ Anmeldetag: **09.12.89**

③① Priorität: **20.12.88 DE 3842838**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
27.06.90 Patentblatt 90/26

⑥④ Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT

⑦① Anmelder: **Dynamit Nobel Aktiengesellschaft**
Postfach 12 61
D-5210 Troisdorf/Bez. Köln(DE)

⑦② Erfinder: **Bender, Richard, Dr.**
Hohe Marter 28
D-8560 Lauf(DE)

⑤④ **Stabilisierter treibsatz zur Erzeugung ungiftiger Treibgase.**

⑤⑦ Vorliegende Erfindung behandelt Treibsätze zur Erzeugung ungiftiger Gase, wie sie beispielsweise in Airbag-Generatoren eingesetzt werden. Diese Sätze enthalten als gasliefernde Komponente Alkaliazide. Erfindungsgemäß werden sie gegenüber der Einwirkung von Feuchtigkeit und Kohlendioxid stabilisiert durch Zusatz von Talkum und/oder Magnesiumoxid. Diese Zusätze werden in Mengen zwischen 3 und 10 Gew.-% hinzugefügt. Der Zusatz bewirkt, daß die Treibsätze auch bei Einwirkung von Feuchtigkeit oder Kohlendioxid Stickstoffwasserstoffsäure nicht freisetzen.

EP 0 374 650 A1

Stabilisierter Treibsatz zur Erzeugung ungiftiger Treibgase

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Treibsatz zur Erzeugung ungiftiger Gase, der infolge Zusatz bestimmter Substanzen gegenüber dem Angriff von Luftfeuchtigkeit und Kohlendioxid stabilisiert ist. Solche Treibsätze werden vorzugsweise in Airbag-Generatoren eingesetzt, die eine Lebensdauer von 15 Jahren haben müssen.

Treibsätze zur Erzeugung ungiftiger Treibgase sind an sich bekannt. Sie enthalten als gasliefernde Komponenten die nicht explosiblen Salze der Stickstoffwasserstoffsäure, vorwiegend Alkaliazide, und als Oxidationsmittel Alkalinitrate oder -perchlorate. Auch CuO als Oxidationsmittel wurde bereits vorgeschlagen. Zur besseren Schlackenbildung werden den Sätzen ggf. feinkörniges Siliciumdioxid und/oder Boroxid oder andere schmelzbildende Substanzen zugefügt (vgl. DE 22 36 175-C3).

Diese azidhaltigen Treibsatzgemische haben jedoch den Nachteil, daß sie sich bereits bei Lagerung in kohlendioxidhaltiger Luftfeuchtigkeit teilweise unter Bildung von freier Stickstoffwasserstoffsäure zersetzen. Da diese Säure ein hochgiftiges Gas ist (MAK = 1 ppm) und außerdem bei erhöhter Temperatur sich explosionsartig zersetzt, ist die Entstehung dieser freien Säure unbedingt zu vermeiden. Es wurde deshalb bereits vorgeschlagen, den gesamten Treibsatz feuchtigkeitsdicht mit beispielsweise selbstklebenden Aluminiumfolien oder verlöteten Metallkapseln zu umhüllen. Diese Abdichtmittel gewähren jedoch keinen totalen Feuchtigkeitsausschluß für einen Airbag-Generator, der unter Verwendung eines solchermaßen geschützten Treibsatzes hergestellt ist, während dessen gesamter Lebensdauer.

Es bestand deshalb die Aufgabe, Treibsätze zur Erzeugung von ungiftigen Treibgasen aufzufinden, bei denen auch beim Zutritt von feuchter und kohlendioxidhaltiger Luft Stickstoffwasserstoffsäure nicht in Freiheit gesetzt wird.

In Erfüllung dieser Aufgabe wurden nun Treibsätze auf Basis von Alkaliaziden und anorganischen Oxidationsmitteln gefunden, die dadurch gekennzeichnet sind, daß sie als Stabilisatoren Magnesiumoxid und/oder Talkum in Mengen zwischen 3 und 10 Gew.-%, bezogen auf den Gesamtsatz, enthalten.

Bei Verwendung der erfindungsgemäßen Zusätze können die azidhaltigen Treibsätze auch in feuchter und kohlendioxidhaltiger Luft gelagert werden, ohne daß Stickstoffwasserstoffsäure in Freiheit gesetzt wird. Besonders vorteilhaft wirkt sich der erfindungsgemäße Zusatz bei solchen azidhaltigen Treibsätzen aus, die zusätzlich noch schmelzbildende Substanzen, wie pyrogene Kieselsäure oder Boroxid enthalten, da die Anwesenheit dieser Ver-

bindungen in solchen Treibsätzen die Freisetzung von Stickstoffwasserstoffsäure begünstigen. Auch azidhaltige Treibsätze mit diesen schmelzbildenden Zusätzen werden erfindungsgemäß stabilisiert.

Die erfindungsgemäßen Zusätze wirken weiterhin als Preßhilfsmittel bei der Herstellung von Tabletten aus den erfindungsgemäßen Treibsätzen. Solche Tabletten zeigen einen besseren Zusammenhalt und lassen sich demzufolge stärker mechanisch beanspruchen als Tabletten, die den Zusatz nicht enthalten.

Diese verbesserte mechanische Festigkeit wird besonders durch den Zusatz von Talkum mit netzförmiger Struktur erzielt.

Unter Talkum soll erfindungsgemäß das natürlich vorkommende Mineral der Idealformel $3 \text{ MgO} \cdot 4 \text{ SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ verstanden werden, bei dem Teile des Magnesiumoxids durch Calciumoxid ersetzt sein können. Der Calciumoxidgehalt des Talkums kann zwischen 0 und 6 Gew.-%, bezogen auf das Talkum, liegen. Das Magnesiumoxid in dem Talkum kann auch teilweise durch Al_2O_3 oder Eisenoxid ersetzt sein. Der Anteil dieser Oxide im Talkum kann bis zu 4 Gew.-% für Al_2O_3 und bis zu 2 Gew.-% für Fe_2O_3 liegen. Demzufolge liegt der MgO-Gehalt des erfindungsgemäß eingesetzten Talkums zwischen 26 und 31,6 %. Das Talkum muß bei Verwendung der erfindungsgemäßen Treibsätze in Gasgeneratoren für Fahrzeug-Airbags asbestfrei sein.

Der Gehalt an Talkum und MgO in den erfindungsgemäßen Treibsätzen liegt zwischen 3 und 10 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 5 und 8 Gew.-%. Prinzipiell ist es möglich, nur einen der beiden Stoffe zur Erzielung der gewünschten Wirkung einzusetzen. Vorzugsweise wird jedoch ein Gemisch der beiden Substanzen eingesetzt, wobei das Gewichtsverhältnis von MgO : Talkum bevorzugt zwischen 1 : 1,3 und 1 : 10, besonders bevorzugt zwischen 1 : 2 und 1 : 3 liegt.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Treibsätze noch eine schmelzfördernde Substanz, wie sie beispielsweise in der DE 22 36 175-C3 beschrieben ist. Bevorzugt wird dazu feindisperse Kieselsäure oder Boroxid eingesetzt. Die feindisperse Kieselsäure hat eine spezifische Oberfläche von 100 bis 500 m^2/g , vorzugsweise von 200 bis 400 m^2/g , und wird bevorzugt in Mengen zwischen 16 und 20 Gew.-%, bezogen auf den gesamten Satz, eingesetzt.

Der Anteil der Alkaliazide in den beanspruchten Sätzen liegt im allgemeinen zwischen 50 und 60 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 54 und 57 Gew.-%. Das bevorzugte Oxidationsmittel ist Kaliumnitrat, das teilweise auch durch Natriumnitrat ersetzt

sein kan. Jedoch sind auch andere anorganische Oxidationsmittel prinzipiell einsetzbar.

Beispiel	5
Es wurde eine Mischung hergestellt aus	
57 Gew.-Teilen Natriumazid	
18 Gew.-Teilen Kaliumnitrat	
18 Gew.-Teilen pyrogener Kieselsäure (spez. Oberfläche 200 m ² /g)	10
5 Gew.-Teilen Talkum	
2 Gew.-Teilen MgO.	
Das Talkum hatte einen Anteil an CaO von 4,0 Gew.-% und an Al ₂ O ₃ von 3,0 Gew.-%. Demzufolge lag der Gehalt an MgO bei 28,0 Gew.-%.	15
Das Gemisch wurde mit einem Preßdruck von ca. 1 t/cm ² zu Tabletten von 20 bis 30 mm Durchmesser gepreßt. Bei Lagerung in Luft mit einer relativen Luftfeuchtigkeit von 60 % und einem CO ₂ -Gehalt von 1 % während 48 und 96 Stunden entstand keine freie Stickstoffwasserstoffsäure.	20

Ansprüche	25
1. Treibsatz zur Erzeugung ungiftiger Treibgase auf der Basis von Alkaliaziden und anorganischen Oxidationsmitteln, dadurch gekennzeichnet , daß er als Stabilisatoren Magnesiumoxid und/oder Talkum in Mengen zwischen 3 und 10 Gew.-%, bezogen auf den Gesamtsatz, enthält.	30
2. Treibsatz gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Gemisch aus MgO und Talkum eingesetzt wird, in dem das Verhältnis von Talkum : MgO zwischen 10 : 1 und 1,3 : 1 liegt.	35
3. Treibsatz gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß er außer Alkaliaziden und anorganischen Oxidationsmitteln noch feindisperses Siliciumdioxid oder andere Substanzen, die zur Bildung glasartiger Schmelzen führen, enthält.	40

45

50

55



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
X	FR-A-2 219 918 (ASAHI KASEI KOGYO K.K.) * Seite 7, Zeilen 21-31; Seite 9, Zeilen 12-35; Seite 19, Zeile 20 - Seite 20, Zeile 3; Ansprüche *	1	C 06 D 5/06 C 06 B 35/00
Y	----	2, 3	
Y	US-A-3 692 687 (A.A. DUSWALT) * Spalte 1, Zeilen 55-58; Spalte 2, Zeilen 4-6; Ansprüche *	2	
X	US-A-2 981 616 (M.H. BOYER) * Ansprüche; Spalte 4, Zeilen 5-18 *	1	
Y	FR-A-2 193 800 (BAYERN-CHEMIE GESELLSCHAFT FÜR FLUGCHEMISCHE ANTRIEBE mbH) * Ansprüche * & DE-A-2 236 175 (Kat. D) -----	3	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			C 06 B C 06 D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 21-03-1990	Prüfer SCHUT, R. J.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	