



(11) **EP 1 275 628 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
01.07.2009 Patentblatt 2009/27

(51) Int Cl.:
C06B 25/04 (2006.01) **C06B 25/34** (2006.01)
C06B 21/00 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **02014711.2**

(22) Anmeldetag: **03.07.2002**

(54) **Verfahren zur Herstellung einer gepressten, unempfindlichen Sprengstoffmischung**

Method for producing insensitive compressed explosive mixtures

Procédé de fabrication de mélanges explosifs insensibles comprimés

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB LI SE

(30) Priorität: **03.07.2001 DE 10132122**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.01.2003 Patentblatt 2003/03

(73) Patentinhaber: **Diehl BGT Defence GmbH & Co.KG**
88662 Überlingen (DE)

(72) Erfinder:
• **Hofmann, Heinz**
91220 Schnaittach (DE)
• **Rudolf, Karl**
86529 Schrobenhausen (DE)

(74) Vertreter: **Diehl Patentabteilung**
c/o Diehl Stiftung & Co. KG
Stephanstrasse 49
90478 Nürnberg (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A- 1 101 751	US-A- 3 266 957
US-A- 3 455 749	US-A- 4 251 301
US-A- 4 394 197	US-A- 4 481 371

- **CHEMICAL ABSTRACTS**, vol. 129, no. 10, 7. September 1998 (1998-09-07) Columbus, Ohio, US; abstract no. 124495s, J. BREMSER ET AL.: "Characterization of sonochemically-animated 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene" Seite 788; XP000786189 & Int. Annu. Conf. ICT 1998, 29th (Energetic Materials), 13.1-13.13, Fraunhofer-Institut fuer Chemische Technologie
- **CHEMICAL ABSTRACTS**, vol. 129, no. 11, 14. September 1998 (1998-09-14) Columbus, Ohio, US; abstract no. 138150n, K.-Y. LEE ET AL.: "Synthesis and initiation spot-size testing of sonochemically animated TATB" Seite 813; XP000786239 & Int. Annu. Conf. ICT, 1998, 29th (Energetic Materials), 177.1-177.14, Fraunhofer-Institut fuer Chemische Technologie

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 275 628 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung einer unempfindlichen Sprengstoffmischung nach der Europäischen Patentanmeldung EP 1 101 751 A1.

[0002] Aus der US 4,251,301 A ist eine stoßunempfindliche pressbare Sprengstoffmischung auf der Basis von Trinitro-1,3,5-Triazacyclohexan (RDX) und 1,3,5,7-Tetranitrol-3,5,7-Tetraazacyclooctan (HMX) und einem zweiten, kleinen Sprengstoffanteil aus der Gruppe von 1,3,6,8-Tetranitrocarabozol (TNC) und 2,4,6,2',4',6'-Hexanitrooxaniliden (HNO) bekannt. Die sehr kleinen Kristalle des zweiten Sprengstoffanteils sind mit einem Kunststoff beschichtet. Ein Beschichtungsverfahren ist nicht angegeben.

[0003] Aus den CHEMICAL ABSTRACTS, Bd. 129, Nr. 10, 7. September 1998 (1998-09-07), Columbus, Ohio, US; abstract no.: 124495s, J. BREMSER ET AL.: "Characterization of sonochemically-aminated 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene", Seite 788 ist ein Verfahren zur Herstellung von sonochemisch hergestelltem 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzol (TATB) aus in Toluol gelöstem Trichlortrinitrobenzol (TCTNB) durch Aminierung mit Ammoniaklösung unter Ultraschalleinwirkung bekannt. Ein ähnliches Verfahren beschreiben die CHEMICAL ABSTRACTS, Bd. 129, Nr. 11, 14. September 1998 (1998-09-14), Columbus, Ohio, US; abstract no.: 138150n, K.-Y. LEE ET AL.: "Synthesis and initiation spot-size testing of sonochemically aminated TATB", Seite 813.

[0004] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde eine unempfindliche, hochleistungsfähige Sprengstoffmischung für Presskörper, auch für strahl- und projektilbildende Hohlladungen, vorzuschlagen.

[0005] Diese Aufgabe wird entsprechend den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst.

[0006] Eine vorteilhafte Weiterbildung der Erfindung ist dem Unteranspruch zu entnehmen.

[0007] Durch das erfindungsgemäße Verfahren liegt eine Sprengstoffmischung für rissfreie Presskörper vor.

[0008] Bei der sonochemischen Synthese von TATB handelt es sich um eine sogenannte Zweiphasenreaktion, wobei eine Lösung von TCTNB (Trichlortrinitrobenzol) in Toluol mit, mit dieser Lösung nicht mischbarer Ammoniaklösung, zur Reaktion gebracht wird.

[0009] Die dazu nötige Aktivierungsenergie wird dabei von einer starken Ultraschallquelle aufgebracht, welche außerdem noch für eine außerordentlich starke Vergrößerung der Phasengrenzflächen, an denen die chemische Umsetzung erfolgt, sorgt.

[0010] Durch das Eintropfen einer TCTNB-Lösung in die gesättigte Ammoniaklösung werden diese TATB Kristalle verfeinert. Dadurch wird ein höherer Benetzungsgrad bei den Sprengstoffkristallen erreicht. Dieser Schritt ist Voraussetzung für eine automatische Produktion des erfindungsgemäßen Sprengstoffes.

[0011] Das bei der Reaktion entstandene Feinst-TATB

kann bequem abgefiltert, gewaschen und getrocknet werden, und kann dann zur Herstellung der genannten Sprengstoffmischungen dienen.

[0012] Bei einer Herstellungsvariante (Direktverfahren) geht man nun folgendermaßen vor.

[0013] Man erzeugt mittels Ultraschall eine Suspension des jeweiligen Sekundärsprengstoffs (im angelieferten, angefeuchteten Zustand), also RDX, HMX oder CL-20, Nitropenta... in überschüssiger, wäßriger, ca. 30%iger Ammoniaklösung und tropft eine entsprechend des Reaktionsumsatzes berechnete Menge TCTNB, gelöst in Toluol, zu.

[0014] Das entstehende Feinst-TATB lagert sich nun direkt in situ an die suspendierten Sekundärsprengstoffpartikel an.

[0015] Es wurde außerdem durch Laser-Beugungsmessungen festgestellt, daß durch dieses Eintropfverfahren gegenüber dem herkömmlichen Eintropfverfahren eine weitere Verkleinerung des mittleren Partikeldurchmessers der TATB-Partikel erzielt werden kann, was wiederum das adsorptive Vermögen noch weiter verbessert.

[0016] Dieser Adsorptionsvorgang wird außerdem enorm gefördert durch die Ausbildung starker Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den Nitrogruppen der sekundären Sprengstoffe und den Aminogruppen des TATB.

[0017] Nach Beendigung der Reaktion wird abfiltriert, gewaschen und unter Vakuum getrocknet.

[0018] Das erhaltene Produkt kann direkt der weiteren Verarbeitung zugeführt werden.

[0019] Zur rißfreien Herstellung von Sprengstoffpreßkörpern, insbesondere strahl- und projektilbildenden Sprengstoffpreßkörper weist die unempfindliche Sprengstoffmischung direkt an den Sekundärsprengstoff angelagertes TATB auf. Es können geringe Anteile von Bindern z.B. DOA, Calciumstearat, Aerosil enthalten sein.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer unempfindlichen Sprengstoffmischung für rissfreie Sprengstoffpresskörper, bei der der Binder für die Sekundärsprengstoffkristalle aus sonochemisch hergestelltem 1,3,5-Triamino-2,4,6-Trinitrobenzol (TATB) besteht, **dadurch gekennzeichnet, dass** in wässriger Ammoniaklösung unter Ultraschalleinwirkung eine Suspension der Sekundärsprengstoffkristalle erzeugt wird, und in diese Suspension in Toluol gelöstes Trichlortrinitrobenzol (TCTNB) eingetropft wird, so dass in der Suspension unter dem Einfluss der Ultraschalleinwirkung TATB in Feinstpartikelform entsteht, welches sich direkt in situ an den suspendierten Sekundärsprengstoffkristallen anlagert.

2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
dass der Sprengstoffmischung geringe Anteile von
 0,1 bis 3 % Binderzusatzstoffe, insbesondere
 Weichmacher oder Calciumstearat oder Aerosil® zu-
 gesetzt werden. 5

Claims

1. Process for the production of an insensitive explosive mixture for crack-free pressed explosive bodies, in which the binding agent for the secondary explosive crystals is composed of sonochemically produced 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene (TATB),
characterized in that a suspension of the secondary explosive crystals in aqueous ammonia solution is produced using ultrasound, and trichlorotrinitrobenzene (TCTNB), dissolved in toluene, is introduced dropwise into this suspension, forming in the suspension, under the influence of the ultrasound, TATB in very fine particle form, which is deposited directly in situ on the suspended secondary explosive crystals. 10
 15
 20
 25
2. Process according to Claim 1, **characterized in that** there are added to the explosive mixture small proportions of 0.1 to 3% of binder additives, more particularly plasticizers or calcium stearate or Aerosil®. 30

Revendications

1. Procédé de préparation d'un mélange d'explosifs insensible destiné à des comprimés d'explosif exempts de fissures, le liant destiné aux cristaux d'explosif secondaire étant, dans ledit mélange, constitué de 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzène (TATB) synthétisé par voie sonochimique,
caractérisé en ce que
 l'on met en suspension les cristaux d'explosif secondaire dans une solution aqueuse d'ammoniaque en laissant agir des ultrasons, une solution de trichlorotrinitrobenzène (TCTNB) dans du toluène étant ajoutée au goutte-à-goutte à ladite suspension, provoquant ainsi au sein de la suspension, sous l'effet des ultrasons, la formation de TATB sous forme de particules très fines, qui s'agrégera directement in situ aux cristaux d'explosif secondaire en suspension. 35
 40
 45
 50
2. Procédé selon la revendication 1,
caractérisé en ce que
 l'on ajoute au mélange d'explosifs une faible proportion, comprise entre 0,1 et 0,3 %, d'agents auxiliaires de liaison, notamment de plastifiants ou de stéarate de calcium ou d'Aerosil®. 55

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 1101751 A1 [0001]
- US 4251301 A [0002]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- *CHEMICAL ABSTRACTS*, 07. September 1998, vol. 129 (10 [0003]
- *CHEMICAL ABSTRACTS*, 14. September 1998, vol. 129 (11 [0003]
- **K.-Y. LEE et al.** *Synthesis and initiation spot-size testing of sonochemically aminated TATB*, 813 [0003]