

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 331 213 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

30.07.2003 Patentblatt 2003/31

(51) Int Cl.7: **C06B 21/00**, C06B 31/00

(21) Anmeldenummer: **02027258.9**

(22) Anmeldetag: **06.12.2002**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
IE IT LI LU MC NL PT SE SI SK TR**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO

• **Krause, Horst, Dr. rer.nat.**

76327 Pfinztal (DE)

• **Teipel, Ulrich, Dr.-Ing.**

76327 Pfinztal (DE)

(30) Priorität: **19.01.2002 DE 10201937**

(71) Anmelder: **Fraunhofer-Gesellschaft zur
Förderung der angewandten Forschung e.V.
80636 München (DE)**

(74) Vertreter: **Lichti, Heiner, Dipl.-Ing. et al**

Patentanwälte,

Dipl.-Ing. Heiner Lichti,

Dipl.-Phys. Dr. rer. nat. Jost Lempert,

Dipl.-Ing. Hartmut Lasch,

Postfach 41 07 60

76207 Karlsruhe (DE)

(72) Erfinder:

• **Heintz, Thomas, Dipl.-Ing.**

76327 Pfinztal (DE)

(54) **Verfahren zur Herstellung von mit additiven versetztem Ammoniumdinitramid (ADN)**

(57) Es wird ein Verfahren zur Herstellung von mit feinpartikulären Additiven, wie Stabilisatoren, Abbrandmodifikatoren oder Energieträgern, versetzten Partikeln von Ammoniumdinitramid (ADN) vorgeschlagen. Um für eine homogene Verteilung der feinpartikulären Additive in den ADN-Partikeln zu sorgen, werden hydrophile Additive in die ADN-Partikel migriert, indem die Additive in eine Matrixflüssigkeit, in welcher sowohl die Additive als auch das ADN nicht oder nur schwer löslich sind, eindispersiert werden und die Dispersion auf eine Temperatur im Bereich oder oberhalb der Schmelztemperatur

des ADN erhitzt wird. Das ADN wird in die Dispersion eingebracht und im geschmolzenen Zustand emulgiert und mit den Additiven in Kontakt gebracht. Anschließend wird die Emulsion auf eine Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur des ADN abgekühlt und die festen ADN-Partikel mit den inkorporierten Additiven von der Matrixflüssigkeit abgetrennt. Zum Emulgieren des ADNs wird die Matrixflüssigkeit z.B. mittels Rührern agitiert oder mit Ultraschall beaufschlagt.

EP 1 331 213 A2

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von mit feinputikulären Additiven, insbesondere Stabilisatoren, Abbrandmodifikatoren und/oder Energieträgern, versetzten Partikeln von Ammoniumdinitramid (ADN).

[0002] Ammoniumdinitramid (ADN) ist als Oxidator für Treibstoffe und als Explosivstoff von großer Bedeutung. In der Anwendung sind sowohl für die Herstellung als auch die Verarbeitung kompaktierfähige Partikel mit regelmäßiger Kornform und enger Partikelgrößenverteilung erwünscht. In vielen Fällen besteht der Bedarf eines Zusatzes von Additiven, um insbesondere die Lagerfähigkeit zu verbessern und/oder die Abbrandeigenschaften individuell an den gewünschten Verwendungszweck anzupassen. Hierfür sind einerseits Stabilisatoren, welche die Neigung von ADN zur autokatalytischen Zersetzung hemmen oder gar gänzlich unterbinden, andererseits Abbrandmodifikatoren vorgesehen, welche die Abbrandgeschwindigkeit von ADN katalytisch beeinflussen. Ferner ist zur Erhöhung der Leistung bzw. des spezifischen Impulses häufig der Zusatz von Energieträgern, wie Explosivstoffen oder Oxidatoren, von Vorteil.

[0003] Die festen, zumeist pulverförmigen Additive werden in der Regel in dem gewünschten Massenverhältnis mit dem kristallinen ADN in Form einer Feststoffmischung vermischt. Nachteilig ist, daß aufgrund von Kohäsionskräften der feinputikulären Additive Agglomerate gebildet werden und dadurch eine nur inhomogene Mischung mit dem ADN erreicht wird, so daß die Abbrandeigenschaften eines Treibsatzes aus einer solchen Mischung lokal stark variieren und nicht reproduzierbar sind. Insbesondere feinputikuläre Additive entfalten ihre Wirkung jedoch in Abhängigkeit ihrer mit dem ADN in Kontakt stehenden Oberfläche, so daß eine möglichst homogene Verteilung der Feinputikel im ADN notwendig ist.

[0004] Ferner ist es bekannt, das ADN aufzuschmelzen und die pulverförmigen Additive in die Schmelze einzudispersieren. Anschließend wird die Dispersion mittels Düsen zerstäubt. Auf diese Weise wird zwar eine wesentlich homogenere Verteilung der Additive in den erzeugten ADN-Partikeln erreicht, doch entstehen verhältnismäßig unregelmäßige Partikel und kommt es während des Zerstäubens zu Entmischungen der kontinuierlichen (ADN) und der dispersen Phase (Additive). Insbesondere neigt ADN oberhalb seiner Schmelztemperatur von etwa 93°C zur Zersetzung, so daß das ADN grundsätzlich nur möglichst kurzzeitig aufgeschmolzen werden sollte. Demgegenüber muß das ADN jedoch hinreichend lange im schmelzflüssigen Zustand gehalten werden, um eine homogene Verteilung der Additive in der ADN-Schmelze zu erreichen und diese der Zerstäubung zuzuführen. Entsprechendes gilt für den Einsatz von in schmelzflüssigem ADN löslichen Additiven.

[0005] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein

Verfahren der eingangs genannten Art dahingehend weiterzubilden, daß eine homogene Verteilung der Additive in den ADN-Partikeln unter weitestgehender Vermeidung einer thermischen Beeinträchtigung derselben erreicht wird.

[0006] Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe bei einem Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß feste, feinputikuläre, hydrophile Additive in die ADN-Partikel migriert werden, indem die Additive in eine Matrixflüssigkeit, in welcher sowohl die Additive als auch das ADN nicht oder nur schwer löslich sind, eindispersiert werden und die Dispersion auf eine Temperatur im Bereich oder oberhalb der Schmelztemperatur des ADNs erhitzt, das ADN in die Dispersion eingebracht und im geschmolzenen Zustand emulgiert und mit den festen Additiven in Kontakt gebracht, die Dispersion anschließend auf eine Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur des ADNs abgekühlt wird und die festen ADN-Partikel mit den inkorporierten Additiven von der Matrixflüssigkeit abgetrennt werden.

[0007] Verfahren, bei denen ein Explosivstoff oder Oxidator in einer kontinuierlichen Phase dispersiert und auskristallisiert wird, sind zur Herstellung von reinen Partikeln bzw. zur Verbesserung der Korneigenschaften durch Umkristallisieren der Partikel bekannt. So beschreibt die US 3 522 334 A ein Verfahren zur Herstellung von Kristallen aus einer Mischung aus Nitrylperchlorat und Lithiumperchlorat, wobei die Mischung geschmolzen und in eine inerte, mit LiClO_4 und NO_2ClO_4 nicht mischbare Flüssigkeit, insbesondere Halogenkohlenwasserstoffe, eindispersiert wird. Nach Abkühlen und Erstarren der Partikel werden diese von der Flüssigkeit abgetrennt. Die WO 97/47571 A1 beschreibt ein entsprechendes Verfahren zur Herstellung sphärischer Partikel aus Explosivstoffen, insbesondere ADN.

[0008] Der DE 1 467 203 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung von sphärischem, nicht zusammenbackendem Ammoniumnitrat (AN) entnehmbar, wobei das AN bei etwa 170°C bis 180°C geschmolzen und in einem indifferenten Suspensionsmittel dispersiert wird. Nach Abkühlen der Suspension auf etwa 130°C wird das Suspensionsmittel von dem kugligen AN mittels einer Durchlaufzentrifuge abgetrennt und rezirkuliert. Um einem Verklumpen des fertigen Produktes entgegenzuwirken, werden der Suspension insbesondere nicht näher spezifizierte Antibackmittel zugesetzt, die adsorptiv auf dem AN haften.

[0009] Aus der EP 0 953 555 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung von sphärischen Partikeln schmelzfähiger, feuchtigkeitsempfindlicher Treib- und Explosivstoffe sowie Oxidatoren, insbesondere ADN, bekannt, indem das ADN geschmolzen, die Stoffschmelze in einer indifferenten Matrixflüssigkeit emulgiert, die Emulsion unter den Schmelzpunkt des ADNs unter Rekristallisation der dispersen Tropfen zu festen Partikeln abgekühlt wird und die festen Partikel von der Matrixflüssigkeit abgetrennt werden. Um zur Herstellung von Feinputikeln für eine Emulsion mit feinen Tröpfchen zu sorgen, wird der

Matrixflüssigkeit ein hydrophober Emulgator in Form von Siliciumdioxid zugesetzt.

[0010] Die bekannten Verfahren konnten der Fachwelt bislang jedoch keine Anregungen zur Lösung des der Erfindung zugrundeliegenden Problems geben. Überraschenderweise wurde gefunden, daß beim Einsatz feinputikulärer Additive mit einem hinreichend hydrophilen Charakter, um von dem emulgierten ADN benetzt zu werden, eine spontane Migration der Additive in die ADN-Tröpfchen stattfindet, was - nach Erstarren derselben - zu ADN-Partikeln mit in diesen inkorporierten Additiven führt. Dabei wird in kurzer Zeit eine homogene und gleichmäßige Verteilung der Additive in den emulgierten ADN-Tröpfchen erreicht, wobei sämtliche erzeugte ADN-Partikel einen identischen und insbesondere reproduzierbaren Anteil an Additiven aufweisen. Eine Steuerung des prozentualen Anteils der Additive in den ADN-Partikeln ist auf einfache Weise über die Menge der der Matrixflüssigkeit bzw. der Emulsion zugesetzten Additive möglich. Mittels des erfindungsgemäßen Verfahren werden somit regelmäßige ADN-Partikel mit homogen in diesen verteilten Additiven und folglich bestmöglichem Kontakt der Additive mit dem ADN erhalten, wobei eine thermische Beeinträchtigung des ADNs weitestgehend vermieden wird, da die ADN-Partikel aufgrund der großen dem Stoffaustausch zur Verfügung stehenden Oberfläche nur kurz aufgeschmolzen und sogleich wieder abgekühlt werden können. Agglomerationen der Additive und des ADNs werden ebenso sicher vermieden wie lokale Entmischungen der genannten Komponenten. Überdies stellt die Matrixflüssigkeit sicher, daß das stark hygroskopische ADN während des Zusetzens der Additive kein Wasser, z.B. Luftfeuchtigkeit, aufnimmt. Eine rasche Kristallisation der mit den Additiven versetzten ADN-Partikel beim Abkühlen der Dispersion ist durch die feinputikulären Additive sichergestellt, die als Kristallisationskeime wirken. Die Trennung des Phasengemischs erfolgt ausschließlich aufgrund der verschiedenen Schmelzpunkte von ADN und Matrixflüssigkeit.

[0011] Das ADN kann in kristallinem Zustand in die erhitzte Matrixflüssigkeit eingebracht und geschmolzen werden, oder das ADN wird vorab geschmolzen und die ADN-Schmelze unmittelbar in die Matrixflüssigkeit eingebracht. Die Additive und das ADN können der Matrixflüssigkeit ferner zugleich oder nacheinander zugesetzt werden, wobei lediglich dafür Sorge zu tragen ist, daß das ADN nicht überhitzt und nach der Migration der Additive schnell wieder abgekühlt wird.

[0012] Die Herstellung der Dispersion aus Matrixflüssigkeit und Additiven bzw. ADN erfolgt durch Eintrag von Energie in das fluide System. Dies kann durch Agitation, z.B. durch Schütteln, Rühren etc., oder auch durch Einkopplung von Schwingungen in das System, z.B. mittels Ultraschall, geschehen. Wird das ADN vor Einbringen in die Matrixflüssigkeit geschmolzen, so kann es auch durch Einspritzen der Schmelze in die Matrixflüssigkeit oder umgekehrt emulgiert werden.

[0013] Um den Tropfen der emulgierten ADN-Phase ein möglichst großes Volumen zur Bildung einer möglichst feindispersen Emulsion bzw. Dispersion und somit eine große Stoffaustauschfläche zur Verfügung zu stellen, wird die Konzentration des ADNs in der Matrixflüssigkeit vorzugsweise auf höchstens 50 Mass.-% und insbesondere auf höchstens 40 Mass.-% eingestellt. Die von den festen, mit Additiven durchsetzten ADN-Partikeln abgetrennte Matrixflüssigkeit kann wiederverwendet, beispielsweise mit frischen Additiven beaufschlagt und rezirkuliert werden.

[0014] In bevorzugter Ausführung ist vorgesehen, daß der Matrixflüssigkeit Emulgatoren zur Einstellung der Tröpfchengröße des geschmolzenen ADNs zugesetzt werden. Durch die Zugabe von verschiedenen Emulgatoren können die Grenzflächenspannung zwischen den Komponenten und die Viskosität der kontinuierlichen Phase verändert und somit die Stabilität der Emulsion (ADN/Matrixflüssigkeit) beeinflusst werden. Als vorteilhaft hat sich insbesondere der aus der EP 0 953 555 A1 bekannte Emulgator in Form von hydrophobisiertem Siliciumdioxid erwiesen, mittels dessen die Stabilität der Emulsion vergrößert und die Koaleszenz, bei der die emulgierten ADN-Tröpfchen unter Bildung einer kontinuierlichen Phase zusammenfließen, vermindert wird. Das SiO₂, welches aufgrund seines hydrophoben Charakters in der Matrixflüssigkeit verbleibt und nicht in das emulgierte ADN migriert, dient ferner zur Modifikation der Viskosität der kontinuierlichen Phase.

[0015] Der Kristallisationsvorgang der mit den Additiven versetzten ADN-Tröpfchen kann neben der Einstellung eines geeigneten Temperaturgradienten durch Eintrag mechanischer Energie in die Dispersion gesteuert werden. Vorzugsweise wird die Dispersion beim Abkühlen agitiert und/oder mit Ultraschall beaufschlagt, um ein möglichst feinkristallines Produkt zu erhalten.

[0016] Die Matrixflüssigkeit wird so ausgewählt, daß sich das geschmolzene ADN emulgieren läßt. Vorzugsweise werden als Matrixflüssigkeit unpolare organische Flüssigkeiten eingesetzt, wobei vornehmlich Öle, insbesondere Paraffinöl und/oder Silikonöl und/oder reaktionsarme halogenierte Öle, vornehmlich fluoridierte Öle, in Frage kommen.

[0017] Als Stabilisatoren werden bevorzugt Feststoffe eingesetzt, die als Protonen- und/oder Radikalakzeptoren wirken und die autokatalytische Zersetzung von ADN auf diese Weise verhindern oder zumindest verzögern. Als geeignet haben sich hierfür einerseits Metalloxide, insbesondere Magnesium- und/oder Zinkoxid, erwiesen. Andererseits sind Stabilisatoren aus der Gruppe Harnstoff, alkylierte und/oder phenylierte Harnstoffderivate, z.B. N,N-Diphenylharnstoff (Akardit I), N-Methyl-N,N'-diphenylharnstoff (Akardit II) etc., und aus der Gruppe der organischen Amine, insbesondere Hexamethylentetramin (Urotropin), Diphenylamin und/oder Nitrodiphenylamin, vorteilhaft. Ferner eignen sich Stabilisatoren aus der Gruppe Purin und/oder dessen Basen (Purine), z.B. Adenin, Guanin, Xanthin, Harnsäure

etc., aus der Gruppe Diazine, insbesondere Pyrimidin (1,3-Diazin), und/oder dessen Derivate, insbesondere Pyrimidin-Basen, z.B. Cytosin, Uracil, Thymin etc., und aus der Gruppe Triazine (1,2,3-, 1,2,4- und/oder 1,3,5-Triazin) und/oder dessen Derivate, z.B. Cyanursäure, Melamin, Guanamine, etc. Schließlich können als Stabilisatoren auch solche aus der Gruppe der primären, sekundären und/oder tertiären Amide oder Kombinationen der vorgenannten Stoffe eingesetzt werden.

[0018] Die Abbrandmodifikatoren werden vorzugsweise aus der Gruppe der katalytisch wirksamen Metalloxide, insbesondere Kupfer-, Blei- und/oder Aluminiumoxid, gewählt, welche die Abbrandgeschwindigkeit von ADN bei bestimmten Druckbedingungen beeinflussen können.

[0019] Als Energieträger kommen neben feinstpartikulärem Aluminium im Prinzip beliebige bekannte feste Explosivstoffe und Oxidatoren in Frage, welche einen hinreichend hydrophilen Charakter aufweisen, um von ADN im geschmolzenen Zustand benetzt zu werden. Mit Vorzug werden die Energieträger aus der Gruppe der Nitramine, insbesondere Cyclotetramethylen-tetranitramin (Oktogen, HMX), Cyclotrimethylen-trinitramin (Hexogen, RDX), Nitroguanidin (NQ) und/oder Trinitrophenylmethylnitramin (Tetryl) und/oder aus der Gruppe der Nitrate und/oder Perchlorate, insbesondere Ammoniumnitrat und/oder -perchlorat, gewählt.

[0020] Im übrigen kann das erfindungsgemäße Verfahren sowohl kontinuierlich als auch semikontinuierlich oder chargenweise durchgeführt werden.

[0021] Nachstehend ist die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die Figuren näher erläutert.

Es zeigen:

- Fig. 1 eine vergrößerte Detailansicht einer Dispersion aus ADN in Paraffinöl mit in diesem dispergierten Magnesiumoxid und
- Fig. 2 eine vergrößerte Detailansicht von mit N-Methyl-N,N'-diphenylharnstoff versetzten ADN-Partikeln.

Beispiel 1

[0022] Zur Herstellung von stabilisierten ADN-Partikeln wird feinstpartikuläres Magnesiumoxid (MgO) in Paraffinöl als Matrixflüssigkeit eindispersiert. Zur Herstellung der Dispersion eignen sich verschiedene Rührer, wie Blatt- oder Propellerrührer etc., bzw. Ultraschall. Die Dispersion wird unter kontinuierlichem Rühren auf etwa 100°C erhitzt. Sodann werden 20 Mass.-% festes ADN zugesetzt und das ADN in der Matrixflüssigkeit geschmolzen und emulgiert. Als Emulgator wird hydrophobisiertes Siliciumdioxid (SiO₂) eingesetzt. Sobald die disperse Phase aus schmelzflüssigem, fein emulgiertem ADN mit den in der kontinuierlichen Phase dispergierten MgO-Partikeln in Kontakt tritt, werden die MgO-Partikel

vom ADN benetzt und migrieren ins Innere der ADN-Tröpfchen. Das als Emulgator zugesetzte SiO₂ wird aufgrund der von ADN verschiedenen Polarität nicht von diesem benetzt und verbleibt in der kontinuierlichen Phase. Nach wenigen Minuten wird die Dispersion anschließend unter kontinuierlichem Eintrag von Rührerenergie und/oder Ultraschall auf Raumtemperatur abgekühlt und die festen, MgO enthaltenden ADN-Partikel von der Matrixflüssigkeit sowie dem dort verbliebenen MgO, z.B. durch Filtrieren, Zentrifugieren, Sedimentieren oder dergleichen, abgetrennt. Nach Abtrennen können die ADN-Partikel noch mit einem geeigneten Lösungsmittel gewaschen und getrocknet werden.

[0023] Auf diese Weise werden sphärische ADN-Partikel mit definierten Partikeleigenschaften, wie mittlerer Partikelgröße, Partikelgrößenverteilung und spezifischer Oberfläche mit einem Anteil von 3,3 Mass.-% homogen verteiltem MgO erhalten. Der mittels Atomemissionsspektroskopie (ICP-ACS) ermittelte MgO-Anteil läßt sich durch die in die Matrixflüssigkeit eindispersierte Gesamtmenge an MgO einstellen, wobei dem zur Stabilisierung von ADN notwendigen Mindestanteil von etwa 2 Mass.-% MgO Sorge getragen werden sollte. Ebenso läßt sich die mittlere Partikelgröße der erhaltenen stabilisierten ADN-Partikel durch entsprechende Agitation der Dispersion beim Abkühlen und/oder durch Art und Menge der eingesetzten Emulgatoren in einem breiten Intervall steuern. Beim vorliegenden Ausführungsbeispiel wurde eine mittlere Partikelgröße von 360 µm erhalten. Eine homogene Verteilung des Additives (MgO) in den ADN-Partikeln läßt sich beispielsweise durch lichtmikroskopische Untersuchung des erhaltenen Produktes in verschiedenen Lichtebenen nachweisen.

[0024] Fig. 1 zeigt eine vergrößerte Detailansicht der in Paraffinöl emulgierten ADN-Tröpfchen unmittelbar vor dem Abkühlen. Wie aus Fig. 1 ersichtlich, reichert sich das feinstpartikuläre MgO 1 zunächst an der Oberfläche und sodann insbesondere auch im Innern der ADN-Tröpfchen 2 an, während das SiO₂ 3 im Paraffinöl verbleibt.

Beispiel 2

[0025] Stabilisierte ADN-Partikel werden gemäß Beispiel 1 hergestellt, wobei anstelle von MgO-Pulver feinstpartikulärer N-Methyl-N,N'-diphenylharnstoff (Akardit II) als Stabilisator eingesetzt wird.

[0026] In Fig. 2 ist eine vergrößerte Detailansicht der erhaltenen stabilisierten ADN-Partikel dargestellt. Wie der Fig. 2 entnehmbar, weisen die sphärischen ADN-Teilchen 4 eine Vielzahl von feinen Akardit II-Partikeln 5 auf, die homogen in der ADN-Matrix verteilt sind.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von mit feinstpartikulären

- Additiven, insbesondere Stabilisatoren, Abbrandmodifikatoren und/oder Energieträgern, versetzten Partikeln von Ammoniumdinitramid (ADN), **dadurch gekennzeichnet, daß** feste, feinpartikuläre, hydrophile Additive in die ADN-Partikel migriert werden, indem die Additive in eine Matrixflüssigkeit, in welcher sowohl die Additive als auch das ADN nicht oder nur schwer löslich sind, eindispersiert werden und die Dispersion auf eine Temperatur im Bereich oder oberhalb der Schmelztemperatur des ADNs erhitzt, das ADN in die Dispersion eingebracht und im geschmolzenen Zustand emulgiert und mit den festen Additiven in Kontakt gebracht, die Dispersion anschließend auf eine Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur des ADNs abgekühlt wird und die festen ADN-Partikel mit den inkorporierten Additiven von der Matrixflüssigkeit abgetrennt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** das ADN in kristallinem Zustand in die erhitzte Matrixflüssigkeit eingebracht und geschmolzen wird.
 3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** das ADN geschmolzen und die ADN-Schmelze unmittelbar in die Matrixflüssigkeit eingebracht wird.
 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Matrixflüssigkeit zum Eindispersieren der Additive und/oder zum Emulgieren des ADNs agitiert wird.
 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** in die Matrixflüssigkeit zum Eindispersieren der Additive und/oder zum Emulgieren des ADNs Ultraschall eingetragen wird.
 6. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** das geschmolzene ADN durch Einspritzen in die Matrixflüssigkeit emulgiert wird.
 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Konzentration des ADN in der Matrixflüssigkeit auf höchstens 50 Mass.-%, insbesondere höchstens 40 Mass.-%, bezogen auf die Matrixflüssigkeit eingestellt wird.
 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Matrixflüssigkeit Emulgatoren zur Einstellung der Tröpfchengröße des geschmolzenen ADNs zugesetzt werden.
 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Emulsion beim Abkühlen agitiert und/oder mit Ultraschall beaufschlagt wird.
 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Matrixflüssigkeit unpolare organische Flüssigkeiten eingesetzt werden.
 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Matrixflüssigkeit Öle, insbesondere Paraffinöl und/oder Silikonöl und/oder reaktionsarme halogenierte, insbesondere fluoridierte Öle, eingesetzt wird.
 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Stabilisatoren aus der Gruppe Metalloxide, insbesondere Magnesium- und/oder Zinkoxid, gewählt werden.
 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Stabilisatoren aus der Gruppe Harnstoff, alkylierte und/oder phenylierte Harnstoffderivate gewählt werden.
 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Stabilisatoren aus der Gruppe organische Amine, insbesondere Hexamethylentetramin (Urotropin), Diphenylamin und/oder Nitrodiphenylamin, gewählt werden.
 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Stabilisatoren aus der Gruppe Purin und/oder dessen Basen (Purine) gewählt werden.
 16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Stabilisatoren aus der Gruppe Diazine und/oder dessen Derivate gewählt werden.
 17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Stabilisatoren aus der Gruppe Triazine und/oder dessen Derivate gewählt werden.
 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Stabilisatoren aus der Gruppe der Amide gewählt werden.
 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 18, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Abbrandmodifikatoren aus der Gruppe der katalytisch wirksamen Metalloxide, insbesondere Kupfer-, Blei- und/oder Aluminiumoxid, gewählt werden.
 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Energieträger feinpartikuläres Aluminium eingesetzt wird.
 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Energieträger aus

der Gruppe der Nitramine, insbesondere Cyclotramethylenetetranitramin (Oktogen, HMX), Cyclotrimethylenetrinitramin (Hexogen, RDX), Nitroguanidin (NQ) und/oder Trinitrophenylmethylnitramin (Tetryl) gewählt werden.

5

- 22.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Energieträger aus der Gruppe der Nitrate und/oder Perchlorate, insbesondere Ammoniumnitrat und/oder -perchlorat, gewählt werden.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

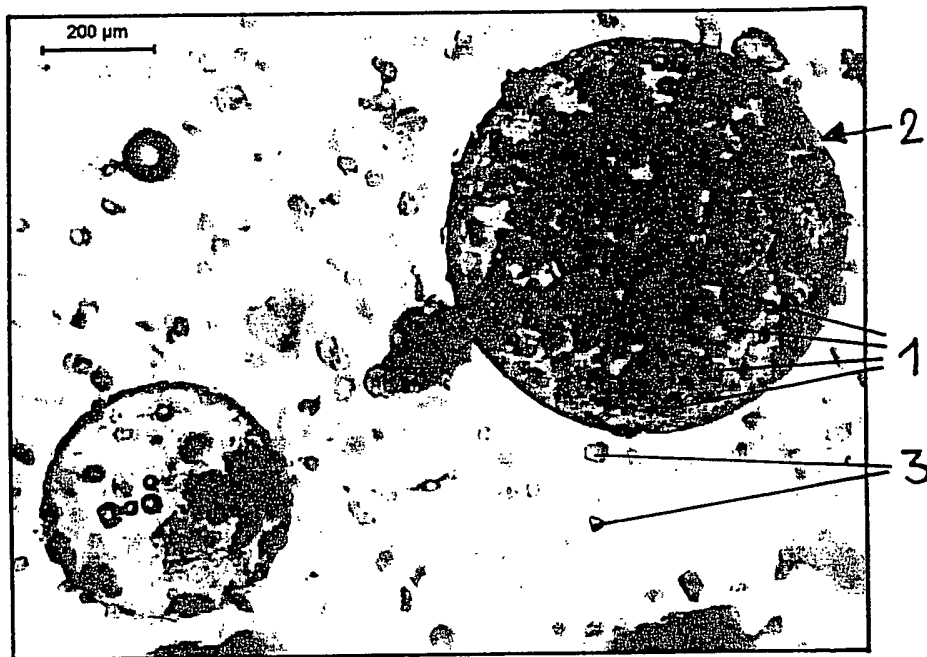


Fig. 1

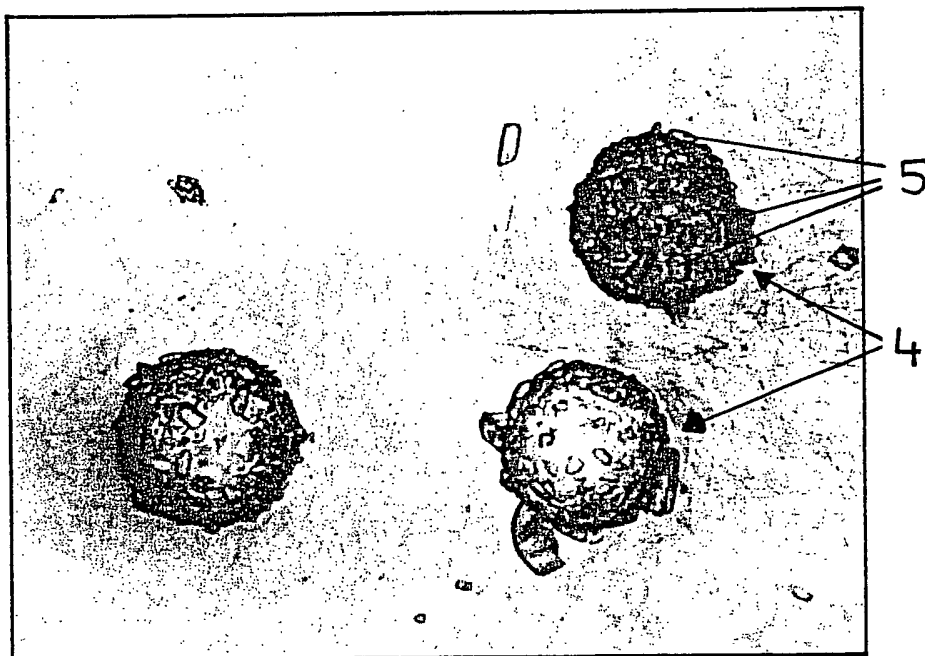


Fig. 2