1 0 ABR. 1966 325606 P. 31.697

US.Ser.Nº 203079

1 0 ABR. 1966 325606

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INTRODUCCION

en

E S P A Ñ A

por DIEZ años

a nombre de EASTMAN KODAK COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 343 State Street, Rochester, Nueva York, Estados Unidos de América, por:

"UN METODO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION EXPLOSIVA DE CICLOTRIMETILENTRINITRAMINA Y CICLOTETRAMETILEN TETRANITRAMINA PLASTICO-LIGADAS"

Esta invención se relaciona con la manufactura de una composición explosiva. Más especialmente, se relaciona con un método de granular una composición explosiva de RDX plástico-ligada. El término RDX como se usa aquí y como es conocido en la industria se refiere a ciclotrimetilentrinitramina.

Hasta ahora el RDX plástico-ligado ha sido producido por un procedimiento que incluye los siguientes tres pasos: (1) el ligador, por ejemplo, una composición plastificada de polímero resinoso como una mezcla de

poliisobutileno, sebacato de di(2-etilhexilo) y aceite de motor SAE 10 se mezcla como sigue: El polímero (precortado de un tamaño conveniente) es alimentado a un estirador mezclador de multitornillos, y se mueve hacia adelante por una sección mezcladora y moledora. El ingrediente plastificador, o los ingredientes, se inyectan en un barril del estirador bajo alta presión donde se mezclan con el polímero. El ligador parcialmente digerido entonces sale del estirador y pasa a una marmita mezcladora de Baker-Perkins donde se agrega el resto del ingrediente plastificador. Entonces se mezcla completamente para obtener un ligador bien plastificado. El paso final de mezclar ordinariamente requiere como tres horas a 82-90ºC. Entonces la mezcla se echa en latas de aluminio conteniendo agua para impedir que se pegue. La composición ligadora se analiza después para asegurarse de que se ha compuesto apropiadamente antes de elaboración adicional. (2) El ligador se añade al RDX a la temperatura del ambiente local como sigue: Una cantidad determinada de RDX de una partícula de tamaño conveniente se echa en una marmita, por ejemplo, una vasija forrada de acero con lados cilíndricos y un fondo hemisférico. La vasija tiene un agitador de paleta. Entonces el agitador se echa a andar y se añade el ligador plástico en pequeños terrones. Después de mezclar por unos cuantos minutos, se añade una porción de RDX de una partícula de tamaño que puede ser diferente del tamaño de la partícula del primer RDX y la mezcla se sigue agitando hasta que se obtiene un material homogéneo como una pasta. La mezcla entonces se examina para ver si todavía tiene terrones. El material se seca calentándolo

y mezclándolo en la marmita de mezclar.

Generalmente, aunque este procedimiento es satisfactorio, a menudo toma un periodo de tiempo demasiado largo y una cantidad de maquinaria bastante compleja. La uniformidad del producto, que es importante debido a su uso como un explosivo, es difícil de lograr por este procedimiento. Por lo tanto, es aparente que un procedimiento nuevo, mejorado y simplificado para la preparación de RDX plástico-ligado prácticamente homogéneo, representa un resultado sumamente conveniente. Después de largas investigaciones, yo he encontrado este procedimiento para preparar composiciones de RDX ligado con plástico.

Un objeto de esta invención es proveer un procedimiento rápido, sencillo y económico para obtener RDX granular con ligamiento plástico. Otro objeto es proveer un método para mejorar la uniformidad del RDX plástico-ligado. Todavía otro objeto es proveer un procedimiento en el cual se simplifiquen la preparación y adición de la composición ligadora usada en el RDX con ligamiento plástico. Otro objeto de esta invención es proveer un método de producir RDX con ligamiento plástico en el cual se reduzcan los tiempos de añadir, secar y manejar los materiales. Aún otro objeto es proveer un procedimiento de amasar RDX granular hasta hacer una pasta para obtener mejor plasticidad. Más adelante se divulgarán otros objetos.

En sus aspectos más amplios, mi invención comprende la adición de componentes ligadores a una pasta acuosa de RDX después de disolver en un disolvente inmis-

cible en agua, la granulación se hace por agitación de la mezcla resultante destilando disolvente del sistema. Los disolventes preferidos inmiscibles en agua son el tolueno y xileno, aunque es posible emplear otros disolventes orgánicos inmiscibles en agua similares. La composición del ligador se prepara disolviendo un polímero resinoso, por ejemplo, poliisobutileno en el disolvente inmiscible en agua. El mejor modo de hacer esto es mediante agitación de 1 a 2 horas. La cantidad preferida del polímero es 0,023 parte por peso disuelta en 0,26 a 0,40 parte por peso (aparentemente para lograr óptimos resultados, como 0,34 parte por peso) del disolvente inmiscible en agua. El polímero se puede cortar o desmenuzar en pequeños pedazos. El ingrediente o ingredientes plastificadores preferiblemente se añaden mezclando después de la adición del polímero. Cuando se usa el sebacato de di(2-etilhexilo) como primer ingrediente plastificador, la cantidad preferida es 0,053 parte por peso; y cuando se emplea el aceite de motor SAE 10 como segundo ingrediente plastificador, la cantidad preferida es 0,014 parte por peso. Se puede obtener una solución prácticamente homogénea mezclando a fondo.

El RDX pastoso al cual se añade la composición del ligador se prepara mezclando una pequeña cantidad de RDX, que puede ser de partículas de más de un tamaño, con 4 a 15 partes por peso de agua, preferiblemente 10 partes. Cuando el RDX es de partículas de dos tamaños, la cantidad preferida de RDX más grueso es 0,61 parte por peso y la cantidad preferida de RDX más fino es 0,30 parte por peso. Se puede añadir una pequeña cantidad

de un agente dispersador para facilitar la mezcla a fondo del RDX pastoso, por ejemplo, como 0,0002 a 0,0004 parte por peso de gelatina u otro agente dispersador apropiado, como goma arábiga, dextrina, alcohol de polivinilo u otros similares. La pasta acuosa es calentada a 75-80ºC. y la solución del ligador se añade a una temperatura de 60-70ºC. durante 1 a 2 minutos. El ligador o laca preferiblemente se añade de modo que se distribuya rápidamente en el agua/RDX pastoso. La pasta acuosa es agitada, por ejemplo, a 350-600 revoluciones por minuto, y el disolvente es removido, por ejemplo de un modo preferido, por destilación a presión atmosférica. La temperatura de la pasta acuosa debe ser de unos 100ºC. para asegurarse de remover completamente el disolvente del sistema. La proporción de disolvente a agua, la velocidad de la agitación y la cantidad del coloide protector son ajustadas para obtener la granulación deseada. Al añadir el ligador a la pasta acuosa de RDX se mezcla con el RDX y entonces se subdivide en gránulos individuales. Para este fin se puede usar un agitador de acción cortante. Los gránulos se endurecen cuando se saca del disolvente del sistema.

El material granulado es filtrado en vacío a un contenido de humedad de 7 a 10 por ciento. Entonces este material se seca en una marmita de mezclar calentándolo a unos 90ºC. Durante este procedimiento de secar el material es amasado con agitación hasta que se forma como una pasta. Otros modos de secar la Composición C-4 (véase más abajo) resultante incluyen un secador rotativo de vacío, cubetas secadoras a aire forzado, secador de fondo flúido u otros similares. Los gránulos secos resultantes

se pueden amasar para formar la pasta característica, a mano, con rodillo u otros medios de mezclar que rindan una acción cortante.

La composición de RDX ligado con plástico preparada de acuerdo con el procedimiento de mi invención, convenientemente contiene 91 I 1 por ciento RDX y 9 - 1 por ciento de ligador, tiene una plasticidad de 0,030 unidades como máximo, y un peso específico de 1,50 gr./ml. Una forma de la composición de RDX plástico-ligado es conocida con el nombre de "Composición C-4" y contiene la siguiente composición específica que se puede preparar mediante mi procedimiento.

(1) 61 por ciento de RDX grueso o Clase A (como 50 por ciento retenido en Cedazo No. 1 U.S.S.)

(2) 30 por ciento de RDX fino o Clase E (como 30 por ciento retenido en Cedazo No. 325 U.S.S.)

(3) 2,25 por ciento de poliisobutileno

(4) 5,31 por ciento de sebacato de di(2-etilhexilo)

(5) 1,44 por ciento de aceite de motor SAE 10

Para comprender más completamente mi invención se hace referencia al dibujo adjunto que es una parte de la presente solicitud e ilustrativo del procedimiento de mi invención. El dibujo representa la secuencia de operaciones en forma esquemática.

En el dibujo, la composición de esta invención está preparada de dos porciones separadas, el ligador 10 y RDX 12 sin revestir. El ligador se mezcla por agitación con un disolvente orgánico inmiscible en agua en 10 y el RDX es agitado y completamente mezclado con agua en 12. La solución del ligador 10 es añadida a la mezcla de RDX/agua mezclando a fondo para formar una pasta acuosa 14. En el siguiente paso, el disolvente es destilado en 16 dejando gránulos resultantes. A esto sigue una filtración en 18 que se puede hacer en vacío. La composición entonces se seca en 20 hasta que se forme una pasta como masa.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de mi invención y no limitativos.

Ejemplo I

Preparación de la Laca - Añádase 12,5 gramos de poliisobutileno, precortado al tamaño como bolitas de marmol, a 130 gramos de tolueno. Agítese la mezcla a 60-70ºC. durante 1 1/2 hora. Añádase 8,0 gramos de aceite de motor (SAE 10) y 29,5 gramos de sebacato de di(2-etil hexilo) y agítese bien. Enfríese a 30ºC.

Granulación - Añádase 5 l. de agua en un granulador de 10 litros, ajústese la agitación y añádase 150 gramos de RDX Clase E y 300 gramos de RDX Clase A. Añádase 0,1 gr. de gelatina y caliéntese la pasta a 65ºC. Añádase la laca durante un período de 1 a 2 minutos con agitación ajustada a 450-500 revoluciones por minuto. Caliéntese la mezcla a 99,5-100ºC. Enfríese la pasta a 60ºC.

Transfiérase la pasta a un filtro de vacío y sáquese el agua. Séquese el producto a 50-60ºC., usando un secador a aire forzado, durante 2 1/2 horas.

Resultados	Por ciento añadido
RDX, 89,90 por ciento	90,0
Ligador, 10,09 por ciento	10,0
Agua, 0,01 por ciento	----

Contenido del ligador:

2,68 por ciento de poliisobutileno

7,41 por ciento aceite más sebacato de di(2-etilhexilo)

Plasticidad - 0,004 unidad

Ejemplo II

Preparación de la Laca - La laca se preparó como se describió en el Ejemplo I, con la excepción de que se usaron 170 gr. de tolueno.

Granulación - Añádase 505 gr. RDX (2 partes RDX Clase A y 1 parte RDX Clase E) a 5,5 l. de agua en un granulador de 10 litros. Añádase 0,2 gr. de gelatina y caliéntese la mezcla a 75ºC. La adición de la laca y la remoción del disolvente se hacen de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo I. El producto se secó a la temperatura del ambiente local, 25 a 30ºC., poniendo el material en cubetas destapadas. La profundidad del material llegó a 13 mm., aproximadamente.

Resultados	Por ciento añadido
RDX, 90,60 por ciento	91,0
Ligador, 9,23 por ciento	9,0
Agua, 0,17 por ciento	----
Contenido del ligador	
2,33 por ciento de poliisobutileno	2,25
6,90 por ciento de aceite más sebacato de di(2-etilhexilo)	6,75

Ejemplo III

El producto se preparó como se describió en el Ejemplo I con la excepción de que la cantidad de tolueno fue aumentada a 200 gramos y la cantidad de agua para la pasta de RDX/agua fue reducida de 5 litros a 2 litros.

Resultados	Por ciento añadido
RDX, 90,40 por ciento	90,9
Ligador, 9,47 por ciento	9,1
Agua, 0,13 por ciento	----

Ejemplo IV

Preparación del Ligador - Añádase 4,55 litros de tolueno en una olla de 10 litros. Caliéntese a 70ºC. Añádase 254,3 gr. de poliisobutileno. Córtese en pequeños pedazos para facilitar la disolución, y hágase el reflujo del disolvente hasta obtener la solución del liga

dor. Enfríese la solución a 30ºC., añádase 603,8 gr. de sebacato de di(2-etilhexilo) y 174,8 gr. de aceite de motor (SAE 10). Mézclese a fondo y transfiérase el ligador a una lata de seguridad. Prepárese dos lotes de ligador como se describió más arriba para un lote de 50 libras de la Composición C-4.

Granulación - Añádase 180 kg. de agua y 13,725 kg. de RDX Clase A y 6,75 kg. de RDX Clase E en el granulador. Añádase 4,5 g. de gelatina seca y caliéntese la pasta a 75-80ºC. Añádase la laca preparada a razón de 0,2 litros por minuto. Ajústese la agitación a 250 revoluciones por minuto y caliéntese la pasta a 99-100ºC. Enfríese el lote a 50-60ºC. y pásese el material por un filtro de vacío. Séquese una porción del producto por los métodos siguientes: secador rotativo de vacío a 60ºC., secador aire forzado de 60-70ºC., y una marmita de mezclar a 90ºC.

Resultados	Por ciento añadido
RDX, 90,90 por ciento	91,0
Ligador, 8,97 por ciento	9,0
Agua, 0,18 por ciento	----
Plasticidad - 0,004 unidad	
Peso específico - 1,65 gr./ml.	

Ejemplo V

Preparación del Ligador - Prepárese el ligador en una marmita para producción en escala de acuerdo

con el método descrito en el Ejemplo IV. Usese las siguientes cantidades de materiales.

25,2 kg. de poliisobutileno
59,85 kg. de sebacato de di(2-etilhexilo.
17,55 kg. de aceite de motor SAE 10.
382,5 kg. de tolueno

Granulación - El material se granuló de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo IV. Para ello se empleó un granulador para producción en escala. El material usado incluyó 675,25 kg. de RDX Clase A; 337,5 kg. de RDX Clase E; 9.000 kg. de agua; 225 g. de gelatina.

Resultados	Por ciento añadido
RDX, 91,03 por ciento	90,9
Ligador, 8,97 por ciento	9,1
Agua, 0,06 por ciento	----
Insolubles, ninguno	----

Plasticidad - 0,010 unidad

Peso específico, 1,60 gr./ml.

Ejemplo VI

Preparación del ligador - Disuélvase 0,023 parte de poliisobutileno (peso molecular 120.000) en 0,340 parte de tolueno a 70-75ºC. agitando mecánicamente por 1 a 2 horas. El poliisobutileno se corta en pedazos peque-

ños para reducir el tiempo de la disolución. Añádase 0,053 parte de sebacato de di(2-etilhexilo) y 0,014 parte de aceite de motor (No. 10) y mézclese bien. La disolución del poliisobutileno se puede ayudar dejando que el plástico se empape con el tolueno durante 16 a 20 horas.

Granulación -

a. Mézclese en una pasta 0,61 parte de RDX Clase A, y 0,30 parte RDX Clase E con 4 a 10 partes de agua en una olla de tamaño apropiado equipada con un agitador.

b. Añádase 0,0002 a 0,0004 parte de gelatina y caliéntese a 75-80ºC.

c. Añádase la laca a 60-70ºC. durante un período de uno a dos minutos. Ajústese la agitación a 350-600 revoluciones por minuto.

d. Destílese el disolvente del sistema. Caliéntese a una temperatura de 99-100ºC.

e. Enfríese y fíltrese.

El material se seca y se amasa hasta que se forma una pasta.

Las ventajas de elaborar RDX plástico-ligado en forma granular incluyen la facilidad de la preparación de la laca, el tamaño del lote elaborado, tiempo reducido de secado, mejor distribución del ligador, y menos manejo

del material.

De la anterior descripción y ejemplos es evidente que yo he provisto un método de preparar composiciones explosivas de RDX plástico-ligado en el cual la formación de terrones se ha eliminado prácticamente y es posible obtener composiciones prácticamente homogéneas capaces de una mejor detonación.

Si bien la invención se ha descrito con lujo de detalles con referencia especial a ciertas formas preferidas, se hace constar que es posible hacerle variaciones y modificaciones dentro del espíritu y alcance de la invención como se ha descrito más arriba y hasta aquí, y como se define en las reivindicaciones adjuntas.

N O T A

Los puntos de invención propia no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Introducción por DIEZ años, son los siguientes:

1.- Un método para la preparación de una composición explosiva de ciclotrimetilentrinitramina y ciclotetrametilentetranitramina plástico-ligadas que comprende preparar un ligador de resina de polihidrocarburo no explosivo y no substituído en un disolvente insensible inmiscible en agua de hidrocarburo orgánico para dicho ligador mezclando a fondo, preparar una mezcla de dicho explosivo

en agua, añadir con agitación la solución del ligador en dicho disolvente inmiscible en agua a la mezcla de dicho explosivo en agua, formando así una pasta esencialmente homogénea, destilar dicho disolvente inmiscible en agua para formar gránulos de dicha pasta, filtrar dicha pasta, y secar el producto formado así como una pasta.

2.- El método de acuerdo con la reivindicación 1 donde la solución del ligador contiene un ingrediente plastificador para el ligador de resina de polihidrocarburo no explosivo y no substituído.

3.- El método de acuerdo con la reivindicación 1 donde el ligador en el disolvente inmiscible en agua comprende poliisobutileno plastificado y aceite de motor y la mezcla de explosivo en agua comprende ciclotrimetilentrinitramina, agua y una substancia gelatinosa escogida del grupo que consiste en gelatina, goma arábica, dextrina y alcohol polivinílico.

4.- El método de acuerdo con la reivindicación 1 donde la solución del ligador en disolvente inmiscible en agua comprende poliisobutileno, sebacato de di(2-etilhexilo), aceite de motor SAE 10 y un disolvente escogido del grupo que consiste en tolueno y xileno y la mezcla de explosivo en agua comprende una mezcla de más de un tamaño de partícula de ciclotrimetilentrinitramina, gelatina y agua.

5.- El método de acuerdo con la reivindicación 1 donde la mezcla de explosivo en agua contiene cristales gruesos de ciclotrimetilentrinitramina, cristales finos de ciclotrimetilentrinitramina, agua y gelatina.

6.- El método de acuerdo con la reivindica-

ción 1 donde el producto es secado hasta formar una pasta como una masa amasándolo y secándolo a una temperatura de alrededor de 60ºC. a unos 90ºC.

7.- Un método para la producción de ciclotrimetilentrinitramina plástico-ligada que comprende: (1) añadir como 0,023 parte por peso de poliisobutileno desmenuzado en pequeños pedazos a 0,34 parte por peso de tolueno, con agitación; (2) añadir a la mezcla resultante como 0,053 parte por peso de sebacato de di-(2-etilhexilo) seguido de como 0,014 parte por peso de aceite de motor SAE 10; (3) mezclar por completo dicha mezcla hasta obtener una solución prácticamente homogénea; (4) mezclar como 0,61 parte por peso de ciclotrimetilentrinitramina de una partícula de tal tamaño que 50 por ciento es retenido por un cedazo de abertura de 149 micras y como 0,30 parte por peso de ciclotrimetilentrinitramina de una partícula de tal tamaño que 30 por ciento es retenido por un cedazo de abertura de 44 micras con unas 10 partes por peso de agua; (5) añadir como 0,0002 parte a 0,0004 parte por peso de un agente dispersador para facilitar el mezclado a fondo de la pasta resultante de ciclotrimetilentrinitramina en agua; (6) calentar la pasta acuosa de ciclotrimetilentrinitramina en agua a una temperatura de unos 75ºC. a unos 80ºC.; (7) añadir la solución de poliisobutileno y tolueno a una temperatura de unos 60ºC. a unos 70ºC. a la pasta acuosa calentada de ciclotrimetilentrinitramina en agua durante un período de como uno a dos minutos, distribuyendo así dicha solución rápidamente en toda dicha pasta acuosa; (8) agitar la pasta acuosa de ciclotrimetilentrinitramina en agua conteniendo la solución

añadida de poliisobutileno en tolueno mientras se continua la agitación a presión atmosférica y a una temperatura de la pasta de unos 100ºC., destilando así prácticamente todo el disolvente y formando gránulos mediante la destilación y la acción cortante de la agitación; (9) filtrar a vacío la ciclotrimetilentrinitramina granular resultante a un contenido de humedad de unos 7 a como 10 por ciento por peso, y (10) secar la ciclotrimetilentrinitramina granular en un secador a una temperatura de 90ºC. mientras se amasa para formar una pasta como una masa.

8.- Un método para la producción de ciclotrimetilentrinitramina plástico-ligada mezclando un ligador con ciclotrimetilentrinitramina, caracterizado por la mejora que comprende añadir una solución de poliisobutileno en un disolvente escogido del grupo que consiste en tolueno y xileno, a una pasta de ciclotrimetilentrinitramina en agua, mezclar a fondo la dispersión resultante de la solución de poliisobutileno en la pasta de ciclotrimetilentrinitramina, evaporar el disolvente del sistema y amasar hasta formar una masa, formando así gránulos de ciclotrimetilentrinitramina plástico-ligada.

9.- Un método para la preparación de una composición explosiva de ciclotrimetilentrinitramina y ciclotetrametilentetranitramina plastico-ligadas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

325606

16 ABR 1966

Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 ABR. 1966

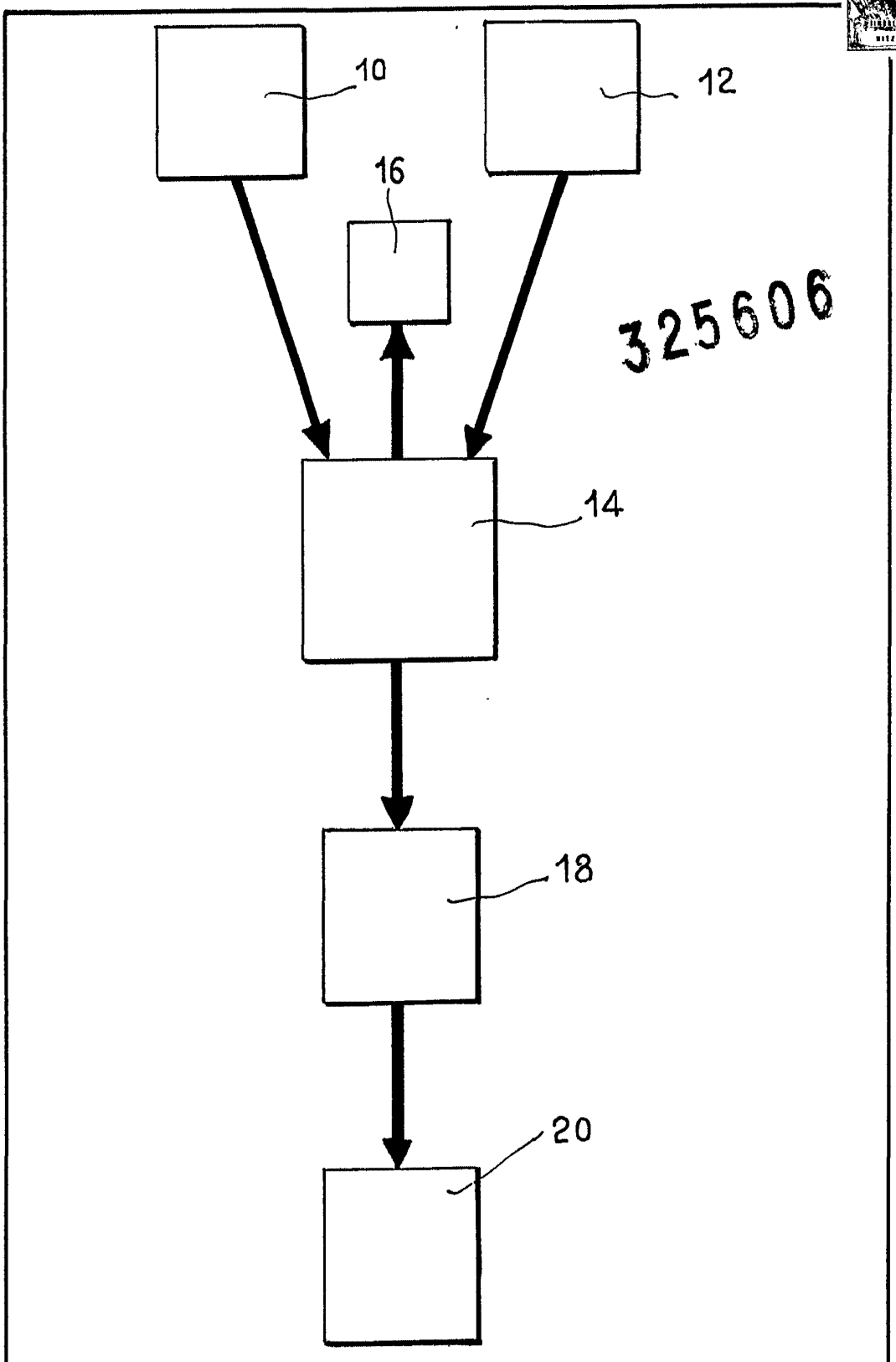
P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder

MMP.

325606

HOJA UNICA



325606

ESCALA VARIABLE

Alberto de Elzaburu
Por Poder