

Kurzbez.: Vorabkühlung des Ammonitrates auf einer Kühlwalze bis  
, annähernd 80 - 90 °C, anschliessend Fertigungskühlung und Gra-

RUHRCHLUMIL AKTIENGESELLSCHAFT

Oberhausen-Holteln, 14. September 1942

Pat. Abt. F6/Su.  
R 633

Verfahren zur Herstellung von beim Versand und auf dem Lager nicht erhärtendem Ammonitrat.

Bei der Herstellung von Ammonitrat aus wässrigen Lösungen entweder durch Lösungseindickung bis zur Übersättigung und Ausschleudern der auskristallisierten Salze oder durch Eindampfen in Vakuumverdampfern bis zur flüssigen Salzschnmelze mit geringem Wassergehalt wird das Salz in feinpulveriger Form gewonnen. Die hierbei gewonnenen Salze haben jedoch die Neigung, auf dem Transport oder im Lager so stark zu verbacken, daß man nur mit starken mechanischen Kräften den pulverförmigen Zustand wiederherstellen kann. Die Anlieferung des Ammonitrats im verbackenen Zustand wird von den Abnehmern als etwas so Selbstverständliches angesehen, daß die Verbraucherwerke Zerkleinerungsmaschinen aufgestellt haben, um den Ammonsalpeter in eine für die Fabrikation geeignete Form überzuführen. Zum Teil mußten sehr große und leistungsfähige Mühlen aufgestellt werden, in denen es beim Zerkleinern des verhärteten Ammonsalpeters oft zu gefährlichen Explosionen gekommen ist.

Eine besonders unangenehme Eigenschaft des in Pulverform gewonnenen Ammonsalpeters besteht darin, daß bei der Lagerung von Mischungen, die unter Verwendung eines Materials hergestellt waren, das durch Vermahlen des in verhärteter Form angelieferten Salzes erhalten wurde, manchmal nochmals Verhärtungen auftraten. Infolge der inhomogenen Kornbeschaffenheit traten innerhalb des Endproduktes Entmischungen auf, die einseitige Verhärtungen hervorriefen. Eine sorgsame, mit großer Mühe verbundene Mischarbeit konnte diese Mängel zwar abschwächen, aber nicht ganz beseitigen. Die Nachteile der Verarbeitung eines in der üblichen Weise hergestellten Ammonitratpulvers treten in besonders unangenehmer Weise bei der Sprengstoffherstellung in Erscheinung, da bei der Verarbeitung eines solchen Salzes meist nur inhomogene und gegebenenfalls auch nach der Herstellung noch erhärtende Patronen zu erhalten sind.

Man hat versucht, die Erhärtung durch bestimmte Zusätze zu vermindern bzw. zu verhüten. Solche Zusätze scheiden natürlich bei einer Verarbeitung, wie sie beispielsweise bei

der Sprengstoffherstellung gegeben ist, von vornherein aus.

Als Ursache für das Zusammenbacken hat man bisher lediglich die bekannte große Wasseranziehung des Ammonitrats angesehen und daher versucht, durch Herstellung des Ammonitrats in Kugel- oder Kornform eine Auswirkung der Wasseranziehung möglichst herabzusetzen.

Es wurde nun die überraschende Beobachtung gemacht, daß die Zusammenbackung nicht allein durch das hohe Wasseranziehungsvermögen verursacht wird, sondern daß zur Vermeidung des Zusammenbackens dem Ammonsalpeter Gelegenheit zur Ausreifung seiner Kristallbildung gegeben werden muß. Dies geschieht erfindungsgemäß derart, daß die Körnung des Salzes durch Granulierung einer in den plastischen Zustand übergeführten wasserarmen Ammonitratschmelze durchgeführt wird. Diese Granulierung kann in Trommeln oder anderen geeigneten bekannten Granuliertorrichtungen vorgenommen werden. Vorzugsweise arbeitet man derart, daß Ammonitratschmelzen durch Aufbringen auf eine Kühlwalze zunächst in einen plastischen Zustand übergeführt, in diesem ohne weitere Abkühlung mit Hilfe bekannter Vorrichtungen abgenommen, darauf in eine Trockentrommel und anschließend in eine Kühltrommel gegeben werden.

Es wurde festgestellt, daß infolge der bekannten Isomorphie des Ammonitrats das aus der Ammonitratschmelze gebildete Kristallkorn zunächst ganz labil ist und erst beim Lagern allmählich in seine endgültige ausgereifte Kristallform übergeht. Temperatur- und Feuchtigkeitsbedingungen wirken dabei im wesentlichen in der Richtung, daß besonders schnell bei feinem Salz gegenseitige Berührungen, Durchdringungen und Verfilzungen der wachsenden Kristallgebilde mit benachbarten Ammonitratteilchen eintreten und daß damit das ganze Salz in einen außerordentlich fest zusammenhaftenden Salzklumpen übergeht.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es, durch Herstellung des plastischen Zustandes aus einer wasserarmen Ammonitratschmelze und unmittelbare Weiterverarbeitung des Salzes im plastischen Zustand die Reifung des Kristallkornes in der Weise zu leiten, daß ein beim Versend und auf dem Lager nicht erhärtendes Salz erhalten wird.

Weitere Einzelheiten sind aus den nachstehenden Angaben ersichtlich.

Ammonitratlauge wird im Vakuum auf etwa 1 % Wassergehalt eingedampft und die so gewonnene Schmelze auf eine Kühlwalze bekannter Konstruktion aufgetragen, wobei eine Temperatur von annähernd 80 bis 90°C nicht unterschritten werden darf. Durch Messerabnehmer wird die noch plastische Masse abgebrochen und sofort in einer an sich bekannten Granulier- oder Trockentrommel auf die gewünschte kleinere oder gröbere Kornform mit einem Wassergehalt bis zu 0,4 % gebracht, von wo aus dann das so gekörnte und nachgetrocknete Korn sofort in einer Kühltrommel langsam auf Außentemperatur abgekühlt wird. Die Einregelung der Korngröße des Produktes wird durch die Einstellung der Kühlwassertemperatur der Kühlwalze unterstützt, wobei sich bei Anwendung niedriger Kühlwasser-Austrittstemperaturen im Durchschnitt im allgemeinen eine Korngröße von 4 bis 5 mm und bei höheren Temperaturen eine Korngröße von über 7 bis annähernd 15 mm erreichen läßt.

Das gekörnte Salz kann anschließend entweder unmittelbar lose oder in Säcken verladen oder aber lose eingespeichert werden, ohne daß eine nachträgliche Verhärtung durch Zusammenbacken zu festen steinharten Klumpen eintritt. Es konnte beobachtet werden, daß beim Lagern langsam ein Nachreifungs- oder Kristallisationsprozeß vor sich geht. Die zunächst matten, glanzlosen Salzkörner erhalten nach einigen Tagen speckigen Hochglanz. Die Härte der Körner nimmt dabei merklich ab, da im Innern des Kornes der Umwandlungsprozeß der Kristallbildung einsetzt und schließlich das anfänglich ganz harte Schmelzkorn nur noch an den Gleitflächen der sich bildenden Kristalle zusammenhält. Ein Hinauswachsen über das Kornäußere wurde jedoch nicht beobachtet. Das ursprüngliche Schmelzkorn bleibt somit zwar im äußeren Gefüge erhalten, es wird aber infolge der Kristallausbildung im Innern durch Kristallflächen so mürbe, daß eine spätere Vermahlung des gekörnten Salzhaufens außerordentlich leicht erfolgen kann. Dies bedingt naturgemäß für solche Verwendungsarten wie für die Sprengstoffherstellung wesentliche Vorteile gegenüber der bisherigen Verwendung von in Pulverform eingeladenem, als festen Klumpen jedoch entnommenem Salz.

### Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung von beim Versand und auf dem Lager nicht erhärtendem Ammonnitrat aus wasserarmer Ammonitratschmelze, die auf einer Kühlwalze zur Erstarrung gebracht wird, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Masse auf der Kühlwalze nicht unter eine Temperatur von 80 bis 90°C abgekühlt wird, so daß das Ammonnitrat noch im plastischen Zustand mit Hilfe bekannter Abnehmerwerkzeuge abgeschabt wird, worauf dann die abgeschabten Schollen unmittelbar und unter Vermeidung weiterer Abkühlung einer Granulierungsvorrichtung, wie z.B. einer Trockentrommel, zugeführt werden.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Granulierung in Trommeln oder anderen geeigneten bekannten Granulierungsvorrichtungen vorgenommen wird.

3.) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß Ammonitratschmelzen durch Aufbringen auf eine Kühlwalze in den plastischen Zustand übergeführt, in diesem ohne weitere Abkühlung mit Hilfe bekannter Vorrichtungen abgenommen, darauf in eine Trockentrommel und anschließend in eine Kühltrommel gegeben werden.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT