



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0047476

(51)^{2020.01} C06B 21/00; C06B 31/28; C06B 31/02 (13) B

(21) 1-2021-04870

(22) 03/02/2020

(86) PCT/AU2020/050069 03/02/2020

(87) WO2020/160596 13/08/2020

(30) 2019900348 05/02/2019 AU; 2019904447 25/11/2019 AU

(45) 25/06/2025 447

(43) 25/02/2022 407A

(73) DYNNO NOBEL ASIA PACIFIC PTY LIMITED (AU)

Level 8, 28 Freshwater Place, Southbank Victoria 3006, Australia

(72) GORE, Jeff (AU); GRAHAM, Brian (AU).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) VIÊN AMONI NITRAT ĐƯỢC ỔN ĐỊNH HÓA PHA VÀ SẢN PHẨM VÀ
PHƯƠNG PHÁP LIÊN QUAN

(21) 1-2021-04870

(57) Sáng chế đề cập đến viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN) bao gồm amoni nitrat và muối kali. Viên PSAN có thể là loại dễ nổ và và tỉ trọng thấp. Viên PSAN có thể bao gồm chất tăng cường độ xốp như chất cải biến bề mặt phân cách hoặc chất tạo thành lỗ rỗng. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp điều chế viên PSAN và các nhũ tương liên quan.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế nói chung đề cập đến các vật liệu nổ. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN) bao gồm amoni nitrat và muối kali. Viên PSAN có thể là loại dễ nổ và có tỉ trọng thấp. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp tạo ra viên PSAN và các nhũ tương liên quan.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Sự xoay vòng nhiệt của amoni nitrat (AN) trên và dưới khoảng 32°C dẫn đến sự chuyển pha tinh thể. Sự xoay vòng nhiệt của viên AN có thể dẫn đến sự mở rộng và co ngót viên AN với mỗi sự chuyển pha kết tinh liên quan. Cơ chế của sự mở rộng và co ngót của viên AN có thể ảnh hưởng xấu đến tính nguyên vẹn và/hoặc độ ổn định của viên AN theo cách mà có thể góp phần làm đóng bánh viên AN, mà có thể dẫn đến các vấn đề gia công và xử lý, mất đặc tính chảy tự do, và/hoặc sản phẩm nằm ngoài đặc tính kỹ thuật.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN) bao gồm amoni nitrat và muối kali được bộc lộ ở đây, cùng với các phương pháp liên quan. Viên PSAN có thể là loại dễ nổ và có tỉ trọng thấp. Hơn thế nữa, viên PSAN có thể bao gồm chất tăng cường độ xốp như chất cải biến bề mặt phân cách hoặc chất tạo thành lỗ rỗng. Thành phần và phương pháp được đưa ra ở đây có thể hạn chế hoặc ức chế việc làm yếu viên, làm giảm sự hình thành hạt mịn, giảm khả năng dễ vỡ, và/hoặc giảm sự xâm nhập ẩm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các phương án được bộc lộ ở đây sẽ trở nên hoàn toàn rõ ràng hơn từ phần mô tả sau đây và các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo, kết hợp với các hình vẽ kèm theo.

Hình 1 là đồ thị thể hiện phép phân tích đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC) các mẫu làm ví dụ có các mức kali hydroxit (KOH) khác nhau được đồng kết tinh với amoni nitrat (AN).

Hình 2 là đồ thị thể hiện phép phân tích DSC mẫu chỉ có AN.

Hình 3 là đồ thị thể hiện phép phân tích DSC mẫu làm ví dụ có AN, 700 ppm GALORYL® AT (ARRMAZ™) (còn được gọi là “GAL”), và 3,5% KNO₃.

Hình 4 là đồ thị thể hiện phép phân tích DSC mẫu làm ví dụ có AN, 700 ppm GALORYL® AT, và 3,5% mol KOH.

Hình 5 là đồ thị thể hiện phép phân tích DSC mẫu làm ví dụ có AN, 700 ppm GALORYL® AT, và 3,3% mol K₂SO₄.

Hình 6 là đồ thị thể hiện phép phân tích bằng máy phân tích nhiệt trọng lượng (TGA) mẫu chỉ có AN.

Hình 7 là đồ thị thể hiện phép phân tích TGA mẫu làm ví dụ có AN, 700 ppm GALORYL® AT, và 3,5% KNO₃.

Hình 8 là đồ thị thể hiện phép phân tích TGA mẫu làm ví dụ có AN, 700 ppm GALORYL® AT, và 3,5% mol KOH.

Hình 9 là đồ thị thể hiện phép phân tích TGA mẫu làm ví dụ có AN, 700 ppm GALORYL® AT, và 3,3% mol K₂SO₄.

Hình 10 là đồ thị thể hiện the độ bền nén vỡ so với các chu kỳ nhiệt của các mẫu khác nhau thiếu kali.

Hình 11 là đồ thị thể hiện the độ bền nén vỡ so với các chu kỳ nhiệt của các mẫu làm ví dụ khác nhau có kali.

Hình 12 mô tả các kết quả của thử nghiệm độ bền nén vỡ cho một số mẫu làm ví dụ.

Hình 13 là đồ thị về các kết quả được mô tả trên Hình 12.

Hình 14 là đồ thị thể hiện phép phân tích DSC các mẫu làm ví dụ có các mức kali nitrat khác nhau (KN hoặc KNO₃) được đồng kết tinh với amoni nitrat (AN).

Hình 15 là đồ thị thể hiện TGA của mẫu LDAN.

Hình 16 là đồ thị thể hiện TGA của mẫu Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây.

Hình 17 là đồ thị thể hiện DSC của mẫu Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây.

Hình 18 là đồ thị thể hiện DSC của mẫu LDAN.

Hình 19 là đồ thị thể hiện độ bền nén vỡ so với các chu kỳ nhiệt của viên LDAN và Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây.

Hình 20A mô tả hình thái và lập bản đồ nguyên tố của bên trong của viên LDAN, được phân tích bằng Kính hiển vi điện tử quét với Quang phổ học phân tán năng lượng (SEM-EDS). Bảng bên trái mô tả các hình ảnh hình thái và lập bản đồ nguyên tố kết hợp. Bảng phía trên bên phải thể hiện các nguyên tố oxy, nitơ, và cacbon được phát hiện bằng phân tích lập bản đồ nguyên tố. Bảng bên phải phía dưới mô tả hình thái của bên trong của viên LDAN.

Hình 20B, các bảng từ trái qua phải, mô tả lập bản đồ nguyên tố của oxy, nitơ, và cacbon ở bên trong của viên LDAN.

Hình 21A mô tả hình thái và lập bản đồ nguyên tố của bên trong của Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây, được phân tích bằng Kính hiển vi điện tử quét với Quang phổ học phân tán năng lượng (SEM-EDS). Bảng bên trái mô tả các hình ảnh hình thái và lập bản đồ nguyên tố kết hợp. Bảng phía trên bên phải thể hiện các nguyên tố oxy, nitơ, cacbon và kali được phát hiện bằng phân tích lập bản đồ nguyên tố. Bảng bên phải phía dưới mô tả hình thái của bên trong của Viên A.

Hình 21B, các bảng phía trên từ trái qua phải, mô tả lập bản đồ nguyên tố của oxy, nitơ, và cacbon ở bên trong của Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây. Bảng phía dưới mô tả lập bản đồ nguyên tố của kali ở bên trong của Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây.

Hình 22A mô tả hình thái và lập bản đồ nguyên tố của bên ngoài của viên LDAN, được phân tích bằng Kính hiển vi điện tử quét với Quang phổ học phân tán năng lượng (SEM-EDS). Bảng bên trái mô tả các hình ảnh hình thái và lập bản đồ nguyên tố kết hợp. Bảng phía trên bên phải thể hiện các nguyên tố oxy, nitơ, và cacbon được phát hiện bằng phân tích lập bản đồ nguyên tố. Bảng bên phải phía dưới mô tả hình thái của bên ngoài của viên LDAN.

Hình 22B, các bảng từ trái qua phải, mô tả lập bản đồ nguyên tố của oxy, nitơ, và cacbon ở bên ngoài của viên LDAN.

Hình 23A mô tả hình thái và lập bản đồ nguyên tố của bên ngoài của Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây, được phân tích bằng Kính hiển vi điện tử quét với Quang phổ học phân tán năng lượng (SEM-EDS). Bảng bên trái mô tả các hình ảnh hình thái và lập bản đồ nguyên tố kết hợp. Bảng phía trên bên phải thể hiện các nguyên tố oxy, nitơ, cacbon và kali được phát hiện bằng phân tích lập bản đồ nguyên tố. Bảng bên phải phía dưới mô tả hình thái của bên ngoài của Viên A.

Hình 23B, các bảng phía trên từ trái qua phải, mô tả lập bản đồ nguyên tố của oxy, nitơ, và cacbon ở bên ngoài của Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây. Bảng phía dưới mô tả lập bản đồ nguyên tố của kali ở bên ngoài của Viên A, theo một phương án được bộc lộ ở đây.

Hình 24 mô tả độ bền nén vỡ làm ví dụ so với sự xoay vòng nhiệt đối với các dạng viên làm ví dụ với các nồng độ kali khác nhau.

Hình 25 mô tả độ bền nén vỡ làm ví dụ so với sự xoay vòng nhiệt đối với các dạng viên làm ví dụ với các nồng độ kali khác nhau nữa.

Hình 26 mô tả độ bền nén vỡ làm ví dụ so với sự xoay vòng nhiệt đối với các dạng viên làm ví dụ với các nồng độ chất cải biến bề mặt phân cách làm ví dụ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN) bao gồm amoni nitrat và muối kali được bộc lộ ở đây, cùng với các phương pháp liên quan. Viên PSAN có thể là loại dễ nổ và và tỉ trọng thấp. Hơn thế nữa, viên PSAN có thể bao gồm chất tăng cường độ xốp như chất cải biến bề mặt phân cách hoặc chất tạo thành lỗ rỗng.

Sự xoay vòng nhiệt của amoni nitrat trên và dưới khoảng 32°C dẫn đến sự chuyển pha tinh thể. Sự xoay vòng nhiệt của viên AN dẫn đến sự mở rộng và co ngót viên AN với mỗi sự chuyển pha kết tinh liên quan. Sự chuyển pha kết tinh của AN cũng xảy ra tại các nhiệt độ khác như được trình bày trong Bảng 1.

Bảng 1: Các pha kết tinh của AN

Hệ thống	Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	Trạng thái	Sự thay đổi thể tích (%)
	>169,6	dạng lỏng	

I	169,6 đến 125,2	dạng hình lập phương	-2,1
II	125,2 đến 84,2	hình tứ giác	+1,3
III	84,2 đến 32,3	hình thoi α	-3,6
IV	32,3 đến -16,8	hình thoi β	+2,9
V	-16,8	hình tứ giác	

Cơ chế của sự mở rộng và co ngót của viên AN có thể ảnh hưởng xấu đến tính nguyên vẹn và/hoặc độ ổn định của viên AN. Ví dụ, sự mở rộng và co ngót có thể dẫn đến: i) làm yếu viên AN; ii) tăng sự hình thành hạt mịn AN (ví dụ, viên AN có thể bị vỡ); iii) tăng tính dễ vỡ của viên AN; và/hoặc iv) tăng độ ẩm xâm nhập vào viên AN. Các đặc tính hoặc tác động này có thể góp phần làm đóng bánh viên AN, mà có thể dẫn đến các vấn đề gia công và xử lý, mất đặc tính chảy tự do, và/hoặc sản phẩm nằm ngoài đặc tính kỹ thuật. Thành phần và phương pháp được đưa ra ở đây có thể hạn chế hoặc ức chế việc làm yếu viên, làm giảm sự hình thành hạt mịn, giảm khả năng dễ vỡ, và/hoặc giảm sự xâm nhập ẩm.

Phương pháp bất kỳ được bộc lộ ở đây bao gồm một hoặc nhiều bước hoặc hoạt động để thực hiện phương pháp được mô tả. Các bước và/hoặc hoạt động của phương pháp có thể được thay thế cho nhau. Nói cách khác, trừ khi thứ tự cụ thể của các bước hoặc hoạt động được yêu cầu cho sự vận hành thích đáng của phương án, thứ tự và/hoặc sử dụng các bước và/hoặc hoạt động cụ thể có thể được thay đổi. Hơn nữa, các quy trình con hoặc chỉ một phần của phương pháp được mô tả ở đây có thể là phương pháp riêng rẽ nằm trong phạm vi của sáng chế. Nói cách khác, một số phương pháp bao gồm chỉ một phần của các bước được mô tả ở đây trong phương pháp được mô tả chi tiết hơn.

Trong toàn bộ bản mô tả này, việc đề cập đến “một phương án” hoặc “phương án” nghĩa là dấu hiệu, cấu trúc, hoặc đặc điểm cụ thể được mô tả kết hợp với phương án đó được bao gồm trong ít nhất một phương án. Do đó, các cụm từ được trích dẫn, hoặc các biến đổi của nó, như được nêu trong toàn bộ bản mô tả này không nhất thiết đều đề cập đến cùng một phương án.

Như các điểm yêu cầu bảo hộ sau đây phản ánh, các khía cạnh sáng chế nằm trong sự kết hợp của ít hơn tất cả các dấu hiệu của bất kỳ phương án đơn nhất nào được

bộc lộ trước đó. Do đó, các điểm yêu cầu bảo hộ sau phần mô tả chi tiết được kết hợp rõ ràng vào phần mô tả chi tiết, với mỗi điểm yêu cầu bảo hộ đứng riêng như một phương án riêng rẽ. Sáng chế bao gồm tất cả các sự hoán vị các điểm yêu cầu bảo hộ độc lập với các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc của chúng.

Sự liệt kê ở các điểm yêu cầu bảo hộ thuật ngữ “thứ nhất” đối với dấu hiệu hoặc phần tử không nhất thiết ngụ ý sự tồn tại của dấu hiệu hoặc phần tử như vậy thứ hai hoặc bổ sung. Sẽ rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật rằng sự thay đổi có thể được thực hiện đối với chi tiết của các phương án được mô tả ở đây mà không tách khỏi các nguyên lý cơ bản của sáng chế.

Viên PSAN như được đề xuất ở đây có thể thể hiện thời gian sử dụng tăng đáng kể khi so sánh với viên amoni nitrat tỉ trọng thấp (LDAN) tiêu chuẩn, ví dụ, trong suốt những tháng mùa hè khi nhiệt độ có thể xoay vòng thường xuyên ở trên và dưới 32°C. Do đó, viên PSAN có thể được gửi đến hoặc được sử dụng ở các vùng nhiệt đới và có thời gian sử dụng tăng so với LDAN thông thường. Viên PSAN có thể làm giảm đáng kể sức khỏe, độ an toàn và/hoặc các nguy cơ môi trường liên quan đến viên AN bị đóng bánh và/hoặc dạng khối. Viên PSAN có thể phủ định sự cần thiết đối với cơ sở hạ tầng bảo quản có kiểm soát nhiệt độ (ví dụ, các nhà kho khối AN có điều hòa không khí). Viên PSAN có thể tăng độ linh hoạt trong kế hoạch cung cấp AN cho khách hàng. Viên PSAN có thể làm giảm hoặc loại bỏ việc làm đình trệ sản xuất. Hơn thế nữa, viên PSAN có thể được sử dụng ở nhiều thị trường (ví dụ, Châu Á Thái Bình Dương và Bắc Mỹ).

Viên PSAN và các phương pháp tạo ra viên PSAN được bộc lộ ở đây. Sẽ dễ hiểu rằng các thành phần của các phương án như được mô tả chung dưới đây có thể được bố trí và được thiết kế trong đa dạng các cấu hình khác nhau. Do đó, sự mô tả chi tiết hơn sau đây của các phương án khác nhau, như được mô tả dưới đây và được mô tả trong các Hình vẽ, không nhằm để giới hạn phạm vi của sáng chế, mà chỉ đơn thuần thể hiện các phương án khác nhau.

Một khía cạnh của sáng chế được hướng đến viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN). Viên PSAN có thể bao gồm amoni nitrat và muối kali. Theo một số phương án, viên PSAN có thể bao gồm từ 0,5 phần trăm mol (% mol) đến 5% mol ion kali của muối kali dựa trên các ion amoni của amoni nitrat. Theo các phương án khác nhau, % mol của các ion kali dựa trên các ion amoni có thể nằm trong khoảng từ 2%

mol đến 5% mol, 2% mol đến 4% mol, 2,1% mol đến 4,0 % mol, hoặc khoảng 3% mol. Viên PSAN có thể là loại dễ nổ. Theo các phương án nhất định, viên PSAN có thể có tỉ trọng thấp (viên “tỉ trọng thấp” có tỉ độ khối là 0,84 kg/L hoặc nhỏ hơn).

Viên AN “loại dễ nổ” có độ xốp tối thiểu ít nhất là 5,7 FOR%. Viên AN tỉ trọng thấp, loại dễ nổ (LDAN) thường được sản xuất để bao gồm độ xốp sẵn có hoặc không sẵn có, như bằng sự kết hợp chất tạo độ xốp thích hợp vào trong dung dịch amoni nitrat đặc trước khi tạo viên. Viên loại dễ nổ thường được sản xuất để bao gồm độ xốp sẵn có và không sẵn có, mà cho phép để hấp thụ dầu nhiên liệu đủ sao cho nguyên liệu có thể được kích nổ hiệu quả. Để xác định rằng độ xốp thích hợp để sản xuất các chất nổ, khả năng viên nổ hấp thụ dầu nhiên liệu diesel được sử dụng. Việc xác định chức năng của độ xốp có thể được thực hiện bằng cách sử dụng thử nghiệm giữ dầu nhiên liệu, trong đó lượng viên AN được cân được bổ sung vào lượng dầu nhiên liệu được cân và được trộn trong thời gian xác định. Dầu nhiên liệu dư được loại bỏ bằng cách sử dụng giấy lụa hấp thụ, tổng khối lượng của sản phẩm ANFO tạo thành được ghi lại, và % tăng khối lượng được tính. Độ xốp của viên PSAN như được xác định bằng phần trăm giữ dầu nhiên liệu (FOR%) có thể là từ 6 FOR% đến 15 FOR%, 6 FOR% đến 12 FOR%, hoặc 5,5 FOR% đến 9 FOR%. Thường ưu tiên là độ xốp sao cho mức độ hấp thụ dầu nhiên liệu ít nhất là 5,7 FOR%, sao cho sự cân bằng oxy chấp nhận được đạt được khi đủ dầu nhiên liệu được bổ sung vào viên PSAN để sản xuất ANFO. Việc tính toán tổng độ xốp, bao gồm độ xốp không sẵn có, có thể được xác định trong miễn dịch lỏng thích hợp.

Phương pháp sau đây có thể được sử dụng để đo FOR%, mà tương quan với độ xốp của amoni nitrat dạng viên. Phương pháp này đo sự tăng khối lượng của mẫu viên được chọn sau nhúng toàn bộ trong dầu nhiên liệu diesel (DFO) và loại bỏ DFO dư bằng cách sử dụng giấy vệ sinh. Phương pháp này có thể là sự kiểm tra chất lượng được sử dụng trong đánh giá nguyên liệu thô sản phẩm. Đầu tiên, 40 g (+-0,05g) mẫu của viên AN (các hạt mịn được loại bỏ) có thể được cân vào bình mẫu có nắp xoáy 250 mL được đánh dấu và được cân bì. Số lượng này được ghi lại là ‘Khối lượng ban đầu’. Sau đó 6,5 mL DFO có thể được bổ sung và được phân bố đều qua mẫu. Nắp được siết chặt đóng lại và có thể được lắc mạnh trong 30 giây. Bình mẫu này sau đó có thể được đặt trên trục lăn chai và máy được hoạt động trong 20 phút tại 40 vòng/phút. Sau 20 phút, bình có thể được vỗ nhẹ trên ghế băng để loại bỏ viên bám vào nắp. Có thể đặt hai dải giấy

thấm: một dải được quấn lỏng để vừa khít dọc theo các cạnh của bình; dải thứ hai được quấn chặt và được chèn vào giữa dải giấy thấm thứ nhất. Nắp có thể được thay thế, sau đó bình được lắc bằng tay trong 3 phút. Viên nên cuộn tự do trong bình. Bình mẫu này có thể được đặt trên trục lăn chai và máy được hoạt động trong 15 phút tại 40 vòng/phút. Viên nên trải đều ra dọc theo chiều dài của bình, và trục lăn có thể được điều chỉnh để đạt được điều này. Các dải giấy thấm sau đó có thể được loại bỏ một cách cẩn thận, đảm bảo không có viên nào bị loại bỏ khỏi bình. Viên có thể được chuyển đến cốc 100 mL đã được cân bì và cân đến gần nhất 0,05 g. Điều này được ghi lại là 'Khối lượng cuối cùng'. % Giữ dầu nhiên liệu (FOR) có thể được tính như sau:

$$\text{FOR (\%)} = ((\text{Khối lượng cuối cùng} - \text{Khối lượng ban đầu}) / \text{Khối lượng cuối cùng}) \times 100$$

Theo một số phương án, viên PSAN có thể bao gồm chất tăng cường độ xốp. Chất tăng cường độ xốp có thể bao gồm chất cải biến bề mặt phân cách và/hoặc chất tạo thành lỗ rỗng. Chất cải biến bề mặt phân cách có thể được chọn từ ít nhất một trong số alkyl sulfonat polyme, kim loại kiềm hoặc muối amoni của axit naphtalensulfonic, muối kim loại kiềm của axit alkyl sulfonic, muối kim loại kiềm của axit polystyren sulfonic, nhôm sulfat hydrat, muối kim loại kiềm của copolyme của naphtalen sulfonat và formaldehyt, và các tổ hợp của chúng.

Theo các phương án nhất định, chất cải biến bề mặt phân cách có thể là alkyl sulfonat polyme được chọn từ ít nhất một trong số natri naphtalen sulfonat, natri naphtalen-co-formaldehyt copolyme, hoặc cả hai. Theo các phương án khác nhau, chất cải biến bề mặt phân cách có thể là muối kim loại kiềm, như natri hoặc kali, hoặc muối amoni của axit naphtalensulfonic. Chất cải biến bề mặt phân cách cũng có thể là chất cải biến dạng tinh thể.

Theo các phương án nhất định, nồng độ của chất cải biến bề mặt phân cách có thể là từ 400 ppm đến 4.000 ppm, như, ví dụ, từ 400 ppm đến 1000 ppm, từ 500 ppm đến 900 ppm, từ 600 ppm đến 800 ppm, hoặc khoảng 700 ppm, hoặc như, ví dụ, từ 2.000 ppm đến 4.000 ppm, từ 2.500 ppm đến 3.900 ppm, từ 3.000 ppm đến 3.700 ppm, hoặc khoảng 3.500 ppm.

Chất tạo thành lỗ rỗng có thể được chọn từ ít nhất một trong số đá phấn, alkylbenzen sulfonat mạch thẳng, axit sulfonic, monoalkylphenol ete, dialkylhydroxylamin ete, và các tổ hợp của chúng.

Muối kali có thể là muối kali bất kỳ, như được chọn từ ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, kali sulfat, kali hydro sulfat, kali cacbonat, và kali hydro carbonat. Theo một số phương án, kali có thể được chọn từ ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, và kali sulfat.

Theo một số phương án, viên PSAN có thể bao gồm từ 0,5% mol đến 5% mol các ion kali của kali hydroxit tính theo các ion amoni của amoni nitrat (mà tương ứng với phần trăm khối lượng (% khối lượng) là từ 0,4% khối lượng đến 4% khối lượng kali hydroxit tính theo amoni nitrat). Theo các phương án khác nhau, % mol của các ion kali tính theo các ion amoni có thể là từ 2% mol đến 5% mol (khoảng 1,5% khối lượng đến 4% khối lượng kali hydroxit), 2% mol đến 4% mol (khoảng 1,5% khối lượng đến 3% khối lượng kali hydroxit), 2,1% mol đến 4,0% mol (khoảng 1,5% khối lượng đến 3% khối lượng kali hydroxit), hoặc khoảng 3% mol (khoảng 2% khối lượng kali hydroxit).

Theo các phương án nhất định, viên PSAN có thể bao gồm từ 0,5% mol đến 5% mol các ion kali của kali nitrat tính theo các ion amoni của amoni nitrat (1% khối lượng đến 6% khối lượng kali nitrat tính theo amoni nitrat). Theo các phương án khác nhau, % mol của các ion kali tính theo các ion amoni có thể là từ 2% mol đến 5% mol (khoảng 3% khối lượng đến 6% khối lượng kali nitrat), 2% mol đến 4% mol (khoảng 3% khối lượng đến 5% khối lượng kali nitrat), 2,1% mol đến 4,0% mol (khoảng 3% khối lượng đến 5% khối lượng kali nitrat), hoặc khoảng 3% mol (khoảng 4% khối lượng kali nitrat).

Theo các phương án khác nhau, viên PSAN có thể bao gồm từ 0,5% mol đến 5% mol các ion kali của kali sulfat tính theo các ion amoni của amoni nitrat (1% khối lượng đến 10% khối lượng kali sulfat tính theo amoni nitrat). Theo các phương án khác nhau, % mol của các ion kali tính theo các ion amoni có thể là từ 2% mol đến 5% mol (khoảng 5% khối lượng đến 10% khối lượng kali sulfat), 2% mol đến 4% mol (khoảng 5% khối lượng đến 8% khối lượng kali sulfat), 2,1% mol đến 4,0% mol (khoảng 5% khối lượng đến 8% khối lượng kali sulfat), hoặc khoảng 3% mol (khoảng 6% khối lượng kali sulfat).

Theo một số phương án, tỉ trọng khối của viên PSAN có thể là nhỏ hơn 0,9 kg/L. Cụ thể hơn, viên PSAN có thể thiếu, hoặc về cơ bản thiếu, sự chuyển pha kết tinh ở 32°C. Theo cách khác, sự chuyển pha kết tinh ở 32°C có thể được dịch chuyển đến nhiệt độ cao hơn 50°C. Viên PSAN có thể thiếu, hoặc về cơ bản thiếu, sự chuyển pha kết tinh ở 84°C. Theo các phương án nhất định, sự có mặt của sự chuyển kết tinh ở 32°C và/hoặc sự chuyển pha kết tinh ở 84°C có thể được xác định bằng phân tích nhiệt và/hoặc các phép đo nhiễu xạ tia X. Ví dụ, phân tích nhiệt có thể bao gồm thử nghiệm DSC và/hoặc thử nghiệm TGA. “Về cơ bản thiếu” sự chuyển pha ở 32°C có thể tương ứng với sự loại bỏ đáng kể sự chuyển pha mà viên PSAN có thể được tạo chu kỳ nhiệt 50 lần và nằm trong các thông số kỹ thuật đặt hàng, như các thông số kỹ thuật được liệt kê trong Bảng 2.

Theo các phương án khác nhau, dựa vào việc tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 50 lần, viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt này có thể có độ bền nén vỡ trung bình lớn hơn 0,4 kg, như từ 0,4 kg đến 2,0 kg, từ 0,5 kg đến 1,5 kg, từ 0,6 kg đến 1,0 kg, hoặc từ 0,7 kg đến 0,9 kg. Một chu kỳ có thể bao gồm bước cho viên PSAN tiếp xúc với 15°C trong bốn giờ sau đó là bốn giờ ở 45°C.

Theo một số phương án, dựa vào việc tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 20 lần (“viên PSAN thử nghiệm”), độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt có thể lớn hơn độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt. Một chu kỳ bao gồm bước cho viên PSAN tiếp xúc với 15°C trong bốn giờ sau đó là bốn giờ tại 45°C. Viên PSAN thử nghiệm và viên PSAN đối chứng bao gồm cùng thành phần; tuy nhiên, trong khi viên PSAN thử nghiệm được cho qua bước chu kỳ nhiệt, viên PSAN đối chứng không được cho qua bước tạo chu kỳ nhiệt.

Độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt có thể lớn hơn từ 5% đến 100% so với độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt. Theo các phương án nhất định, độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được cho qua chu kỳ nhiệt có thể lớn hơn từ 10% đến 80%, 20% đến 60%, hoặc 25% đến 40% so với độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt. Do đó, việc tạo chu kỳ nhiệt có thể được sử dụng để làm tăng độ cứng của các viên PSAN loại dễ nổ, tỉ trọng thấp.

Độ bền nén vỡ có thể được xác định bằng phương pháp sau đây. Tất cả các trang thiết bị bao gồm găng tay nên là khô và các mẫu được bọc kín trong vật chứa kín khí khi được bảo quản. Các mẫu được chuẩn bị bằng cách đầu tiên là cân 250 g mẫu thành phẩm viên AN và chuyển đến phần trên cùng của chõng sàng gồm sàng 2,36 mm, sàng 2,00 mm, và chảo thu gom. Các mẫu và chõng sàng được đặt trong máy lắc sàng trong 10 phút với sự cài đặt biên độ là 60. Các hạt mịn trong chảo tiếp nhận và phần quá cỡ trong sàng 2,36 mm được loại bỏ. Phần của mẫu từ sàng 2,00 mm được lấy để được sử dụng cho thử nghiệm độ vỡ. Đối với thử nghiệm độ vỡ, 20 viên AN riêng rẽ từ sàng 2,00 mm được chọn ngẫu nhiên. Thiết bị thử nghiệm độ vỡ bao gồm đồng hồ lực kế (như mẫu M5-5) và giá đỡ thử nghiệm (như giá thử nghiệm có động cơ ESM301L) được sử dụng để ghi các đơn vị KgF. Một viên được đặt ở tâm của giá đỡ thử nghiệm. Đồng hồ lực kế được đặt bằng không. Pit tông của lực kế được hạ xuống để làm vỡ viên thử nghiệm. Sau khi lực kế được mở rộng hoàn toàn, lực được đặt được ghi lại là sự kháng vỡ. Quy trình này được thực hiện cho mỗi viên trong số 20 viên. Sự kháng vỡ được tính là sự kháng vỡ trung bình của 20 viên.

Thời hạn sử dụng của viên PSAN như được đưa ra ở đây có thể là ít nhất sáu tháng. Ví dụ, viên PSAN có thể có thời hạn sử dụng lên đến sáu tháng hoặc nhiều hơn (như ít nhất hai tháng, ít nhất bốn tháng, hoặc ít nhất sáu tháng) trong khi được bảo quản trong suốt thời gian mùa hè nóng với môi trường môi trường xung quanh ban ngày trung bình là từ 30°C đến 50°C và môi trường ban đêm trung bình là từ 10°C đến 30°C. Ngược lại, thời hạn sử dụng của viên LDAN thông thường mà không có sự hỗ trợ của sự bảo quản có kiểm soát nhiệt độ, sẽ ít hơn nhiều.

Viên PSAN có thể có các miền tinh thể mà được đóng gói chặt hơn và đồng nhất hơn so với các miền tinh thể của viên amoni nitrat loại dễ nổ không có kali. Không mong muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, các miền tinh thể được đóng gói chặt hơn này của viên PSAN có thể góp phần cải thiện độ cứng của viên PSAN, khi so sánh với viên LDAN thông thường. Không mong muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, được tin rằng sự kết hợp của kali và chất tăng cường độ xốp có thể góp phần vào việc các miền tinh thể đồng đều hơn và được đóng gói chặt hơn của viên PSAN. Do đó, sự kết hợp của kali và chất tăng cường độ xốp có thể góp phần làm tăng một cách bất ngờ độ bền nén vỡ của các viên PSAN, đồng thời duy trì độ xốp và tỉ trọng thấp của các viên này. Các miền

ting thể có thể được xác định bằng kính hiển vi điện tử quét với quang phổ học phân tán năng lượng (SEM-EDS).

Viên PSAN có thể có kali được phân bố đồng đều trong toàn bộ viên này. Khi viên PSAN bao gồm chất cải biến bề mặt phân cách chứa nhóm alkyl (như một phần của polyme), thì viên PSAN có thể có cacbon được phân bố đồng đều trong toàn bộ viên này.

Khía cạnh khác của sáng chế đề xuất phương pháp điều chế viên PSAN. Phương pháp này có thể bao gồm bước tạo ra dung dịch PSAN bao gồm muối kali và amoni nitrat và kết tinh dung dịch PSAN để tạo thành viên PSAN. Viên PSAN có thể là loại dễ nổ và tỉ trọng thấp. Phương pháp này còn bao gồm bước kết hợp chất tăng cường độ xốp với dung dịch PSAN. Việc tạo thành dung dịch PSAN có thể bao gồm bước trộn muối kali với axit nitric và cho hỗn hợp phản ứng với amoni để tạo thành dung dịch PSAN, như trong thiết bị trung hòa. Ví dụ, muối kali có thể được trộn với axit nitric ngay trước khi đưa hỗn hợp này vào trong thiết bị trung hòa hoặc muối kali có thể được đưa riêng rẽ vào trong thiết bị trung hòa. Theo cách khác, muối kali có thể được bổ sung sau thiết bị trung hòa, ở dạng chất lỏng hoặc thậm chí ở dạng chất rắn, như vào bể nấu chảy lại hoặc bể nước chịu áp của nhà máy. Điều này sẽ yêu cầu các thay đổi đối với hầu hết nhà máy và có thể thậm chí thiết bị trung hòa thứ hai cộng thiết bị bay hơi/nồi chung nhanh và dòng sản phẩm thứ hai. Nói chung, có thể có khả năng bổ sung muối kali tại các thời điểm khác nhau trên mặt ướt của nhà máy sản xuất viên (tức là, tại một điểm trong sự hình thành viên tiền rắn của quy trình).

Sự kết hợp bất kỳ của các thành phần và lượng hoặc nồng độ của chúng được mô tả đối với viên PSAN như được đưa ra trên đây cũng có thể được kết hợp vào các phương pháp điều chế viên PSAN. Hơn thế nữa, bất kỳ trong số các đặc tính hoặc các phép đo của viên PSAN như được đưa ra trên đây (ví dụ, tỉ trọng khối, độ bền nén vỡ trung bình, và thời hạn sử dụng) cũng có thể áp dụng được cho viên PSAN được điều chế bằng các phương pháp được bộc lộ.

Khía cạnh khác của sáng chế là đề xuất phương pháp làm tăng độ cứng (ví dụ, độ bền nén vỡ trung bình) của viên PSAN. Phương pháp này có thể bao gồm bước tạo ra dung dịch PSAN bao gồm muối kali và amoni nitrat và kết tinh dung dịch PSAN để tạo thành viên PSAN.

Theo một số phương án, dựa vào việc tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 20 lần, độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt có thể lớn hơn độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt. Một chu kỳ có thể bao gồm bước cho viên PSAN tiếp xúc với 15°C trong bốn giờ sau đó là bốn giờ ở 45°C.

Độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt có thể lớn hơn từ 25% đến 100% so với độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt. Theo các phương án nhất định, độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được cho qua chu kỳ nhiệt có thể lớn hơn từ 35% đến 90%, 45% đến 80%, hoặc 55% đến 70% so với độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt.

Khía cạnh khác của sáng chế đề cập đến chất nổ nhũ tương bao gồm pha chất oxy hóa gián đoạn bao gồm sự nấu chảy lại của các phương án bất kỳ của viên PSAN được bộc lộ ở đây.

Khía cạnh khác của sáng chế đề cập đến chất nổ nhũ tương bao gồm ít nhất (a) pha chất oxy hóa gián đoạn bao gồm amoni nitrat và từ 0,5 phần trăm mol (% mol) đến 5% mol các ion kali tính theo các ion amoni của amoni nitrat và (b) pha nhiên liệu liên tục.

Ví dụ về pha nhiên liệu liên tục bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, các nhiên liệu dạng lỏng như dầu nhiên liệu, dầu diezen, sản phẩm cất, dầu đốt lò, dầu hỏa, xăng, và naphta; sáp như sáp vi tinh thể, sáp paraffin, và sáp thô; dầu như dầu paraffin, benzen, toluen, và dầu xylen, các nguyên liệu nhựa đường, dầu polyme như polyme có khối lượng phân tử thấp của các olefin, dầu động vật, như dầu cá, và dầu khoáng, hydrocacbon hoặc dầu béo khác; và các hỗn hợp của chúng. Pha nhiên liệu bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật và tương thích với pha chất oxy hóa và chất nhũ hóa, nếu có mặt, có thể được sử dụng.

Như vậy, khía cạnh khác của sáng chế đề cập đến hỗn hợp chất nổ nhũ tương bao gồm chất nổ nhũ tương và phương án bất kỳ của viên PSAN được bộc lộ ở đây, được trộn với chất nổ nhũ tương.

Khía cạnh khác của sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra chất nổ nhũ tương, phương pháp này bao gồm bước: nấu chảy viên PSAN thành chất lỏng, chất lỏng này bao gồm amoni nitrat; và muối kali, trong đó viên PSAN bao gồm từ 0,5 phần trăm mol (% mol) đến 5% mol các ion kali của muối kali tính theo các ion amoni của amoni nitrat. Phương pháp này còn có thể bao gồm bước tạo thành chất lỏng thành pha chất oxy hóa gián đoạn của nhũ tương. Nhũ tương này có thể được tạo nhay khi cần để tạo thành chất nổ nhũ tương.

Sự kết hợp bất kỳ của các thành phần và các lượng hoặc các nồng độ của chúng được mô tả đối với viên PSAN hoặc các phương pháp điều chế viên PSAN như được đưa ra trên đây cũng có thể được kết hợp vào các phương pháp làm tăng độ cứng của viên PSAN. Hơn thế nữa, bất kỳ trong số các đặc tính hoặc phép đo của viên PSAN như được đưa ra trên đây cũng có thể áp dụng được cho viên PSAN được điều chế bằng các phương pháp làm tăng độ cứng của viên PSAN.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây là minh họa các phương pháp và các chế phẩm được bộc lộ. Từ sáng chế, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ nhận biết rằng các biến đổi của các ví dụ này và các ví dụ khác của các phương pháp và chế phẩm được bộc lộ ở đây sẽ là có thể được mà không cần thực nghiệm quá mức.

Ví dụ 1 – Tạo ra các dạng viên cho phân tích

Để tạo các dạng viên, phương pháp sau đây được sử dụng. Các lỗ đường kính 2,8 mm được khoan vào trong phần trên cùng của đĩa TEFLON™ dày 5 mm đến độ sâu khoảng 3 mm. Các lỗ dẫn lưu đường kính 0,9 mm được khoan vào trong các lỗ đó. Dung dịch AN sau đó được bổ sung vào đĩa để lấp đầy các lỗ 2,8 mm. Khi các dạng viên được làm nguội, chúng được đẩy ra khỏi các lỗ 2,8 mm trong đĩa TEFLON™ qua các lỗ dẫn lưu.

Ví dụ 2 – Phân tích DSC các dạng viên

Khi các dạng viên được tạo ra, nhiều chế phẩm khác nhau của AN và các ion kali được sản xuất. Chúng nằm trong khoảng từ chỉ AN (không có mặt kali) lên đến 5% mol kali hydroxit (KOH) được đồng kết tinh với amoni nitrat, hoặc lên đến 25% mol kali nitrat (KNO₃) được đồng kết tinh với amoni nitrat. Cụ thể là, các chế phẩm dạng

viên KOH sau đây được tạo ra và được thử nghiệm: a) chỉ AN, b) AN và 0,7% mol KOH, c) AN và 1,4% mol KOH, d) AN và 2,15% mol KOH, e) AN và 3% mol KOH, f) AN và 3,2% mol KOH, g) AN và 3,5% mol KOH, h) AN và 4% mol KOH, và i) AN và 5% mol KOH. Các chế phẩm dạng viên KNO_3 sau đây được tạo ra và được thử nghiệm: a) chỉ AN, b) 1% mol KNO_3 , c) 2% mol KNO_3 , d) 3% mol KNO_3 , e) 3,5% mol KNO_3 , f) 4% mol KNO_3 , g) 5% mol KNO_3 , h) 10% mol KNO_3 , i) 15% mol KNO_3 , j) 20% mol KNO_3 , k) 25% mol KNO_3 , và l) KNO_3 nguyên chất.

Các mẫu này sau đó được phân tích qua DSC sử dụng thiết bị NETZSCH™ DSC 214 Polyma. Đã chứng minh rằng tại 5% mol ion kali có mặt trong amoni nitrat, sự chuyển pha ở 32°C trong amoni nitrat được loại bỏ. Hơn thế nữa, các lượng thấp bằng 3,2% mol KOH được đồng kết tinh với amoni nitrat cũng thể hiện sự bỏ qua sự chuyển pha ở 32°C (xem Hình 1). Sự tạo thành các muối nitrat hỗn hợp của dạng cấu trúc, $\text{K}_x(\text{NH}_4)_{1-x}\text{NO}_3$, và sự bỏ qua sự chuyển pha ở 32°C được quan sát thấy, tùy thuộc vào % mol của KNO_3 (xem Hình 14).

Ví dụ 3 – Phân tích các muối kali khác nhau

Các dạng viên được sản xuất mà bao gồm GALORYL® AT (“GAL”) ngoài AN và/hoặc muối kali. GALORYL® AT được bổ sung vào nhiều chế phẩm tại mức là 700 ppm. Thành phần then chốt của GALORYL® AT là natri naphtalen sulfonat (co-formaldehyt polyme). Do đó, GALORYL® AT là một chất cải biến bề mặt phân cách làm ví dụ. Còn nữa, nhiều loại muối kali được thử nghiệm. Nhiều loại muối kali được thử nghiệm, ví dụ, để: a) xác định nếu các muối kali khác nhau, tại xấp xỉ cùng mức ion kali có mặt trong chế phẩm, sẽ hoạt động, và/hoặc b) tạo ra các tùy chọn để lựa chọn các muối kali (ví dụ, do chi phí và/hoặc dễ đưa muối kali đã cho vào trong quy trình nhà máy đã cho).

Các mẫu sau đây được điều chế để phân tích: 1) AN tỉ trọng thấp (LDAN), 2) chỉ AN, 3) AN và 700 ppm GALORYL® AT, 4) AN và 700 ppm GALORYL® AT và 3,5% mol KNO_3 , 5) AN, 700 ppm GALORYL® AT, và 3,5% mol KOH, và 6) AN, 700 ppm GALORYL® AT, và 3,3% mol K_2SO_4 . Trong toàn bộ quá trình sản xuất dạng viên và phân tích các chế phẩm khác nhau, đã chứng tỏ qua DSC rằng lượng ion kali thấp bằng 3,2% mol có mặt sẽ bỏ qua sự chuyển pha ở 32°C.

Ví dụ 4 – Phân tích nhiệt các dạng viên

Các dạng viên của các chế phẩm khác nhau được tạo ra trên đây sau đó được phân tích bằng cách sử dụng DSC (NETZSCH™ DSC 214 Polyma) và TGA (NETZSCH™ TG 209 F3 TARSUS®). Phân tích DSC đã khẳng định rằng sự chuyển pha ở 32°C đối với amoni nitrat đã được bỏ qua, với sự có mặt của cả các muối kali và GALORYL® AT. Điều này được so sánh với sự phân tích của chỉ AN, mà chứng tỏ rằng sự có mặt của sự chuyển pha kết tinh ở 32°C (xem Hình 2, chỉ AN; Hình 3, AN, GALORYL® AT (700 ppm), và 3,5% KNO₃; Hình 4, AN, GALORYL® AT (700 ppm), và 3,5% mol KOH; và Hình 5, AN, GALORYL® AT (700 ppm), và 3,3% mol K₂SO₄).

Phân tích TGA cũng được thực hiện trên các chế phẩm khác nhau. Điểm phân hủy (điểm khởi đầu) đối với amoni nitrat nguyên chất là tại khoảng 210–212°C. Đã chứng minh với các chế phẩm khác nhau rằng điểm phân hủy không chênh lệch đáng kể so với sản phẩm LDAN chuẩn (xem Hình 6, chỉ AN; Hình 7, AN, GALORYL® AT (700 ppm), và 3,5% KNO₃; Hình 8, AN, GALORYL® AT (700 ppm), và 3,5% mol KOH; và Hình 9, AN, GALORYL® AT (700 ppm), và 3,3% mol K₂SO₄).

Ví dụ 5 – Tạo chu kỳ nhiệt và thử nghiệm độ vỡ của các dạng viên

Sáu mẫu được mô tả trong Ví dụ 3 được đặt vào trong lò tạo chu kỳ (Thiết bị ủ được làm nguội PANASONIC™ MIR-254). Lò tạo chu kỳ được thiết kế để mô phỏng sự tạo chu kỳ nhiệt mà xảy ra trong lĩnh vực. Lò này được đặt sao cho một chu kỳ được bao gồm thời gian bốn giờ tại 15°C sau đó là thời gian bốn giờ tại 45°C. Các mẫu được tạo chu kỳ tổng cộng là 200 lần.

Trong toàn bộ quá trình tạo chu kỳ, các điều kiện và sự phân hủy có thể có của các mẫu được quan sát bằng mắt thường. Còn nữa, thử nghiệm vỡ được thực hiện tại các điểm khác nhau để chứng tỏ sự thay đổi có thể có ở độ cứng của mẫu trong toàn bộ quá trình tạo chu kỳ (sử dụng giá đỡ thử nghiệm gắn động cơ Điểm-10 ESM303 và Lực kế kỹ thuật số Điểm-10 M5-20).

Các mẫu được thử nghiệm đối với độ bền nén vỡ (độ cứng) trong toàn bộ quy trình tạo chu kỳ nhiệt. Thử nghiệm độ vỡ được thực hiện tại các điểm được chỉ ra trên Hình 12.

Như được chỉ ra trên Hình 12 và Hình 13, chỉ AN, và các mẫu AN và GALORYL® AT (AN + GALORYL® AT) giảm đáng kể độ bền nén vỡ với việc tạo chu kỳ nhiệt tiếp tục đến điểm mà chúng có thể không còn được thử nghiệm đối với độ bền nén vỡ vì mẫu đã trở thành dạng bột.

Bất ngờ là, các mẫu bao gồm muối kali và GALORYL® AT tăng đáng kể độ bền nén vỡ (độ cứng) sau 20 chu kỳ nhiệt và vẫn giữ cao hơn so với độ bền nén vỡ ban đầu đối với số lượng chu kỳ nhiệt đáng kể qua điểm đó (xem các Hình 10 và 11).

Ví dụ, tham chiếu đến Hình 12, các chế phẩm AN bao gồm các muối kali và GALORYL® AT đã chứng tỏ rằng sau 200 chu kỳ nhiệt, sản phẩm đã không bị biến chất (mặc dù số liệu không được thể hiện, sản phẩm cũng không bị biến chất sau 300 chu kỳ nhiệt). Đây là kết quả được tăng cường đáng kể so với chế phẩm LDAN chuẩn, mà thể hiện các dấu hiệu bị hư hỏng sau 20 chu kỳ nhiệt.

Ví dụ 6 – Tạo ra viên ở nhà máy để phân tích

Các mẫu sau đây được sản xuất qua quy trình Kaltenbach Thuring: 1) AN tỉ trọng thấp (LDAN) và 2) AN, xấp xỉ 700 ppm GALORYL® AT, 3,5% mol KNO₃, và GALORYL® ATH 626M (Viên PSAN làm ví dụ, được gọi là “Viên A”). GALORYL® ATH 626M bao gồm muối alkyl (C16-C18) naphtalen sulphonat natri ở dạng nguyên liệu hoạt tính, mà được trộn với sáp và/hoặc dầu khoáng và đóng vai trò là chất chống đóng bánh được phủ lên trên Viên A. Để sản xuất Viên A trong nhà máy, dung dịch của kali nitrat (KNO₃), xấp xỉ nồng độ 26,5% khối lượng, được định liều liên tục vào trong quy trình nhà máy, ở tốc độ khoảng xấp xỉ 2,5 tấn mỗi giờ. Mức dung dịch kali nitrat được định liều là tương đương với 3,5% mol kali nitrat có mặt trong sản phẩm viên thành phẩm. Điểm định liều (liên kết) đối với dung dịch kali nitrat là vào trong ống dẫn phản ngưng của quy trình, mà được định vị ngay trước (và sau đó chảy trực tiếp vào) thiết bị trung hòa. Dung dịch của KNO₃ được định liều tại nhiệt độ môi trường xung quanh vào trong quy trình của nhà máy. GALORYL® AT (còn được gọi là “GAL”) được bổ sung vào quy trình tạo viên tại xấp xỉ 700ppm, và viên PSAN được tạo thành trong tháp tạo viên. Việc bổ sung lớp phủ (GALORYL® ATH 626M) cũng được bổ sung theo các thông số sản xuất chuẩn, và sản phẩm được bảo quản trong các côngtenơ vận chuyển, với xấp xỉ 20 tấn Viên A trên mỗi côngtenơ. Trong thử nghiệm tại nhà máy này, xấp xỉ 200 tấn Viên A đã được sản xuất trong nhà máy. Tốc độ sản xuất viên là ~20 tấn mỗi

giờ (3 đầu viên trong số 6 được vận hành) trong xấp xỉ 10 giờ. Tốc độ sản xuất được duy trì trong suốt thời gian thử nghiệm. Mẫu Viên A được lấy thường xuyên và được phân tích trong toàn bộ thời gian thử nghiệm. Các mẫu được thu thập trong toàn bộ thử nghiệm tại nhà máy chứng tỏ rằng sản phẩm Viên A được sản xuất ở nhà máy là nằm trong thông số kỹ thuật thương mại. Nhà máy có thể được vận hành theo cách ổn định trong suốt thời gian thử nghiệm Viên A. Trong suốt thử nghiệm tại nhà máy, các thông số viên quan trọng được theo dõi, và số liệu được thể hiện trong Bảng 2 chỉ ra rằng Viên A được sản xuất nằm trong thông số kỹ thuật trong toàn bộ thời gian thử nghiệm.

Bảng 2. Các kết quả thử nghiệm Viên A – thử nghiệm tại nhà máy

Mẫu thời gian								
Thông số của viên	10:30am	12pm	2pm	3pm	4pm	5:30pm	7:20pm	Thông số kỹ thuật đặt hàng
Độ ẩm (%)	0,06	0,06	0,09	0,06	0,06	0,06	0,07	<0,2%
pH (10%)	4,72	4,73	4,82	4,90	4,90	4,97	4,93	4,5-5,5
Tỉ trọng khối (kg/L)	0,74	0,72	0,70	0,70	0,71	0,70	0,71	0,70-0,78
Giữ dầu nhiên liệu (%)	9,4	9,2	n/a	n/a	8,9	8,6	8,0	>6,0%
Hạt mịn (%)	0,09	0,11	0,08	0,08	0,09	0,07	0,06	<1,0%
Cỡ hạt trung bình (mm)	1,75	1,72	1,74	1,74	1,71	1,73	1,68	1,6-2,4
Độ dễ vỡ (trước khi tạo chu kỳ) (%)	0,08	0,07	n/a	n/a	0,15	0,06	0,18	<4%

Độ bền nén vỡ trung bình (kg)	1,1	0,6	0,5	0,6	0,6	0,8	0,6	n/a
--	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Ví dụ 7 – Phân tích độ xốp và sự hấp thụ nhiên liệu của AN được tạo viên

Phương pháp sau đây được sử dụng để đo độ giữ dầu nhiên liệu (tức là, để xác định độ xốp của Viên A). Phương pháp này đo sự tăng khối lượng của mẫu viên được chọn sau nhúng toàn bộ trong dầu nhiên liệu diesel (DFO) và loại bỏ DFO dư bằng cách sử dụng giấy vệ sinh. Phương pháp này là sự kiểm tra chất lượng được sử dụng trong đánh giá nguyên liệu thô sản phẩm. Đầu tiên, 40 g (+/-0,05g) mẫu của viên AN (các hạt mịn được loại bỏ) được cân vào bình mẫu có nắp xoáy 250 mL được đánh dấu và được cân bì. Số lượng này được ghi lại là ‘Khối lượng ban đầu’. Sau đó 6,5 mL DFO được bổ sung và được phân bố đều qua mẫu. Nắp được siết chặt đóng lại và được lắc mạnh trong 30 giây. Bình mẫu này sau đó được đặt trên trục lăn chai và máy được hoạt động trong 20 phút tại 40 vòng/phút. Sau 20 phút, bình được vỗ nhẹ trên ghế băng để loại bỏ viên bám vào nắp. Đặt hai dải giấy thấm: một dải được quấn lỏng để vừa khít dọc theo các cạnh của bình; dải thứ hai được quấn chặt và được chèn vào giữa dải giấy thấm thứ nhất. Nắp được thay thế, sau đó bình được lắc bằng tay trong 3 phút. Viên được cuộn tự do trong bình. Bình mẫu này được đặt trên trục lăn chai và máy được hoạt động trong 15 phút tại 40 vòng/phút. Viên A trải đều ra dọc theo chiều dài của bình, và trục lăn được điều chỉnh để đạt được điều này. Các dải giấy thấm sau đó được loại bỏ một cách cẩn thận, đảm bảo không có viên nào bị loại bỏ khỏi bình. Viên này được chuyển đến cốc 100 mL đã được cân bì và cân đến gần nhất 0,05 g. Điều này được ghi lại là ‘Khối lượng cuối cùng’. % Giữ dầu nhiên liệu (FOR) được tính như sau:

$$\text{FOR (\%)} = ((\text{Khối lượng cuối cùng} - \text{Khối lượng ban đầu}) / \text{Khối lượng cuối cùng}) \times 100$$

Ví dụ 8 – Phân tích nhiệt của các viên

Các viên của các chế phẩm khác nhau được tạo ra trên đây sau đó được phân tích bằng cách sử dụng DSC (NETZSCH™ DSC 214 Polyma) và TGA (NETZSCH™ TG 209 F3 TARSUS®). Phân tích TGA được thực hiện trên các chế phẩm khác nhau.

Phân tích nhiệt được thực hiện trên viên LDAN và Viên A đã chứng tỏ rằng sự khởi đầu của sự phân hủy nhiệt bị thay đổi không đáng kể với sự có mặt của kali nitrat, so với AN chuẩn, như được thể hiện với số liệu TGA (Hình 15, LDAN; và Hình 16, Viên A). Số liệu DSC chứng tỏ rằng sự chuyển pha ở 32°C là hoàn toàn nhưng bị loại bỏ ở Viên A, với chỉ đỉnh rất nhỏ đối với sự chuyển pha ở 32°C có thể nhìn thấy ở số liệu DSC (xem Hình 17). Còn nữa, sự chuyển pha ở 84°C đã được dịch chuyển cao hơn đến xấp xỉ sự chuyển pha ở 98°C ở số liệu DSC của Viên A (Hình 17) khi so sánh với số liệu DSC của LDAN (Hình 18). Cả hai hiện tượng này là nhất quán với số liệu thu được sử dụng các dạng viên được sản xuất trong phòng thí nghiệm.

Ví dụ 9 – Tạo chu kỳ nhiệt và thử nghiệm độ vỡ của các viên

Các mẫu Viên A được mô tả trong Ví dụ 6 được đặt vào trong lò tạo chu kỳ (Thiết bị ủ được làm nguội PANASONIC™ MIR-254). Lò tạo chu kỳ được thiết kế để mô phỏng sự tạo chu kỳ nhiệt mà xảy ra trong lĩnh vực. Lò này được đặt sao cho một chu kỳ được bao gồm thời gian bốn giờ tại 15°C sau đó là thời gian bốn giờ tại 45°C. Các mẫu được tạo chu kỳ tổng cộng là 300 lần, mặc dù số liệu thể hiện trong Bảng 3 là qua 200 chu kỳ.

Trong toàn bộ quá trình tạo chu kỳ, các điều kiện và sự phân hủy có thể có của các mẫu được quan sát bằng mắt thường. Còn nữa, thử nghiệm độ vỡ được thực hiện tại các điểm khác nhau đã chứng tỏ sự thay đổi có thể có ở độ cứng của các mẫu trong suốt quá trình tạo chu kỳ.

20 viên AN được định cỡ được chọn ngẫu nhiên ($2,00\text{mm} \leq \text{viên} \leq 2,36\text{mm}$) được thử nghiệm đối với độ kháng vỡ sử dụng lực kế Mẫu M5-5. Độ kháng vỡ trung bình sau đó được báo cáo. Tất cả các trang thiết bị bao gồm găng tay là khô và các mẫu được bọc kín trong vật chứa kín khí khi được bảo quản. Các mẫu được chuẩn bị bằng cách đầu tiên là cân 250 g mẫu thành phẩm viên AN và chuyển đến phần trên cùng của chõng sàng gồm sàng 2,36 mm, sàng 2,00 mm, và chảo thu gom. Các mẫu và chõng sàng được đặt trong máy lắc sàng trong 10 phút với sự cài đặt biên độ là 60. Các hạt mịn trong chảo tiếp nhận và phần quá cỡ trong sàng 2,36 mm được loại bỏ. Phần của mẫu từ sàng 2,00 mm được lấy để được sử dụng cho thử nghiệm độ vỡ. Đối với thử nghiệm độ vỡ, 20 viên AN riêng rẽ từ sàng 2,00 mm được chọn ngẫu nhiên. Thiết bị thử nghiệm độ vỡ bao gồm đồng hồ lực kế (M5-5) và giá đỡ thử nghiệm (giá thử nghiệm có động cơ

ESM301L) được sử dụng để ghi các đơn vị KgF. Một viên được đặt ở tâm của giá đỡ thử nghiệm. Không được chọn trên đồng hồ lực kế, sau đó nút mũi tên đi xuống trên bộ điều khiển giá đỡ thử nghiệm. Pit tông của lực kế được hạ xuống để làm vỡ viên thử nghiệm. Sau khi lực kế được mở rộng hoàn toàn, lực được đặt được ghi lại là sự kháng vỡ. Quy trình này được thực hiện cho tổng số 20 viên. Sự kháng vỡ được tính là sự kháng vỡ trung bình của 20 viên.

Các mẫu được thử nghiệm đối với độ bền nén vỡ (độ cứng) trong toàn bộ quy trình tạo chu kỳ nhiệt. Thử nghiệm độ vỡ được thực hiện tại các điểm được chỉ ra trên Bảng 3

Bảng 3. Số liệu thử nghiệm độ vỡ – LDAN chuẩn so với Viên A

Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 20 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (20 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 40 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (40 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 50 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (50 chu kỳ)
Viên LDAN chuẩn	0,98	0,174	-82,2	0,05	-94,9	Mẫu không thể vỡ là bụi	
Viên A	0,68	0,87	27,9	0,94	38,2	0,783	15,1
Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 60 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (60 chu kỳ, des)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 80 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (80 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 100 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (100 chu kỳ)
Viên LDAN chuẩn (ex MBH)	0,98	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	
Viên A	0,68	0,826	21,5	0,722	6,2	0,814	19,7
Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 120 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (120 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 140 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (140 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 150 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (150 chu kỳ)
Viên LDAN chuẩn	0,98	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	Mẫu không thể vỡ là bụi	
Viên A	0,68	0,810	19,1	0,854	25,6	0,892	31,2

Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 160 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình (160 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 180 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (180 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 200 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (200 chu kỳ)
Viên LDAN chuẩn	0,98	Mẫu không thể vỡ là bụi		Mẫu không thể vỡ là bụi		Mẫu không thể vỡ là bụi	
Viên A	0,68	0,853	25,4	0,886	30,3	0,832	22,4

Số liệu thử nghiệm độ vỡ được thể hiện trong Bảng 3 và Hình 19 chứng tỏ rằng sản phẩm LDAN bị xuống cấp đáng kể sau 20 chu kỳ nhiệt, và bị tiếp tục xuống cấp với việc tạo chu kỳ nhiệt tới khi nó không thể bị vỡ nữa. Viên A tăng độ bền nén vỡ với việc tạo chu kỳ nhiệt ban đầu và được duy trì cao hơn so với độ bền nén vỡ ban đầu trong ít nhất 200 chu kỳ nhiệt. Điều này là thống nhất với dữ liệu thu được với mẫu dạng hạt bao gồm muối kali và GALORYL® AT được thể hiện trên Hình 12 và 13.

Mẫu 10 – Hình thái học và lập bản đồ nguyên tố của Viên

Các mẫu của Viên A và mẫu của LDAN chuẩn được phân tích trong Kính hiển vi điện tử quét với quang phổ học phân tán năng lượng (SEM-EDS). Mục đích của việc này là để so sánh hình thái học/vi cấu trúc của viên AN được ổn định pha (Hình 21A, 21B, 23A và 23B) và viên LDAN chuẩn (Hình 20A, 20B, 22A và 22B). Còn nữa, việc lập bản đồ nguyên tố được thực hiện để xác định (cụ thể là) sự phân bố của ion kali trong toàn bộ AN được ổn định pha. Các viên của mỗi mẫu được cắt một nửa bằng dụng cụ cắt viên, để quét bên trong của viên (Hình 20A, 20B, 21A và 21B). Toàn bộ viên cũng được quét trên bên ngoài của viên (xem Hình 22A, 22B, 23A và 23B). Hình thái học của Viên A và LDAN chuẩn, một nửa trong của viên, thể hiện rằng Viên A có các miền tinh thể đồng đều hơn/được bao gói chặt hơn, khi so sánh với viên LDAN chuẩn. Việc lập bản đồ nguyên tố chỉ ra rằng kali được phân bố đồng đều cả nửa bên trong và bên ngoài của viên. Hiệu quả này cùng được quan sát thấy với các dạng viên được sản xuất trong phòng thí nghiệm.

Ví dụ 11 – Tạo các nhũ tương để phân tích

Với việc đưa muối kali vào trong luồng dung dịch AN (ANSol) trong nhà máy AN, các sản phẩm nhũ tương có thể cũng được tạo ra sử dụng kali trong dung dịch chất oxy hóa của pha gián đoạn. Sử dụng kali nitrat tại mức phần trăm mong đợi ở tất cả các sản phẩm nhũ tương được đánh giá độ tương thích. Còn nữa, do sự khác biệt ở chế phẩm khi làm nấu chảy viên AN thành nhũ tương, so với việc sản xuất với chỉ ANSol, ba chế phẩm thông thường, mỗi chế phẩm là ANSol nguyên vẹn và 100% được nấu chảy lại được sản xuất và được phân tích đặc điểm đầy đủ – với sự bao gồm kali ở pha chất oxy hóa (từ 3,3 đến 3,5% khối lượng, tùy thuộc vào nhũ tương). Các nhũ tương thông thường (chứa kali) được sản xuất trong các mẻ 1 kg. Các mẻ nhũ tương này sau đó được sử dụng để thực hiện việc so sánh với các chế phẩm nhũ tương thông thường mà không có

kali trong chất oxy hóa. Trong mỗi trường hợp, các nhũ tương chứa kali trong chất oxy hóa đáp ứng các tiêu chuẩn thông số kỹ thuật đối với nhũ tương đó.

Mỗi chế phẩm nhũ tương được tinh chế đối với các lượng thời gian khác nhau tại 1700 vòng/phút để đạt đến độ nhớt đích. Máy trộn phân cắt đỉnh tháp Lightnin và cánh trộn Jiffy được sử dụng. Phép đo độ nhớt sử dụng Brookfield RV, trục #7, 20 vòng/phút. Các kết quả thu được từ phân tích được thực hiện đối với chế phẩm ANSol và được nấu chảy lại với sự có mặt của kali nitrat trong chất oxy hóa không khác đáng kể với các chế phẩm nhũ tương thông thường mà không có kali trong chất oxy hóa, liên quan đến thời gian cần để tinh chế đến độ nhớt đích.

Thử nghiệm dốc trượt và giữ được thực hiện trên mỗi chế phẩm nhũ tương. Các kết quả thu được từ phân tích được thực hiện đối với chế phẩm ANSol và được nấu chảy lại với sự có mặt của kali nitrat trong chất oxy hóa không khác đáng kể với các chế phẩm nhũ tương thông thường mà không có kali trong chất oxy hóa, liên quan đến lưu biến học.

Các mẫu của mỗi nhũ tương được bảo quản tại nhiệt độ phòng ($\sim 25^{\circ}\text{C}$) và tại 40°C . Các mẫu được theo dõi đối với độ ổn định và độ nhớt qua 28 ngày. Các kết quả thu được từ phân tích được thực hiện đối với chế phẩm ANSol và được nấu chảy lại với sự có mặt của kali nitrat không khác đáng kể với các chế phẩm nhũ tương thông thường mà không có mặt kali trong chất oxy hóa, liên quan đến độ ổn định nhũ tương.

Các hỗn hợp nhũ tương (cả có và không có kali nitrat trong nhũ tương) được tạo khí tại nhiệt độ phòng với chất tạo khí hóa học. Các kết quả thu được từ phân tích được thực hiện đối với chế phẩm ANSol và được nấu chảy lại với sự có mặt của kali nitrat trong chất oxy hóa không khác đáng kể với các chế phẩm nhũ tương thông thường mà không có mặt kali trong chất oxy hóa, liên quan đến đặc tính tạo khí.

Độ ổn định của các hỗn hợp được tạo khí của các chế phẩm ANSol và được nấu chảy lại được thử nghiệm trong khoảng thời gian 28 day. Tính kháng nước tĩnh (phòng và thấm qua) của mỗi hỗn hợp được tạo khí của các chế phẩm ANSol và được nấu chảy lại được thử nghiệm qua 28 ngày. Các kết quả thu được từ phân tích được thực hiện đối với chế phẩm ANSol và được nấu chảy lại với sự có mặt của kali nitrat trong chất oxy

hóa không khác đáng kể với các chế phẩm nhũ tương thông thường mà không có kali trong chất oxy hóa, liên quan đến độ ổn định hỗn hợp được tạo khí.

Ví dụ 12 – Phân tích vận tốc tiếng nổ

Các mẫu của LDAN chuẩn và Viên A được làm nổ thử nghiệm. Cả LDAN và Viên A đều được sử dụng để tạo ANFO, ở tỉ lệ là 94:6. Điều chế ANFO là để trộn thủ công viên với dầu nhiên liệu diezen trong điều kiện được hấp thu và đồng nhất, và sau đó chất lỏng được rót vào các ống PVC. Điều này được thực hiện hai lần lặp đối với ANFO sử dụng LDAN và ANFO sử dụng Viên A. Mỗi ống này có đường kính trong là 75 mm, và chiều dài xấp xỉ 0,5 m. Khối lượng nạp cho mỗi ống là xấp xỉ 2 kg. Kíp điện MS cường độ #12 và 400 g chất kích nổ pentolite Trojan NBU được sử dụng để kích hoạt mỗi ống. Vận tốc tiếng nổ (VoD) được đo đối với mỗi sự nạp. Máy ghi Handitrap II™ VoD được sử dụng, được làm khít với các cực dò 300Ω, để đo vận tốc tiếng nổ. Các kết quả VoD được quan sát trong Bảng 4. Tất cả các ống được làm nổ được đốt cháy hoàn toàn trong mỗi lần nổ, chỉ ra rằng đã làm nổ hoàn toàn tất cả các sản phẩm. Thử nghiệm làm nổ Viên A (là ANFO) chứng tỏ rằng Viên A và LDAN chuẩn được làm nổ thành công dưới cùng các điều kiện, với các VoD chấp nhận được được quan sát thấy đối với cả hai sản phẩm.

Bảng 4. Các kết quả Vận tốc tiếng nổ

Sản phẩm	Vận tốc tiếng nổ (m/giây)	Không chắc chắn (m/giây)
LDAN ANFO chuẩn	3100	+30
PSAN ANFO	2900	+26

Ví dụ 13 – Thử nghiệm nền phản ứng

Thử nghiệm nền phản ứng sử dụng Viên A được sản xuất tại nhà máy cho ANFO trong hỗn hợp nhũ tương bị ức chế chứa kali nitrat trong chất oxy hóa được thực hiện, để đảm bảo không có sự sai khác đáng kể nào ở sự ức chế khi kali có mặt trong viên cũng như trong nhũ tương. Hỗn hợp nhũ tương/ANFO chuẩn được sử dụng làm đối chứng với cùng các mẫu nền phản ứng. Các mẫu được thử nghiệm tại 70°C trong 28

ngày, theo Phụ lục 3 của tài liệu AEISG Code of Practice: Elevated Temperature and Reactive Ground. Không có sự tỏa nhiệt nào được quan sát thấy, một phần đối với đối chứng AN nội bộ. Các kết quả nền phản ứng chỉ ra rằng sự có mặt của kali ở cả chất nền nhũ tương và Viên A không ảnh hưởng đến các tính chất ức chế của các hỗn hợp nhũ tương bị ức chế khi được thử nghiệm với các mẫu phản ứng đã biết. Không có sự khác biệt đáng kể được quan sát thấy giữa thử nghiệm nền phản ứng được thực hiện sử dụng nhũ tương được ức chế (với kali trong chất nền nhũ tương và Viên A), so với các hỗn hợp nhũ tương được ức chế chuẩn với viên LDAN.

Ví dụ 14 – Thử nghiệm UN Dây 8

Thử nghiệm khoảng trống UN Dây 2(a) được thực hiện trên Viên A, theo tài liệu United Nations: Manual of Tests and Criteria. Thử nghiệm được thực hiện trong hai lần lặp và cả hai trường hợp ống còn nguyên vẹn, và đĩa đối chứng không bị làm thủng. Do đó, Viên A được xác định là không nhạy, dưới sự hạn chế ở ống thép, đối với sóc nổ. Thử nghiệm UN của Viên A chứng tỏ rằng Viên A được sản xuất ở nhà máy đáp ứng tiêu chí đối với thử nghiệm khoảng trống UN Dây 2(a).

Ba chế phẩm nhũ tương thông thường được sản xuất trong phòng thí nghiệm, với kali nitrat có mặt trong chất oxy hóa (từ 3,3 đến 3,5% khối lượng, tùy thuộc vào nhũ tương). Thử nghiệm UN Dây 8 được thực hiện trên các nhũ tương. Thử nghiệm UN Dây 8(a), 8(b), 8(c) và 8(d)(ii) được thực hiện. Các kết quả của thử nghiệm chứng tỏ rằng mỗi sản phẩm trong ba sản phẩm không đủ nhạy đối với sự bao gồm trong Mục 5.1 và cho sự vận chuyển trong các bể chứa. Ba sản phẩm nhũ tương này có thể được phân loại là Chất oxy hóa UN3375 DG Nhóm 5.1.

Ví dụ 15 – Phân tích các mức kali khác nhau

Để xác định nếu mức kali có thể được giảm, nhưng vẫn đạt được sự cải thiện đáng kể thời hạn sử dụng so với LDAN chuẩn, một số sự lặp lại các mẻ dạng viên được sản xuất sử dụng phương pháp theo Ví dụ 1. Mỗi mẻ này được cho qua thử nghiệm tạo chu kỳ nhiệt và độ bền nén vỡ được thực hiện theo thời gian.

Các dạng viên sau đây được điều chế:

- 1) AN + 700ppm GAL + 3,0% mol KNO₃
- 2) AN + 700ppm GAL + 2,5% mol KNO₃

- 3) AN + 700ppm GAL+ 2,0% mol KNO₃
- 4) AN + 700ppm GAL + 1,5% mol KNO₃
- 5) AN + 700ppm GAL + 1,0% mol KNO₃
- 6) AN + 700ppm GAL + 0,5% mol KNO₃

Các mẻ dạng viên này được tạo chu kỳ trong tổng cộng 200 chu kỳ nhiệt, và các kết quả được thể hiện trong Bảng 5 và Hình 24.

Bảng 5

Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 20 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (20 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 40 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (40 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 50 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (50 chu kỳ)
AN + GAL + 3,0% mol KNO ₃	2,58	3,42	32,6	2,68	3,9	2,650	2,7
AN + GAL + 2,5% mol KNO ₃	2,67	3,42	28,1	2,71	1,5	1,550	-41,9
AN + GAL + 2,0% mol KNO ₃	2,71	1,97	-27,3	0,24	-91,1	0,26	-90,4
AN + GAL + 1,5% mol KNO ₃	3,18	0,335	-89,5	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột
AN + GAL + 1,0% mol KNO ₃	3,04	0,181	-94,0	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột

AN + GAL + 0,5% mol KNO ₃	2,46	1,000	-59,3	Mẫu không thể vỡ là dạng bột		Mẫu không thể vỡ là dạng bột	
				Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 65 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (65 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 80 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (100 chu kỳ)
Mẫu							
AN + GAL + 3,0% mol KNO ₃	2,58	2,19	-15,1	2,690	4,3	2,470	-4,3
AN + GAL + 2,5% mol KNO ₃	2,67	2,76	3,4	2,94	10,1	2,770	3,7
AN + GAL + 2,0% mol KNO ₃	2,71						
AN + GAL + 1,5% mol KNO ₃	3,18						
AN + GAL + 1,0% mol KNO ₃	3,04						

AN + GAL + 0,5% mol KNO3	2,46	Mẫu không thể vỡ là dạng bột			Mẫu không thể vỡ là dạng bột			Mẫu không thể vỡ là dạng bột	
		Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 120 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (120 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 140 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (140 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 160 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (160 chu kỳ)		
Mẫu									
AN + GAL + 3,0% mol KNO3	2,58	2,92	13,2	1,874	-27,4	2,176	-15,7		
AN + GAL + 2,5% mol KNO3	2,67	2,878	7,8	2,404	-10	2,496	-6,5		
AN + GAL + 2,0% mol KNO3	2,71							Mẫu không thể vỡ là dạng bột	
AN + GAL + 1,5% mol KNO3	3,18							Mẫu không thể vỡ là dạng bột	
AN + GAL + 1,0% mol KNO3	3,04							Mẫu không thể vỡ là dạng bột	

AN + GAL + 0,5% mol KNO ₃	2,46	Mẫu không thể vỡ là dạng bột		Mẫu không thể vỡ là dạng bột	
Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 180 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (180 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 200 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (200 chu kỳ)
AN + GAL + 3,0% mol KNO ₃	2,58	2,876	11,5	2,442	-5,3
AN + GAL + 2,5% mol KNO ₃	2,67	2,581	-3,3	2,553	-4,4
AN + GAL + 2,0% mol KNO ₃	2,71	Mẫu không thể vỡ là dạng bột		Mẫu không thể vỡ là dạng bột	
AN + GAL + 1,5% mol KNO ₃	3,18	Mẫu không thể vỡ là dạng bột		Mẫu không thể vỡ là dạng bột	
AN + GAL + 1,0% mol KNO ₃	3,04	Mẫu không thể vỡ là dạng bột		Mẫu không thể vỡ là dạng bột	

AN + GAL + 0,5% mol KNO ₃	2,46	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột
--	------	------------------------------	------------------------------

Tập hợp các mẻ dạng hạt khác được sản xuất sử dụng phương pháp theo Ví dụ

1. Các mẻ này cũng được cho qua tạo chu kỳ nhiệt và phân tích độ bền nén vỡ. Các mẻ này bao gồm:

1) AN + 700ppm GAL + 2,4% mol KNO₃

2) AN + 700ppm GAL + 2,3% mol KNO₃

3) AN + 700ppm GAL + 2,2% mol KNO₃

4) AN + 700ppm GAL + 2,1% mol KNO₃

Các mẫu này được tạo chu kỳ nhiệt với tổng cộng 120 lần, và các kết quả được thể hiện trong Bảng 6 và Hình 25.

Bảng 6

Mẫu	Độ bền nén vỡ Trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ Trung bình (kg) 20 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (20 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ Trung bình (kg) 40 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (40 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 60 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (60 chu kỳ)
AN + GAL + 2,4% mol KNO ₃	2,655	3,169	19,4	2,824	6,4	3,521	32,6
AN + GAL + 2,3mol% KNO ₃	2,541	2,848	12,1	2,111	-16,9	2,175	-14,4
AN + GAL + 2,2% mol KNO ₃	3,543	3,146	-11,2	2,182	-38,4	1,970	-44,4
AN + GAL + 2,1% mol KNO ₃	3,856	2,781	-27,9	1,985	-48,5	1,883	-51,2
Mẫu	Độ bền nén vỡ Trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ Trung bình (kg) 80 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (80 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ Trung bình (kg) 100 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (100 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 120 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (120 chu kỳ)

AN + GAL + 2,4% mol KNO ₃	2,655	2,533	-4,6	3,111	17,2	2,469	-7,0
AN + GAL + 2,3mol% KNO ₃	2,541	1,959	-22,9	1,822	-28,3	1,261	-50,4
AN + GAL + 2,2% mol KNO ₃	3,543	2,273	-35,8	2,890	-18,4	0,514	-85,5
AN + GAL + 2,1% mol KNO ₃	3,856	1,568	-59,3	1,112	-71,2	0,411	-89,3

Các mẻ 2,1% mol, 2,2% mol, và 2,3% mol bắt đầu thể hiện các mức của bột/hạt mịn từ 60 chu kỳ nhiệt trở về sau. Mẻ 2,4% mol không thể hiện mức hạt mịn đáng kể thậm chí tại 120 chu kỳ nhiệt.

Ví dụ 16 – Phân tích chất cải biến bề mặt phân cách thay thế

Các mẻ dạng hạt khác được sản xuất sử dụng phương pháp theo Ví dụ 1. Thay vì GAL làm chất cải biến bề mặt phân cách, nhôm sulfat được sử dụng. Các mẻ này được cho qua tạo chu kỳ nhiệt và phân tích độ bền nén vỡ.

Các mẻ này bao gồm:

- 1) Chỉ AN
- 2) AN + 0,07% Al_2SO_4
- 3) AN + 0,07% Al_2SO_4 + 3,5% mol KNO_3
- 4) AN + 0,07% Al_2SO_4 + 2,5% mol KNO_3

Các mẫu này được tạo chu kỳ nhiệt với tổng cộng 160 lần, và các kết quả được thể hiện trong Bảng 7 và Hình 26.

Bảng 7

Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 20 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (20 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 40 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (40 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 60 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (60 chu kỳ)
Chỉ AN	2,93	0,110	-96,2	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột
AN + 0,07% Al ₂ SO ₄	3,283	0,421	-87,2	0,631	-80,8	0,559	-83
AN + 0,07% Al ₂ SO ₄ + 3,5% mol KNO ₃	1,870	2,250	20,3	2,719	45,4	2,169	16,0
AN + 0,07% Al ₂ SO ₄ + 2,5% mol KNO ₃	1,041	1,017	-2,3	2,568	146,7	1,289	23,8
Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 80 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (80 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 100 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (100 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 120 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (120 chu kỳ)
Chỉ AN	2,93	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột
AN + 0,07% Al ₂ SO ₄	3,283	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột

AN +0,07% Al2SO4 + 3,5% mol KNO3	1,870	2,846	52,2	2,122	13,5	2,017	7,9
AN +0,07% Al2SO4 + 2,5% mol KNO3	1,041	1,080	3,7	1,061	1,9	1,025	-1,5
Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 140 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (140 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 160 chu kỳ	% Thay đổi từ độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (160 chu kỳ)		
		Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột				
Chỉ AN	2,93	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột		
AN + 0,07% Al2SO4	3,283	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột	Mẫu không thể vỡ là dạng bột		
AN +0,07% Al2SO4 + 3,5% mol KNO3	1,870	2,679	43,3	2,164	15,7		
AN +0,07% Al2SO4 + 2,5% mol KNO3	1,041	1,002	-3,7	0,830	-20,3		

Số liệu thử nghiệm độ vỡ chứng tỏ rằng các dạng hạt chỉ AN và AN + 0,07% Al_2SO_4 bị phân hủy đáng kể sau 20 chu kỳ nhiệt, và tiếp tục bị phân hủy với việc tạo chu kỳ nhiệt, tới khi chúng không thể bị vỡ nữa. AN + 0,07% Al_2SO_4 + 2,5% mol KNO_3 , và AN + 0,07% Al_2SO_4 + 3,5% mol KNO_3 đều chứng tỏ khả năng cải thiện đáng kể trong việc chịu được các tác động của việc tạo chu kỳ nhiệt.

Không cần nêu tỉ mỉ hơn, được tin rằng người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật có thể sử dụng phần mô tả đã nêu để sử dụng sáng chế đến phạm vi rộng nhất của nó. Các ví dụ và các phương án được bộc lộ ở đây được hiểu chỉ đơn thuần là ví dụ và không giới hạn phạm vi của sáng chế theo cách bất kỳ. Sẽ rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật, và có lợi ích của sáng chế, rằng sự thay đổi có thể được thực hiện đối với chi tiết của các phương án được mô tả trên đây mà không tách khỏi các nguyên lý cơ bản của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN) bao gồm:

amoni nitrat;

chất tăng cường độ xốp; và

muối kali, trong đó viên PSAN bao gồm từ 2,1 phần trăm mol (% mol) đến 5% mol các ion kali của muối kali tính theo các ion amoni của amoni nitrat, trong đó muối kali bao gồm ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, kali sulfat, kali hydro sulfat, kali cacbonat, hoặc kali hydro cacbonat;

trong đó viên PSAN là loại dễ nổ và có tỉ trọng khối nhỏ hơn 0,9 kg/L, và

trong đó sau khi tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 20 lần, trong đó một chu kỳ bao gồm bốn giờ tại 15°C sau đó là bốn giờ tại 45°C, độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt là lớn hơn độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt.

2. Viên PSAN theo điểm 1, trong đó % mol của các ion kali tính theo các ion amoni là từ 2,1% mol đến 4,0% mol, hoặc khoảng 3% mol.

3. Viên PSAN theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó viên PSAN có độ xốp ít nhất khoảng 5,7%.

4. Viên PSAN theo điểm 3, trong đó chất tăng cường độ xốp bao gồm chất cải biến bề mặt phân cách, chất tạo thành lỗ rỗng, hoặc cả hai.

5. Viên PSAN theo điểm 4, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách bao gồm ít nhất một trong số alkyl sulfonat polyme, muối kim loại kiềm của axit naphtalensulfonic, muối kim loại kiềm của axit alkyl sulfonic, muối kim loại kiềm của axit polystyren sulfonic, hoặc nhôm sulfat hydrat.

6. Viên PSAN theo điểm 4 hoặc điểm 5, trong đó nồng độ của chất cải biến bề mặt phân cách là từ 400 ppm đến 4.000 ppm, từ 400 ppm đến 1000 ppm, từ 500 ppm đến 900 ppm, từ 600 ppm đến 800 ppm, khoảng 700 ppm, 2.000 ppm đến 4.000 ppm, từ 2.500 ppm đến 3.900 ppm, từ 3.000 ppm đến 3.700 ppm, hoặc khoảng 3.500 ppm.

7. Viên PSAN theo điểm 5, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách bao gồm alkyl sulfonat polyme.
8. Viên PSAN theo điểm 5, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách bao gồm kim loại kiềm hoặc muối amoni của axit naphtalensulfonic.
9. Viên PSAN theo điểm 5, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách bao gồm natri naphtalen sulfonat co-formaldehyt copolyme.
10. Viên PSAN theo điểm 5, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách bao gồm muối kim loại kiềm của axit alkyl sulfonic.
11. Viên PSAN theo điểm 5, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách bao gồm muối kim loại kiềm của axit polystyren sulfonic.
12. Viên PSAN theo điểm 4, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách cũng là chất cải biến dạng tinh thể.
13. Viên PSAN theo điểm 4, trong đó chất tạo thành lỗ rỗng bao gồm ít nhất một trong số đá phấn, alkylbenzen sulfonat mạch thẳng, axit sulfonic, monoalkylphenol ete, hoặc dialkylhydroxylamin ete.
14. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó muối kali bao gồm ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, hoặc kali sulfat.
15. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, trong đó tỉ trọng khối của viên PSAN là nhỏ hơn 0,84 kg/L.
16. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 15, trong đó viên PSAN về cơ bản thiếu sự chuyển pha kết tinh ở 32°C.
17. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 16, trong đó viên PSAN về cơ bản thiếu sự chuyển pha kết tinh ở 84°C.
18. Viên PSAN theo điểm 16 hoặc điểm 17, trong đó sự có mặt của sự chuyển pha kết tinh ở 32°C hoặc sự chuyển pha kết tinh ở 84°C được xác định bằng phân tích nhiệt hoặc các phép đo nhiễu xạ tia x.
19. Viên PSAN theo điểm 18, trong đó phân tích nhiệt bao gồm phân tích đo nhiệt lượng quét vi sai và phân tích bằng máy phân tích nhiệt trọng.

20. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 19, trong đó sau khi tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 50 lần, trong đó một chu kỳ bao gồm bốn giờ tại 15°C sau đó là bốn giờ tại 45°C, viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt có độ bền nén vỡ trung bình lớn hơn 0,4 kg, bao gồm từ 0,4 kg đến 2,0 kg, 0,5 kg đến 1,5 kg, 0,6 kg đến 1,0 kg, hoặc 0,7 kg đến 0,9 kg.

21. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 20, trong đó độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt là lớn hơn từ 5% đến 100%, 10% đến 80%, 20% đến 60%, hoặc 25% đến 40% so với độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt.

22. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 21, trong đó thời hạn sử dụng của viên PSAN là ít nhất hai tháng, ít nhất bốn tháng, hoặc ít nhất sáu tháng ở nhiệt độ xung quanh ban ngày trung bình là từ khoảng 30°C đến khoảng 50°C và nhiệt độ thời gian ban đêm trung bình là khoảng 10°C đến khoảng 30°C.

23. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 22, trong đó các miền tinh thể của viên PSAN được bao gói chặt hơn và đồng đều hơn so với các miền tinh thể của viên amoni nitrat loại dễ nổ không có kali và có tỉ trọng và độ xốp tương tự với viên PSAN.

24. Viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 23, trong đó viên PSAN bao gồm kali được phân bố đồng đều qua toàn bộ viên này.

25. Viên PSAN theo điểm 24, còn bao gồm cacbon được phân bố đồng đều trong toàn bộ viên này.

26. Chất nổ nhũ tương bao gồm pha chất oxy hóa gián đoạn bao gồm sự nấu chảy lại của viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 25.

27. Hỗn hợp chất nổ nhũ tương bao gồm chất nổ nhũ tương và viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 25 được phối trộn với chất nổ nhũ tương.

28. Phương pháp điều chế viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN) theo điểm 1, phương pháp này bao gồm bước:

tạo thành dung dịch PSAN bao gồm muối kali, chất tăng cường độ xốp và amoni nitrat; và

kết tinh dung dịch PSAN để tạo thành viên PSAN, trong đó viên PSAN bao gồm từ 2,1 phần trăm mol (% mol) đến 5% mol các ion kali của muối kali tính theo các ion amoni của amoni nitrat, trong đó muối kali bao gồm ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, kali sulfat, kali hydro sulfat, kali cacbonat, hoặc kali hydro cacbonat và

trong đó viên PSAN là loại dễ nổ và có tỉ trọng khối nhỏ hơn 0,9 kg/L, và

trong đó sau khi tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 20 lần, trong đó một chu kỳ bao gồm bốn giờ tại 15°C sau đó là bốn giờ tại 45°C, độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt là lớn hơn độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt.

29. Phương pháp theo điểm 28, trong đó bước tạo thành dung dịch PSAN bao gồm việc trộn muối kali với axit nitric để tạo thành hỗn hợp và cho hỗn hợp này phản ứng với amoniac để tạo thành dung dịch PSAN.

30. Phương pháp theo điểm 29, trong đó muối kali được trộn với axit nitric ngay trước khi cho hỗn hợp này vào thiết bị trung hòa và trong đó cho hỗn hợp phản ứng với amoniac để tạo thành dung dịch PSAN xảy ra trong thiết bị trung hòa.

31. Phương pháp làm tăng độ cứng của viên amoni nitrat được ổn định hóa pha (PSAN) theo điểm 1, phương pháp này bao gồm bước:

tạo thành dung dịch PSAN bao gồm muối kali, chất tăng cường độ xốp và amoni nitrat; và

kết tinh dung dịch PSAN để tạo thành viên PSAN, trong đó viên PSAN bao gồm từ 0,5 phần trăm mol (% mol) đến 5% mol các ion kali của muối kali tính theo các ion amoni của amoni nitrat, trong đó muối kali bao gồm ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, kali sulfat, kali hydro sulfat, kali cacbonat, hoặc kali hydro cacbonat,

trong đó viên PSAN xốp, là loại dễ nổ và có tỉ trọng khối nhỏ hơn 0,9 kg/L, và

trong đó sau khi tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 20 lần, trong đó một chu kỳ bao gồm bốn giờ tại 15°C sau đó là bốn giờ tại 45°C, độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt là lớn hơn độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt.

32. Phương pháp theo điểm 31, còn bao gồm bước tạo chu kỳ nhiệt viên PSAN 20 lần hoặc nhiều hơn.
33. Phương pháp theo điểm 32, trong đó độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN được tạo chu kỳ nhiệt được tăng lên là lớn hơn ít nhất 5% so với độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt, bao gồm lớn hơn từ 5% đến 100%, 10% đến 80%, 20% đến 60%, hoặc 25% đến 40% so với độ bền nén vỡ trung bình của viên PSAN đối chứng không được tạo chu kỳ nhiệt.
34. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 31 đến 33, trong đó % mol của các ion kali tính theo các ion amoni là từ 2,1% mol đến 4,0% mol, hoặc khoảng 3% mol.
35. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 31 đến 34, trong đó chất tăng cường độ xốp bao gồm chất cải biến bề mặt phân cách hoặc chất tạo thành lỗ rỗng.
36. Phương pháp theo điểm 35, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách được chọn từ ít nhất một trong số alkyl sulfonat polyme, muối kim loại kiềm axit naphtalensulfonic, muối kim loại kiềm của axit alkyl sulfonic, muối kim loại kiềm của axit polystyren sulfonic, hoặc nhôm sulfat hydrat.
37. Phương pháp theo điểm 35 hoặc điểm 36, trong đó nồng độ của chất cải biến bề mặt phân cách là từ 400 ppm đến 4.000 ppm, từ 400 ppm đến 1000 ppm, từ 500 ppm đến 900 ppm, từ 600 ppm đến 800 ppm, khoảng 700 ppm, 2.000 ppm đến 4.000 ppm, từ 2.500 ppm đến 3.900 ppm, từ 3.000 ppm đến 3.700 ppm, hoặc khoảng 3.500 ppm.
38. Phương pháp theo điểm 35, trong đó chất cải biến bề mặt phân cách cũng là chất cải biến dạng tinh thể.
39. Phương pháp theo điểm 35, trong đó chất tạo thành lỗ rỗng được chọn từ ít nhất một trong số đá phấn, alkylbenzen sulfonat mạch thẳng, axit sulfonic, monoalkylphenol ete, hoặc dialkylhydroxylamin ete.
40. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 31 đến 39, trong đó muối kali được chọn từ ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, hoặc kali sulfat.
41. Phương pháp tạo ra chất nổ nhũ tương, phương pháp này bao gồm bước:
- nấu chảy viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 25 thành chất lỏng, chất lỏng này bao gồm:

amoni nitrat;

chất tăng cường độ xốp và

muối kali, trong đó viên PSAN bao gồm từ 2,1 phần trăm mol (% mol) đến 5% mol các ion kali của muối kali tính theo các ion amoni của amoni nitrat trong đó muối kali bao gồm ít nhất một trong số kali hydroxit, kali nitrat, kali sulfat, kali hydro sulfat, kali cacbonat, hoặc kali hydro cacbonat; và

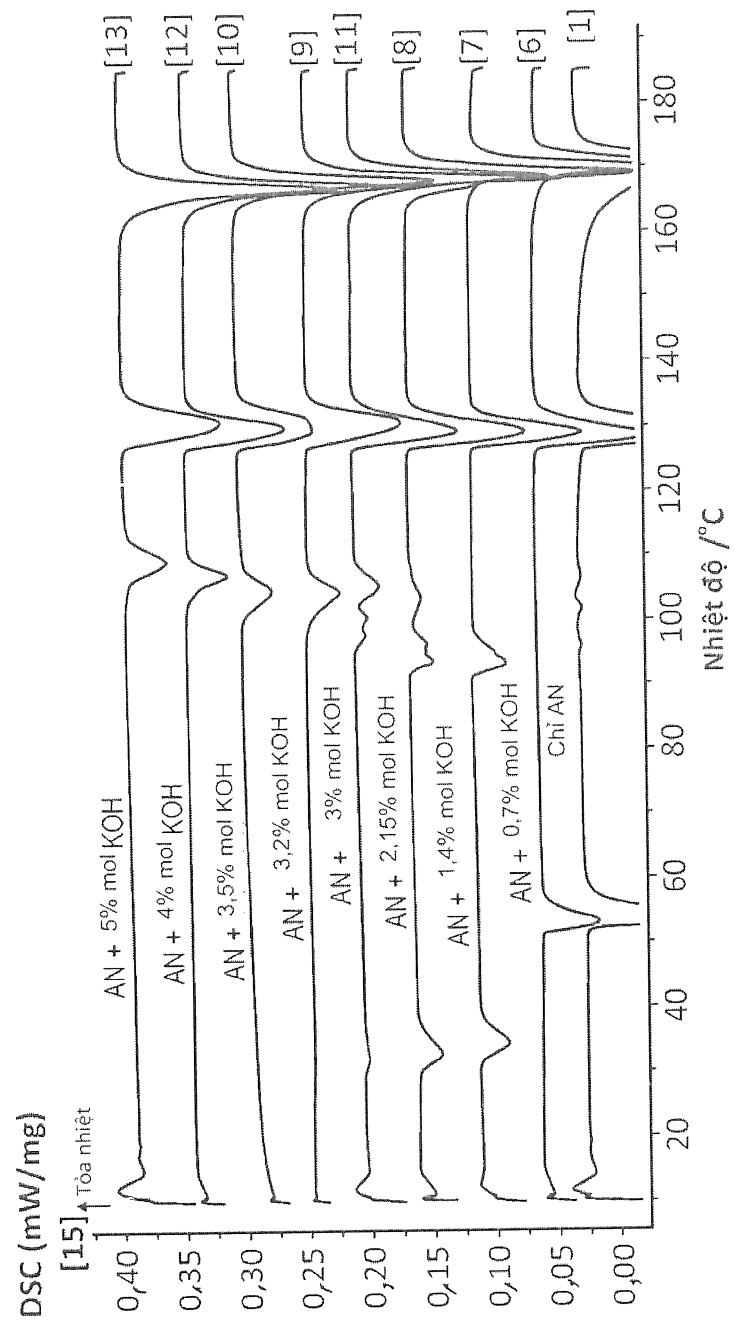
tạo thành chất lỏng thành pha chất oxy hóa gián đoạn của nhũ tương.

42. Chất nổ nhũ tương bao gồm:

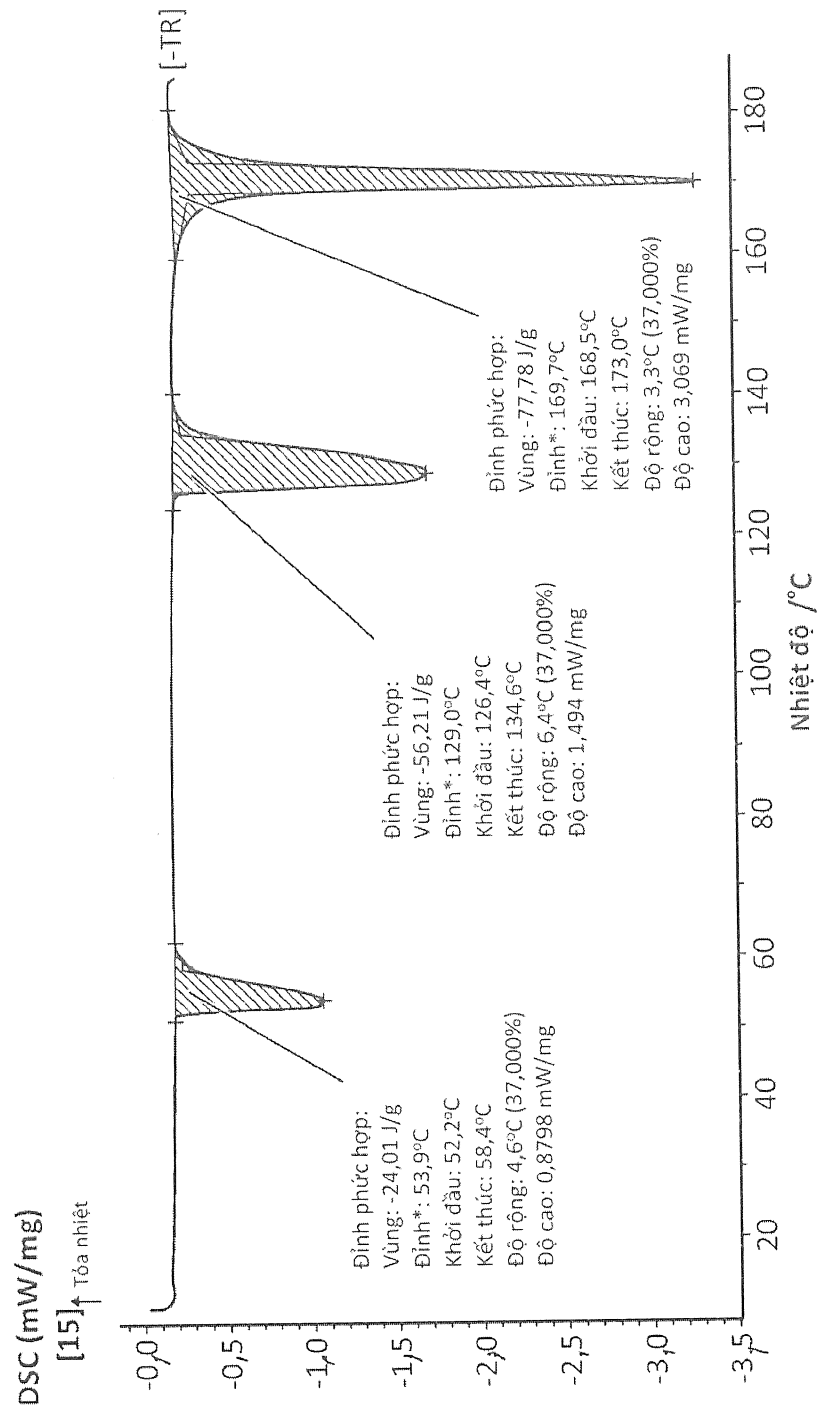
pha chất oxy hóa gián đoạn bao gồm viên PSAN theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 25; và

pha nhiên liệu liên tục.

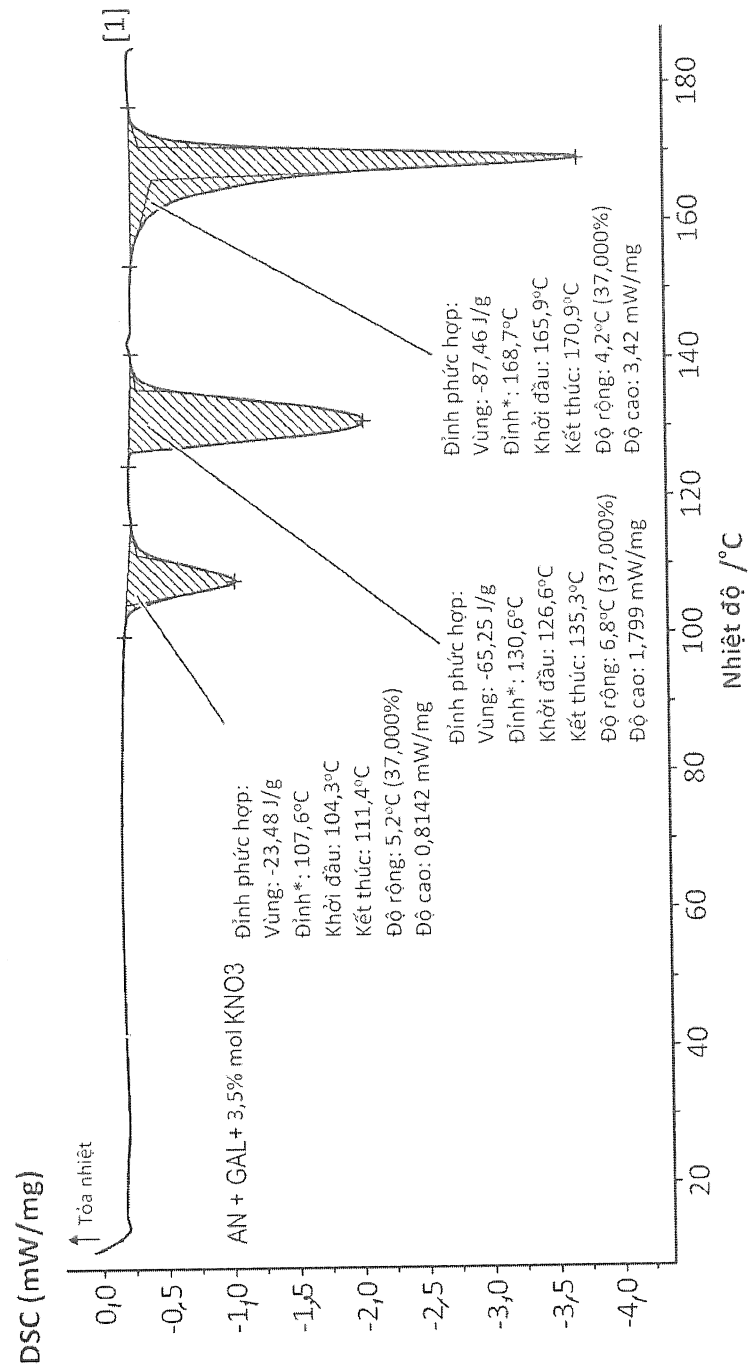
43. Chất nổ nhũ tương theo điểm 42, trong đó pha nhiên liệu liên tục bao gồm: các nhiên liệu dạng lỏng, bao gồm dầu nhiên liệu, dầu diezen, sản phẩm cất, dầu đốt lò, dầu hỏa, xăng, hoặc naphta; sáp bao gồm sáp vi tinh thể, sáp paraffin hoặc sáp thô; dầu bao gồm dầu paraffin, benzen, toluen hoặc dầu xylen, các nguyên liệu nhựa đường, dầu polyme, dầu động vật hoặc các dầu khoáng, dầu hydrocacbon, hoặc dầu béo khác; và các hỗn hợp của chúng.



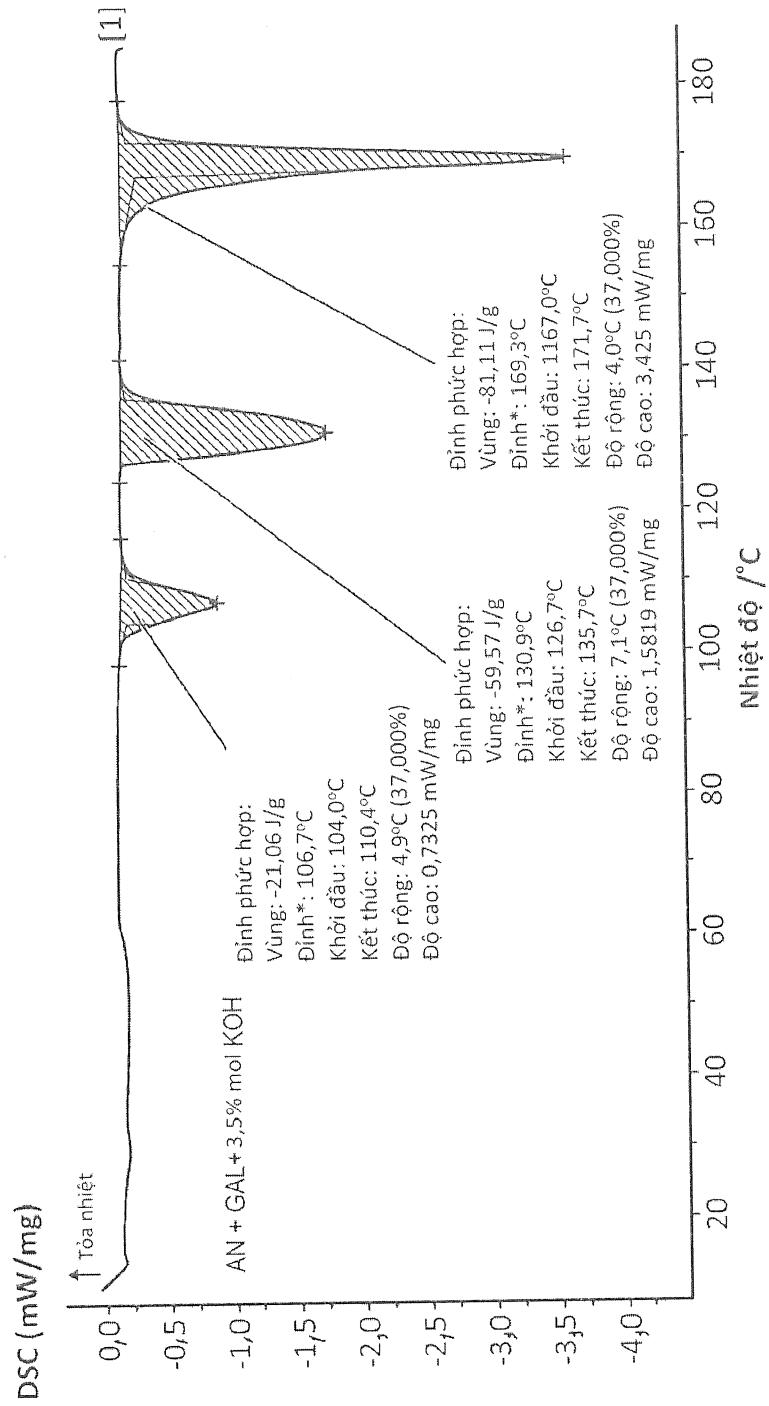
HÌNH 1



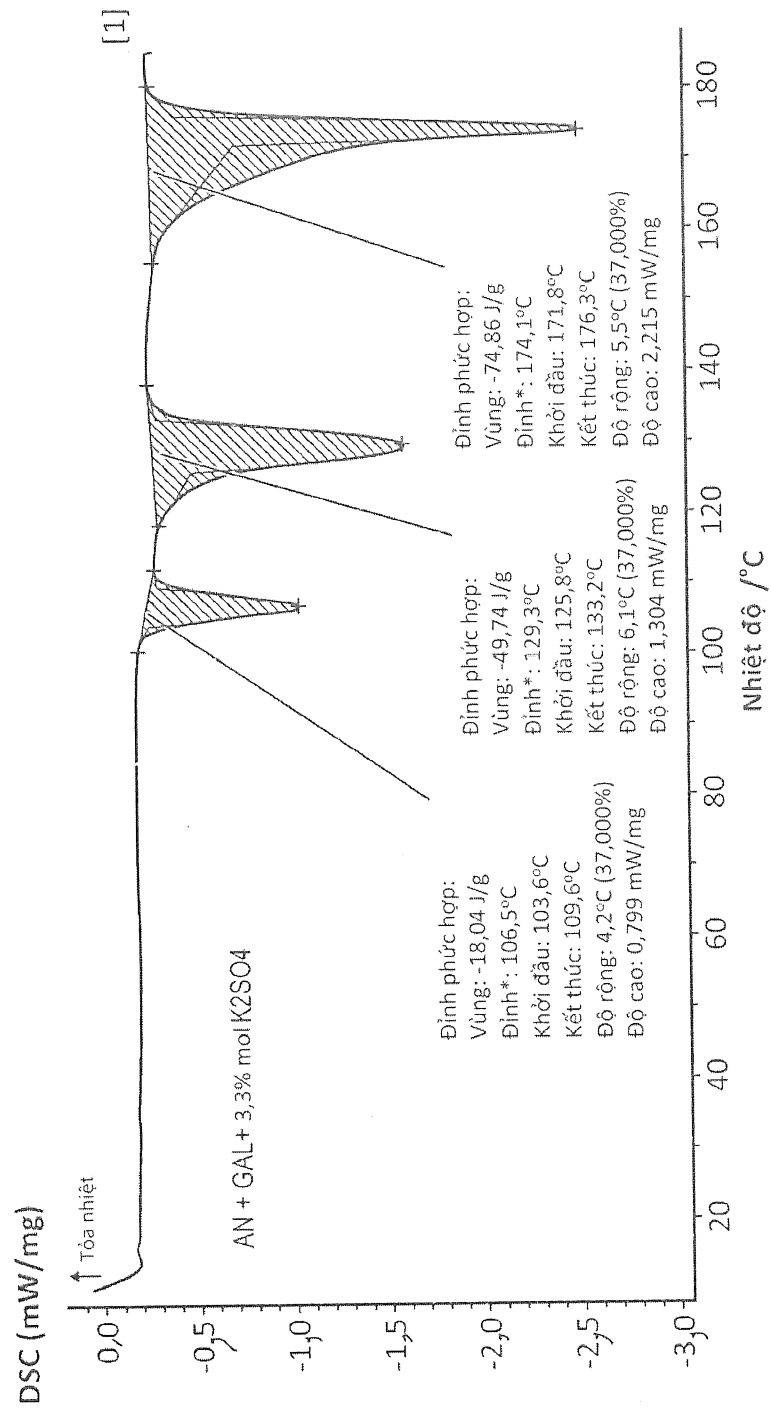
HÌNH 2



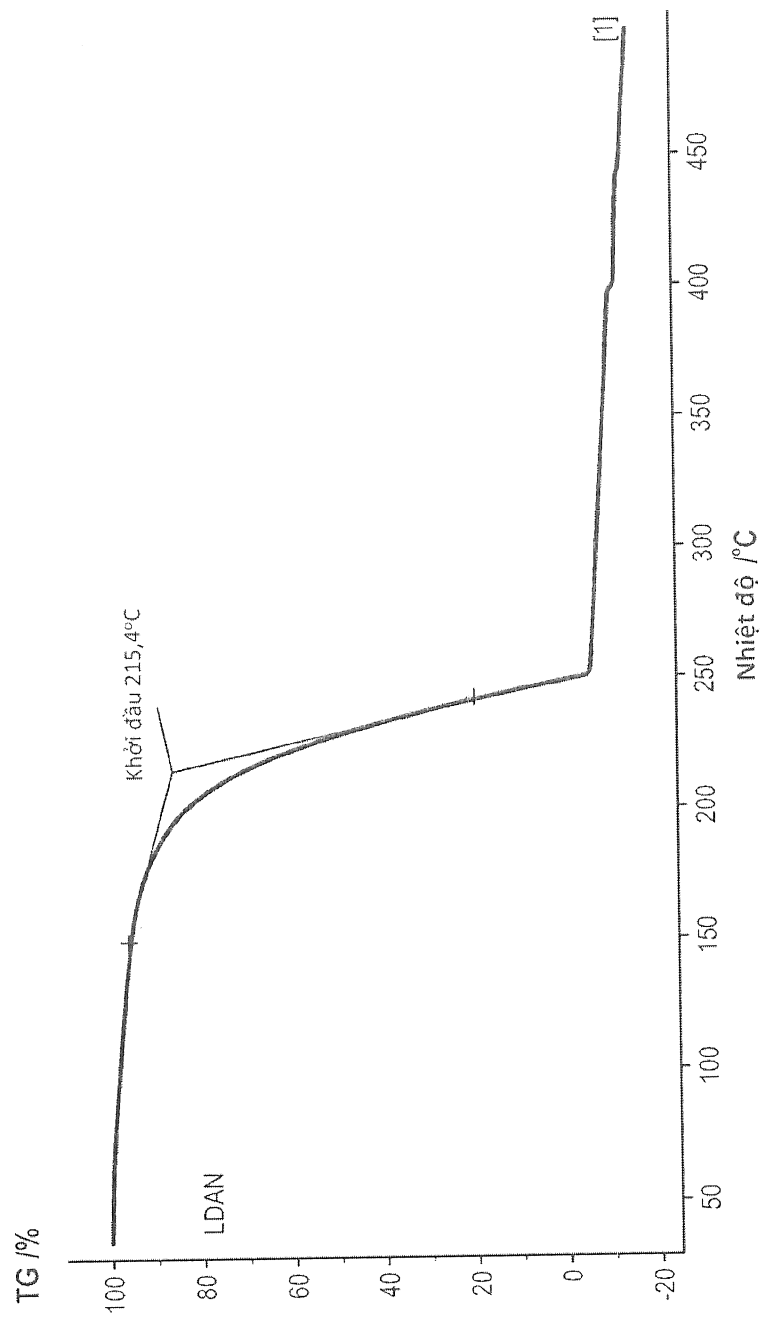
HÌNH 3



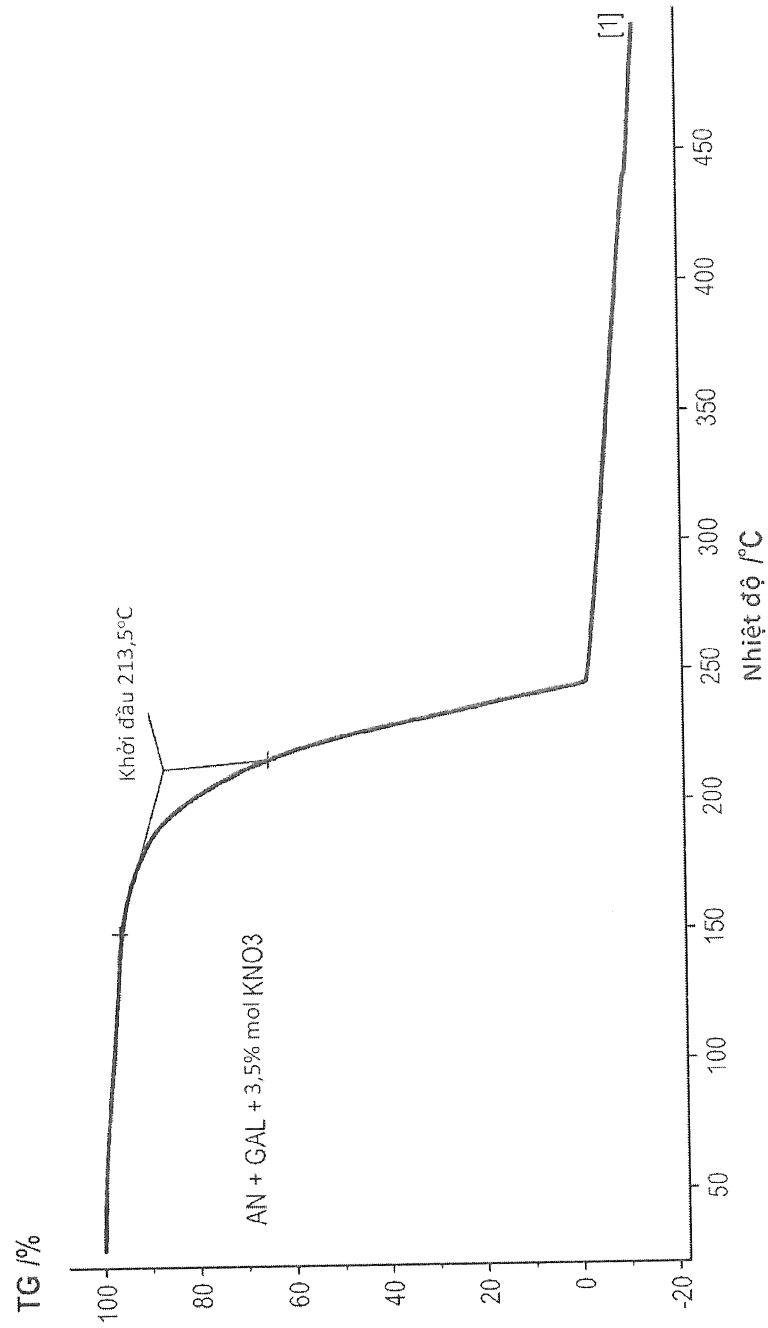
HÌNH 4



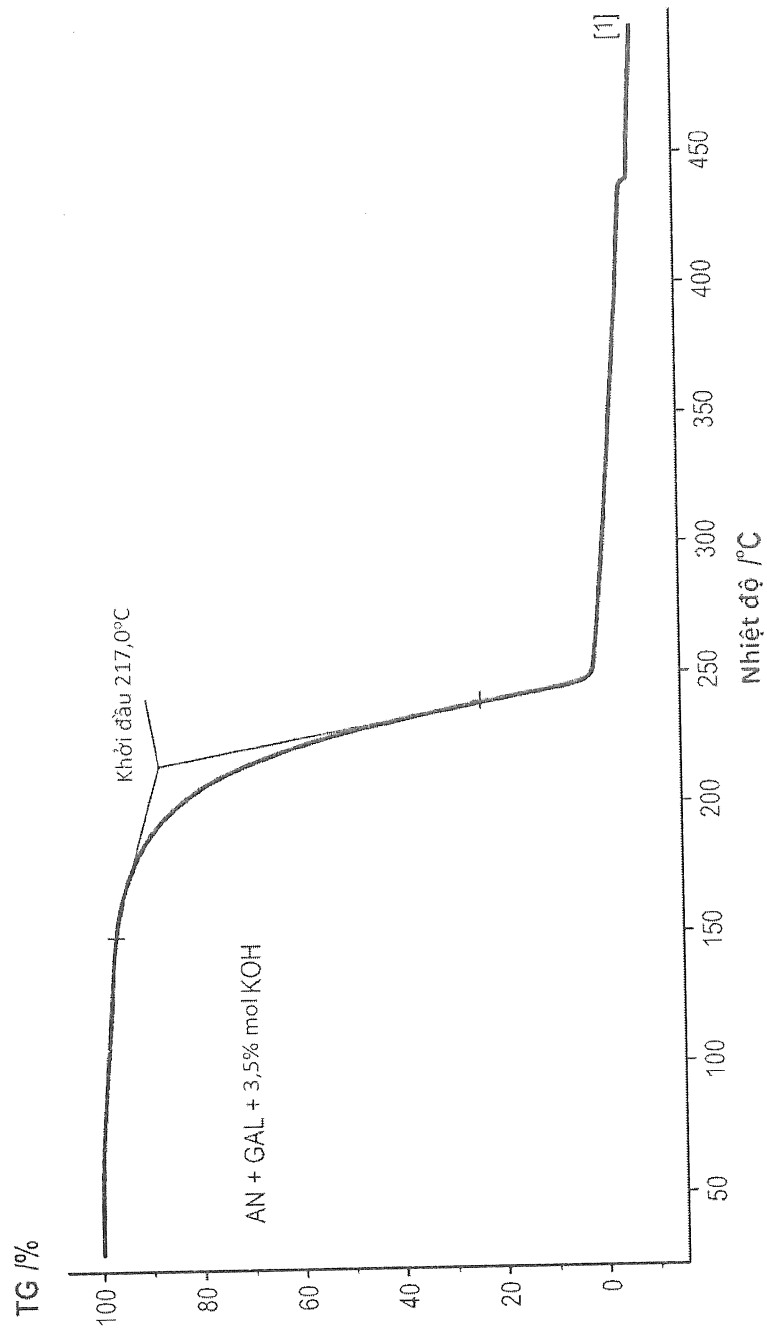
HÌNH 5



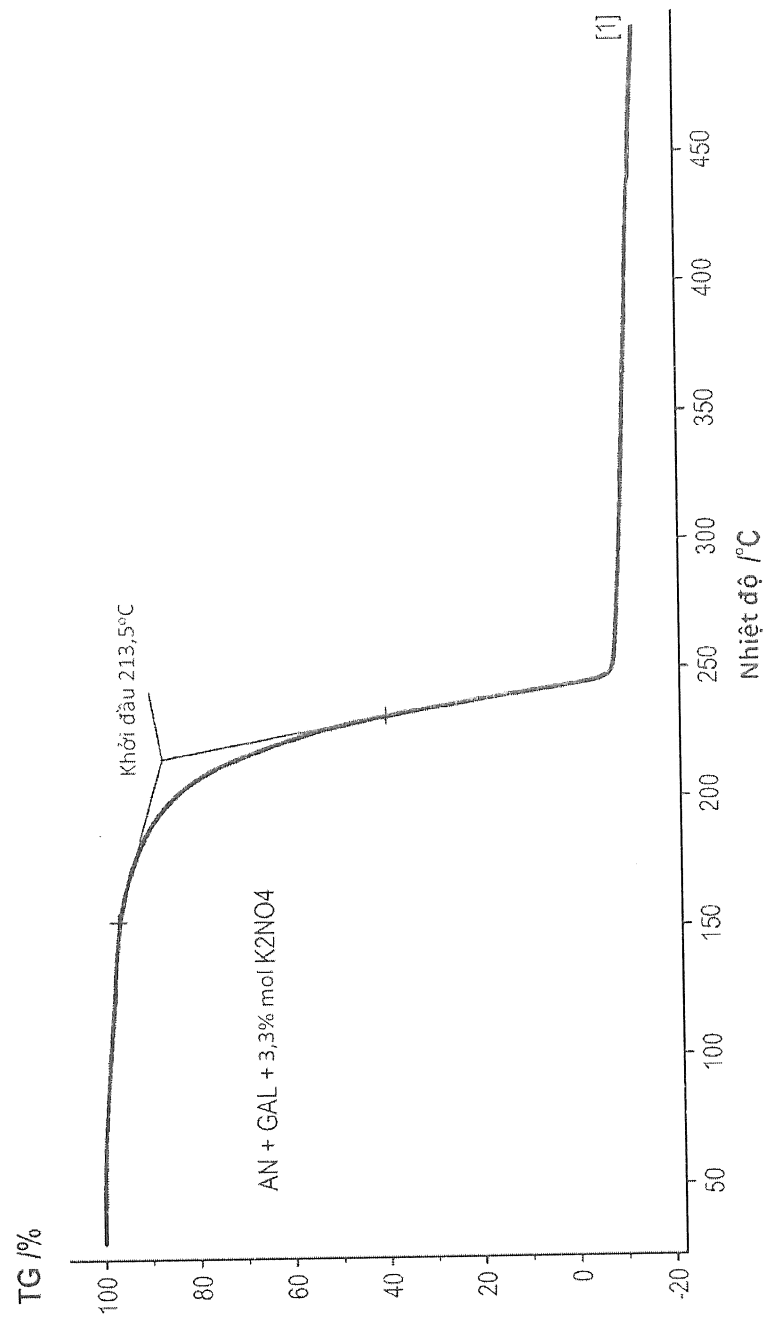
HÌNH 6



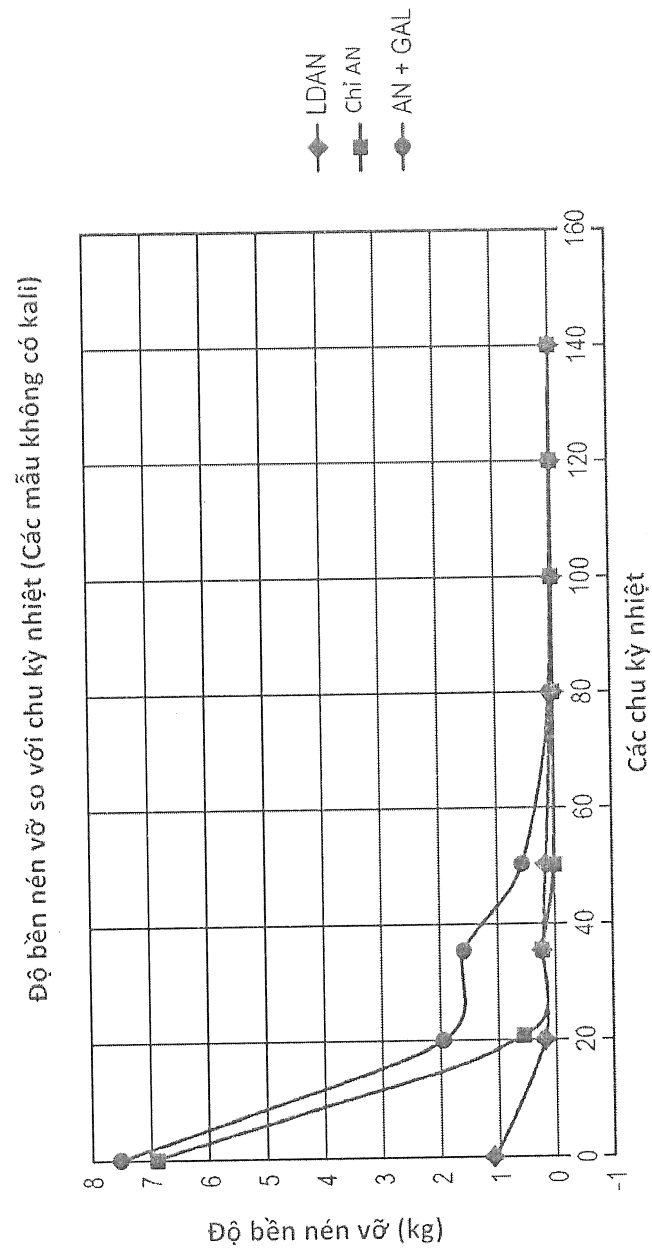
HÌNH 7



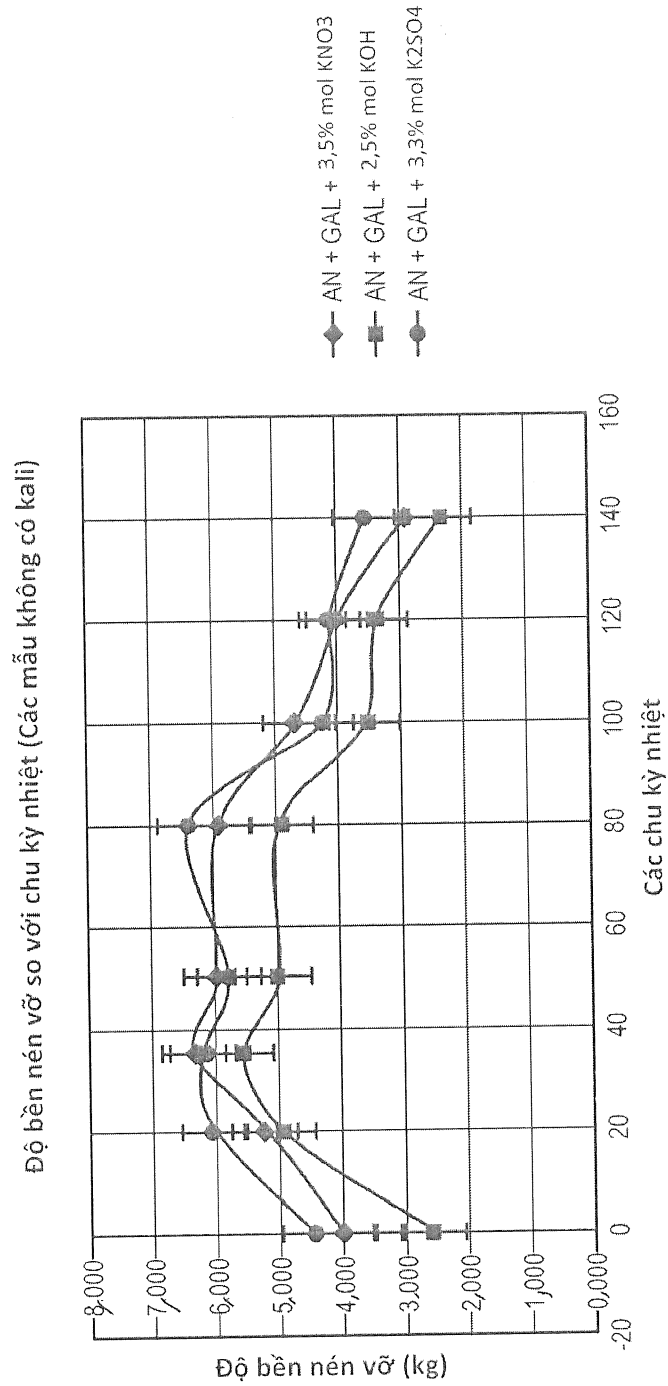
HÌNH 8



HÌNH 9



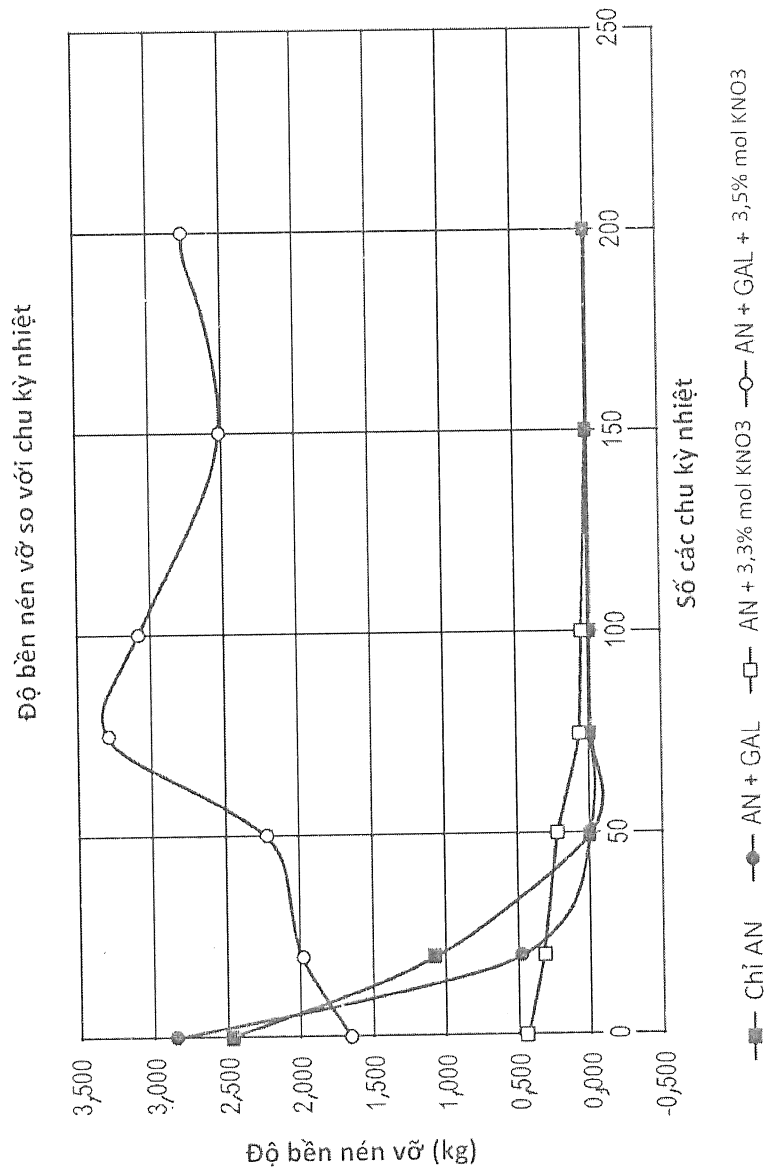
HÌNH 10



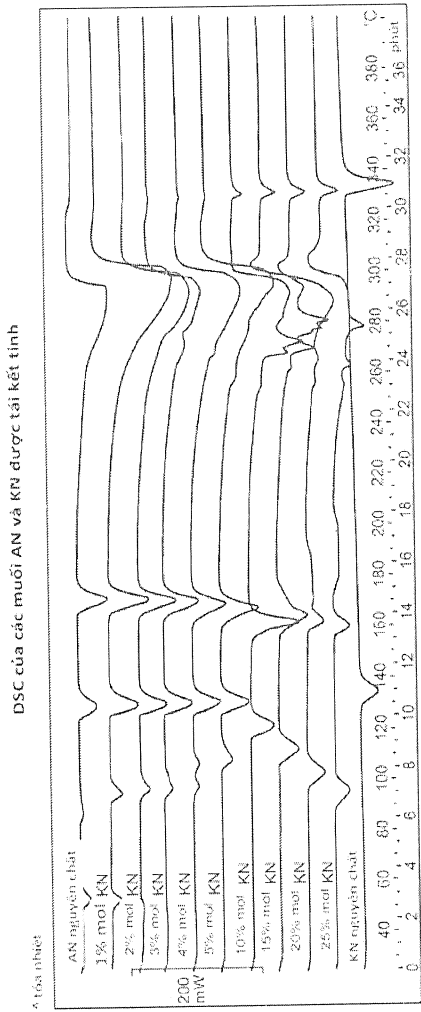
HÌNH 11

Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 20 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (20 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 50 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (35 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 75 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (75 chu kỳ)
Chỉ AN	2.480	1.066	-57,0	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	
AN + GAL	2.850	0.485	-83,0	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	
AN + KNO ₃ (3,5% mol)	0.453	0.334	-26,3	0.234	-48,3	0.070	-84,5
AN + GAL + 3,5% mol KNO ₃	1.657	1.989	20,0	2.234	34,8	3.289	98,5
Mẫu	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) Ban đầu (0 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 100 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (100 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 150 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (150 chu kỳ)	Độ bền nén vỡ trung bình (kg) 200 chu kỳ	% Thay đổi từ Độ bền nén vỡ trung bình ban đầu (200 chu kỳ)
Chỉ AN	2.480	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	
AN + GAL	2.850	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	
AN + KNO ₃ (3,5% mol)	0.453	0.042	-90,7	Mẫu không thể vỡ là dạng bụi		Mẫu không thể vỡ là dạng bụi	
AN + GAL + 3,5% mol KNO ₃	1.657	3.085	86,2	2.522	52,2	2.766	66,9

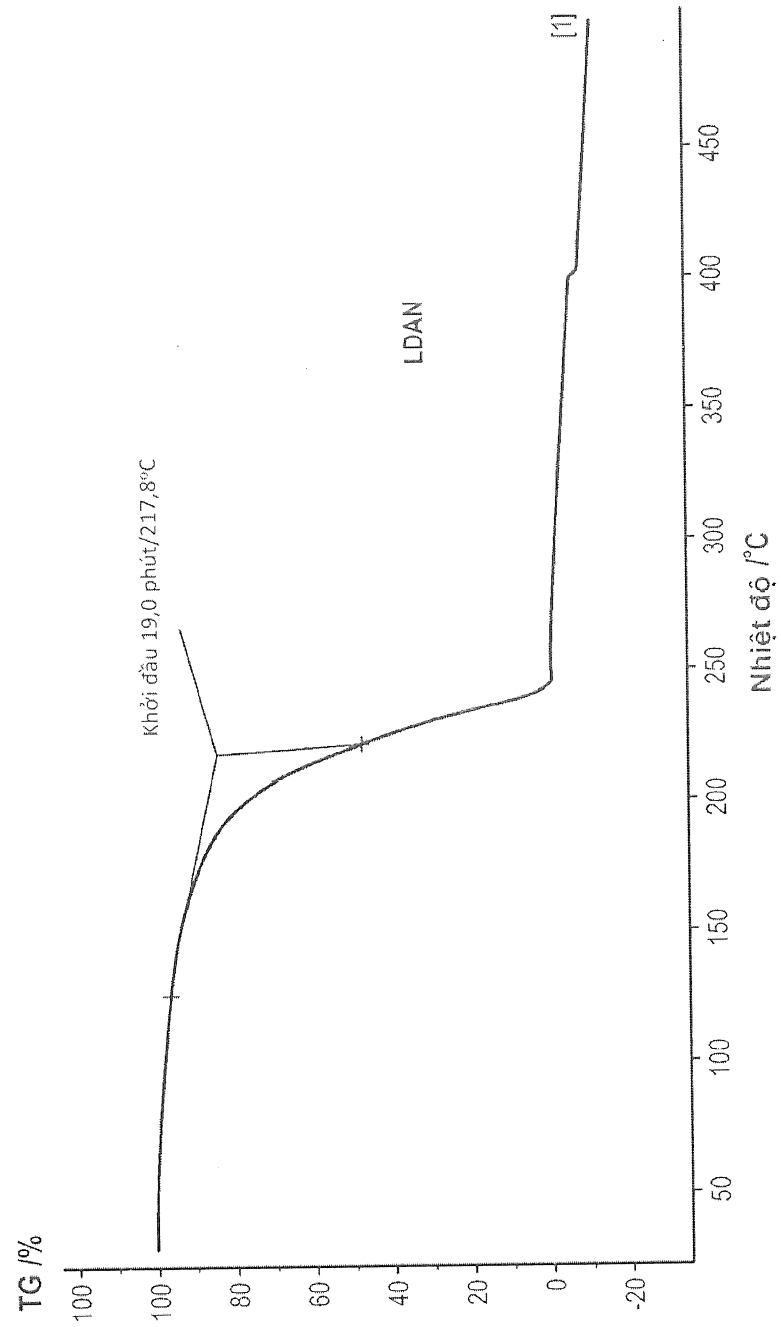
HÌNH 12



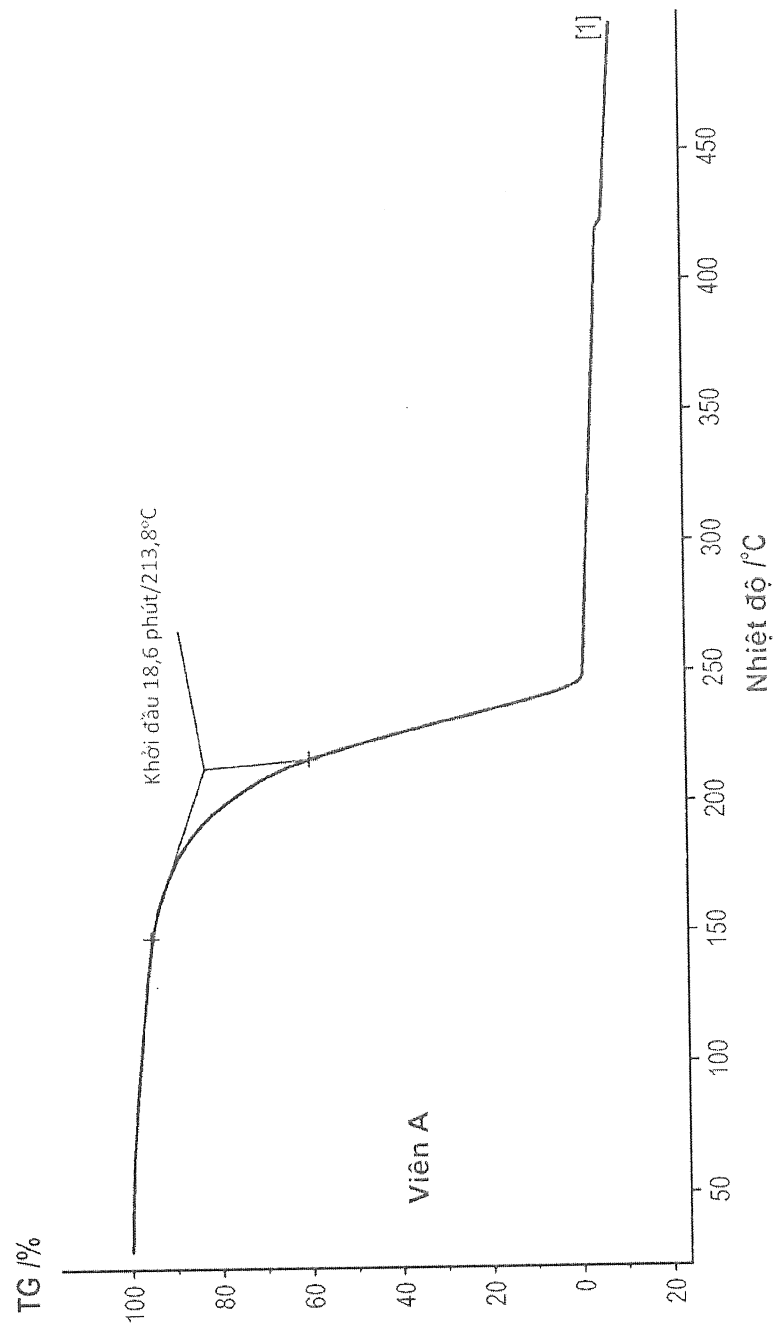
HÌNH 13



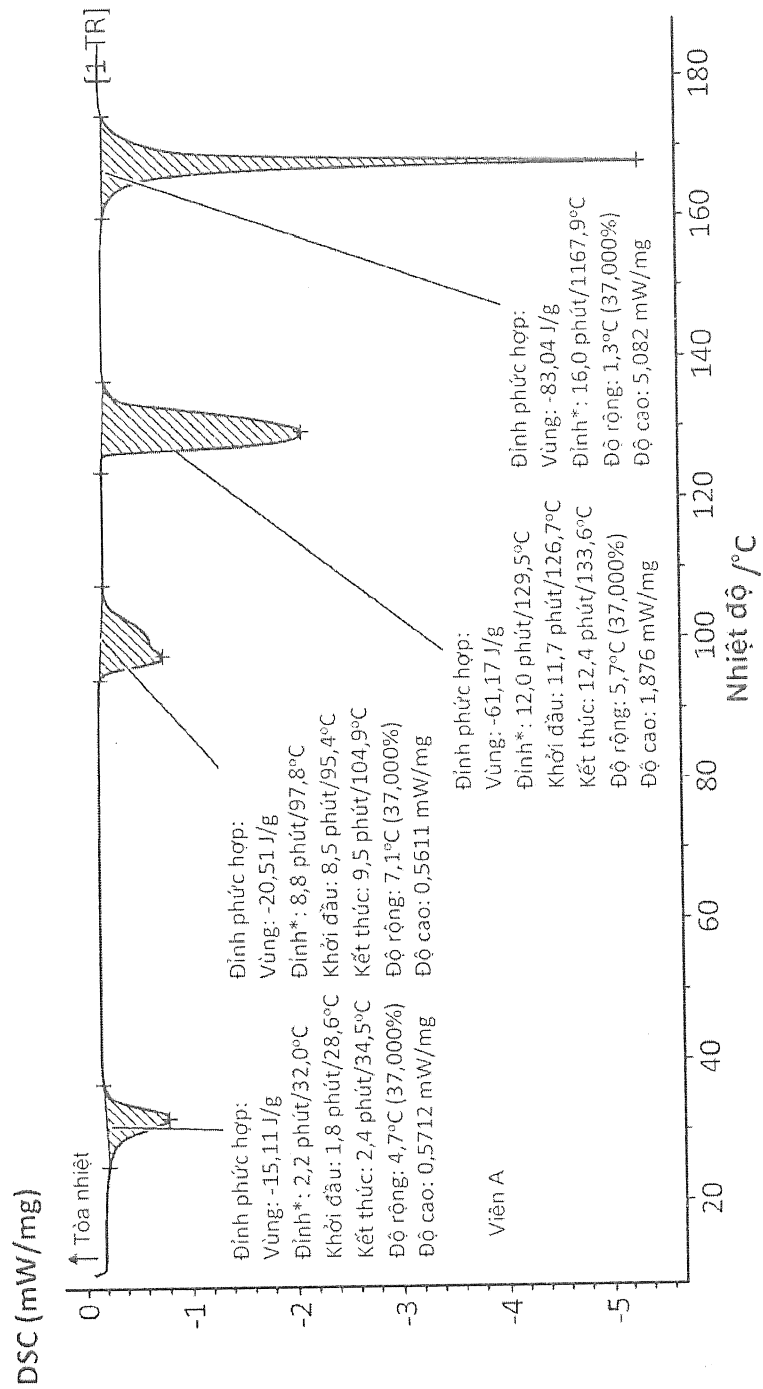
HÌNH 14



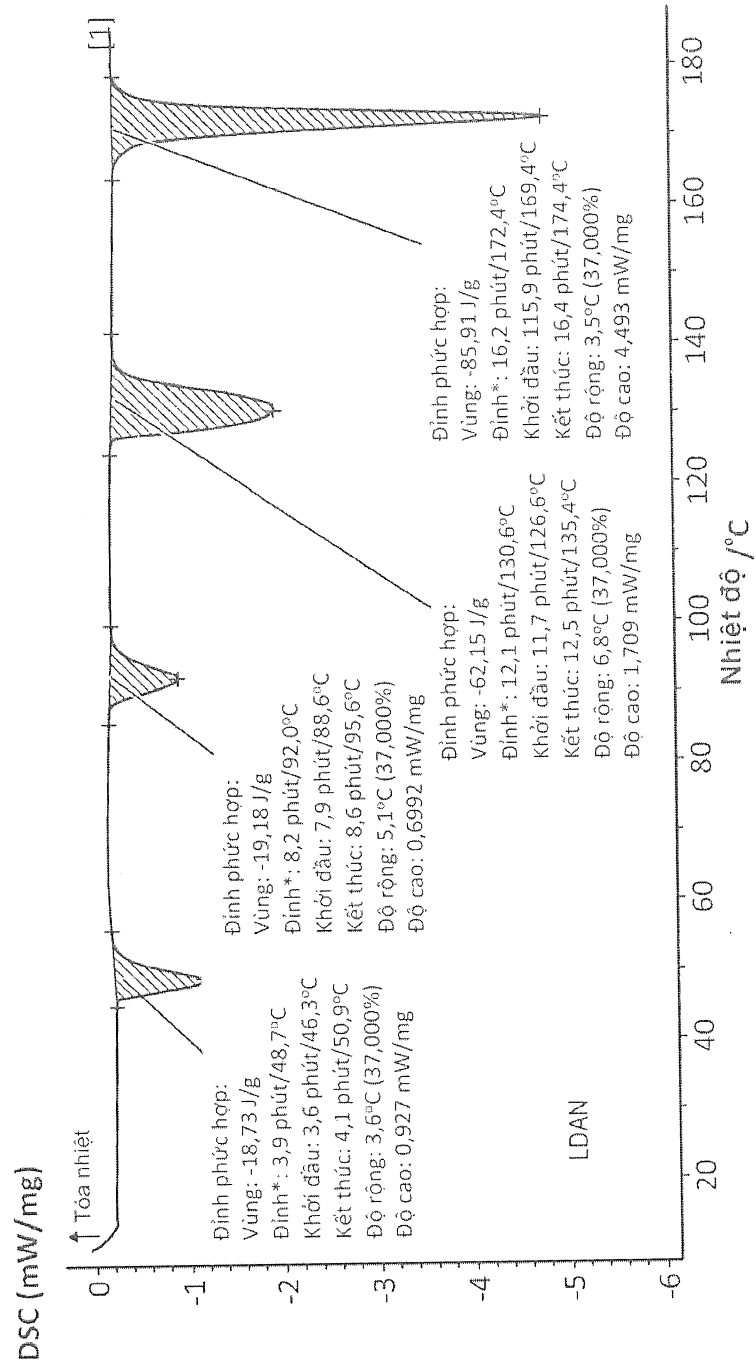
HÌNH 15



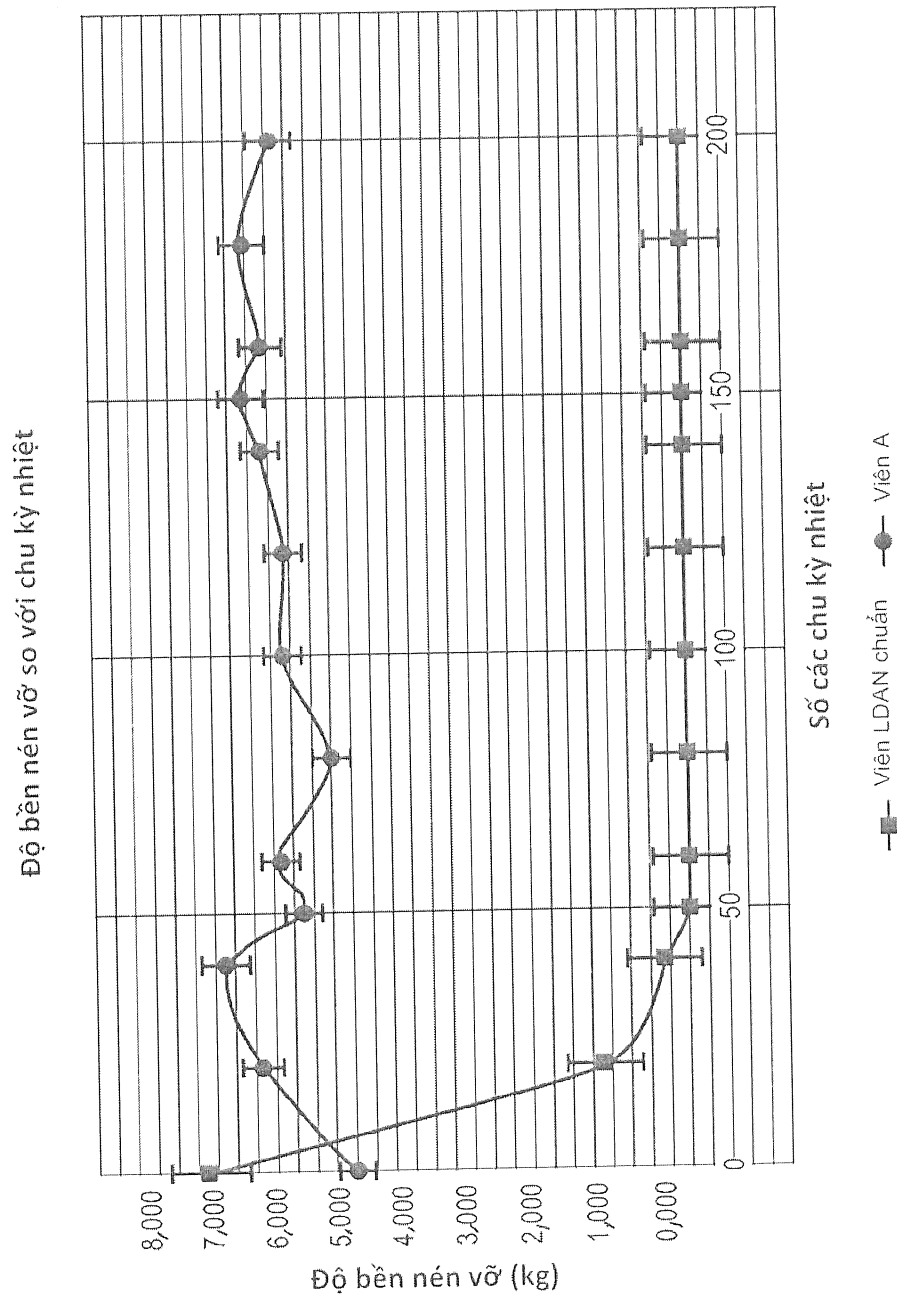
HÌNH 16



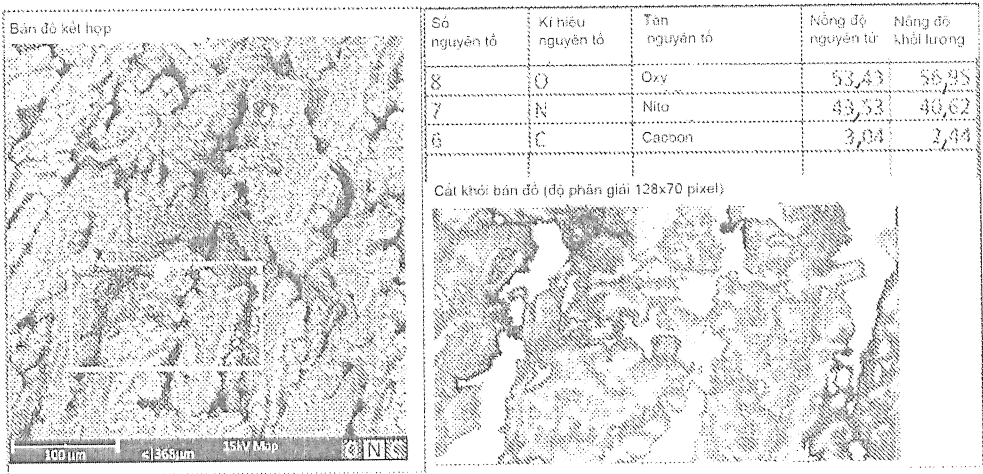
HÌNH 17



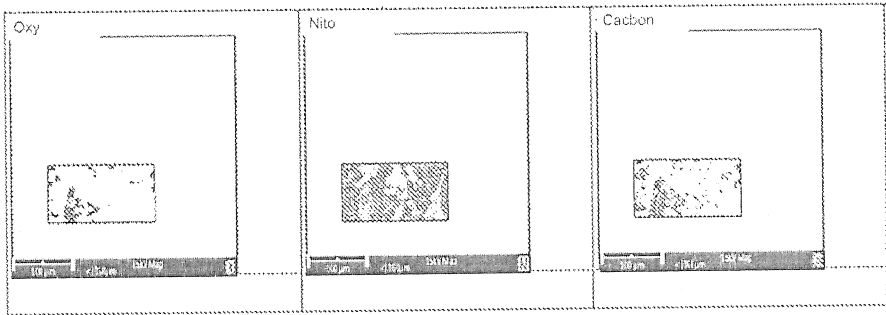
HÌNH 18



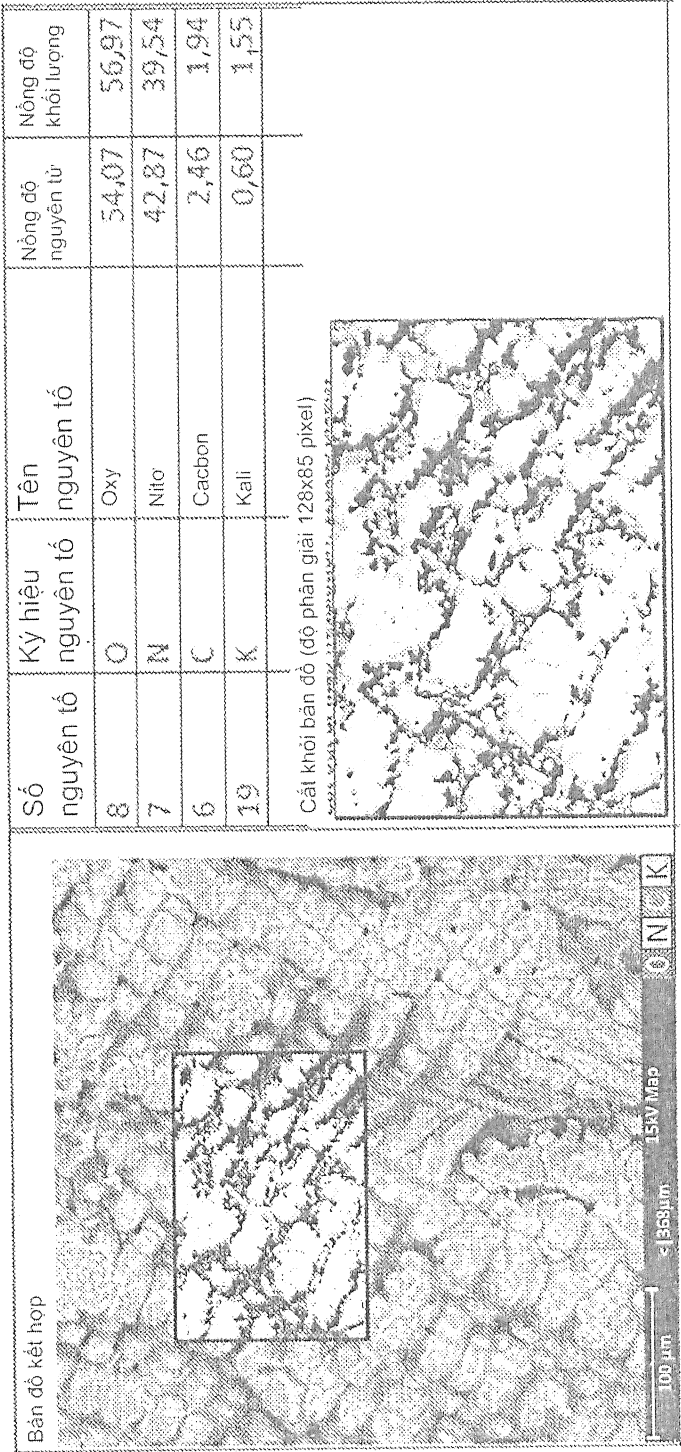
HÌNH 19



HÌNH 20A

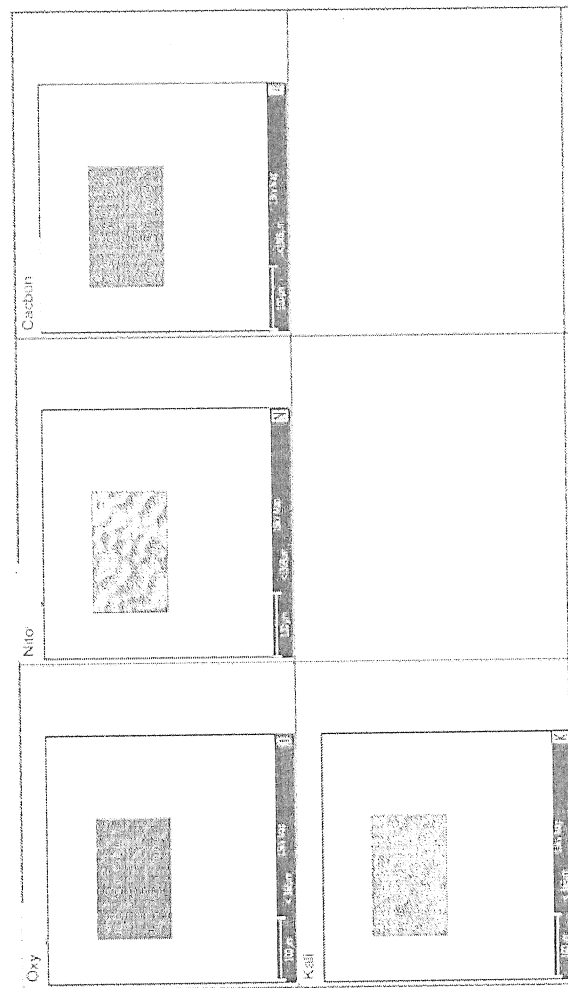


HÌNH 20B



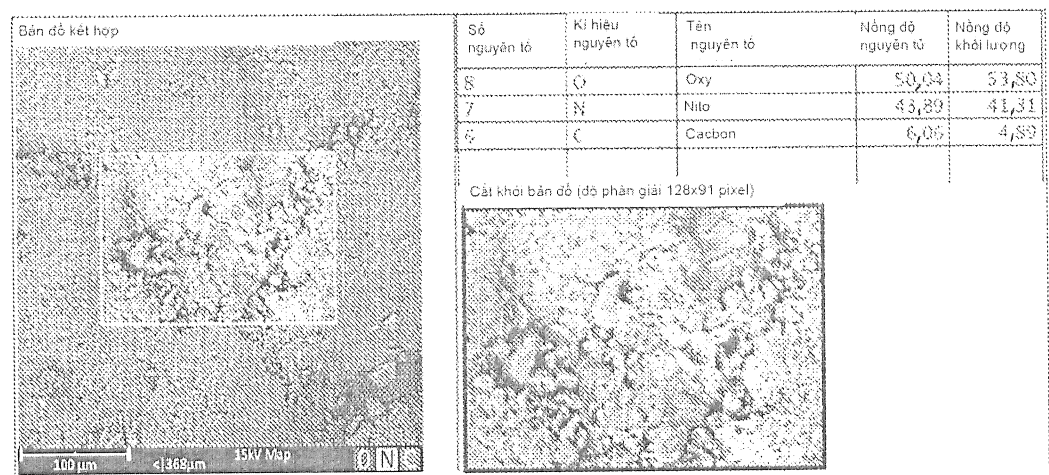
HÌNH 21A

22/28

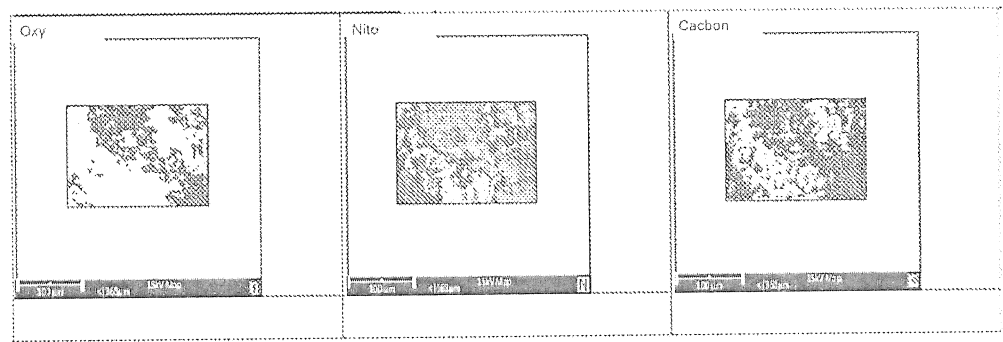


HÌNH 21B

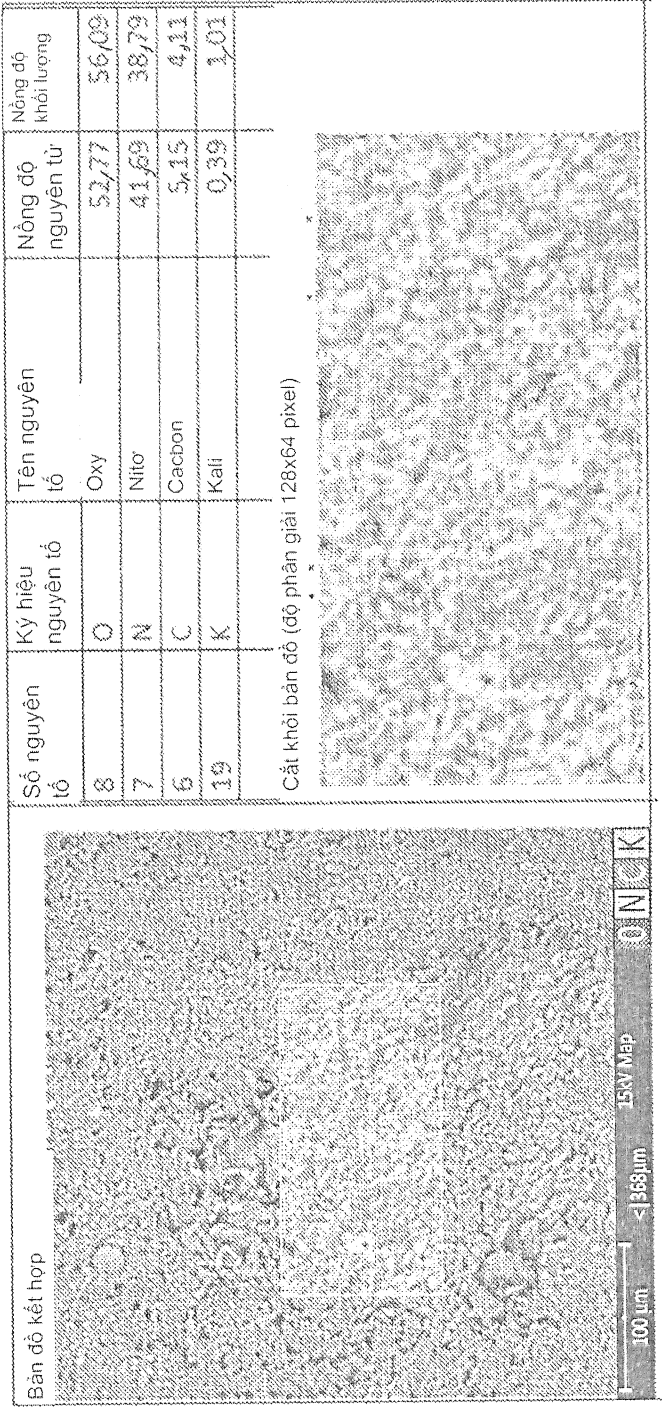
22/28



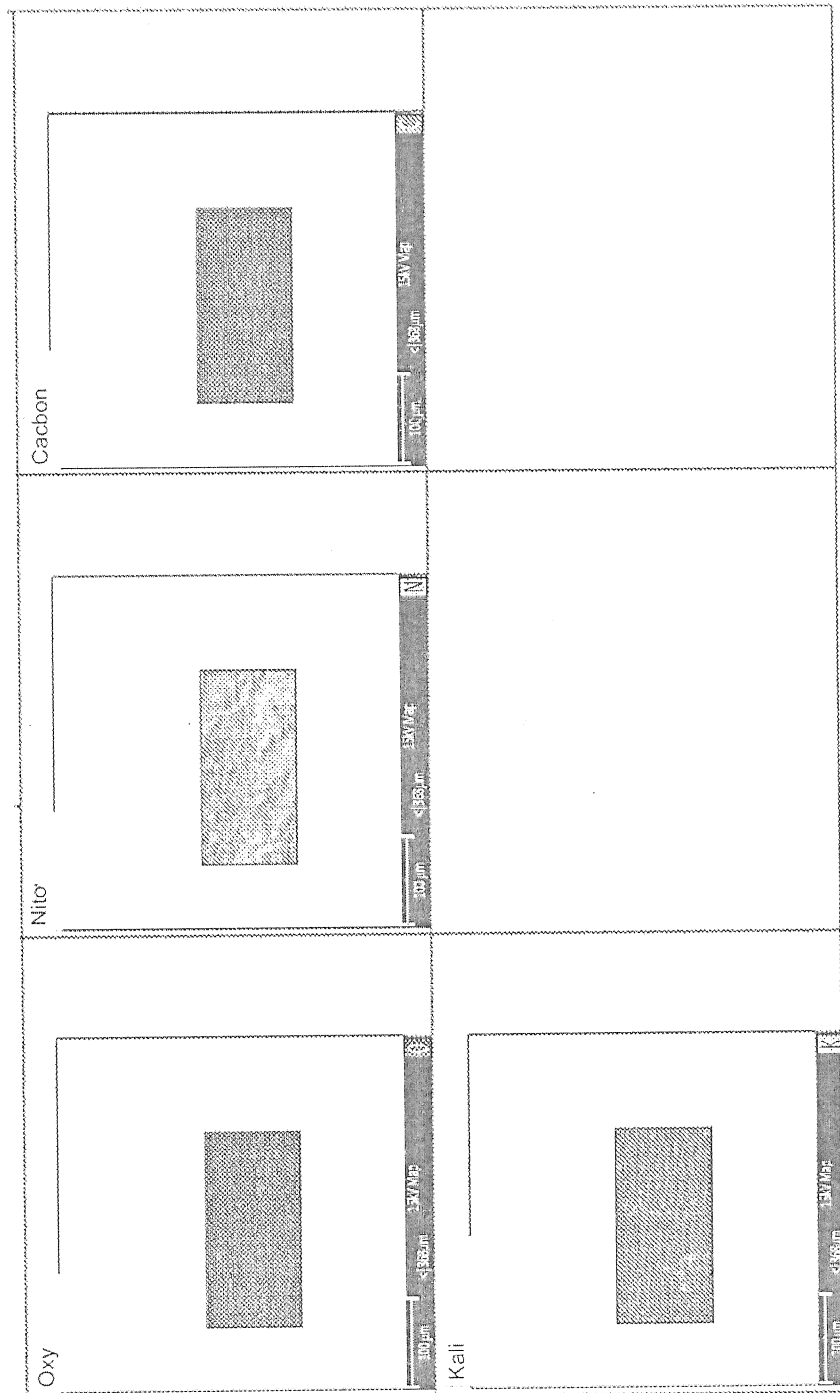
HÌNH 22A



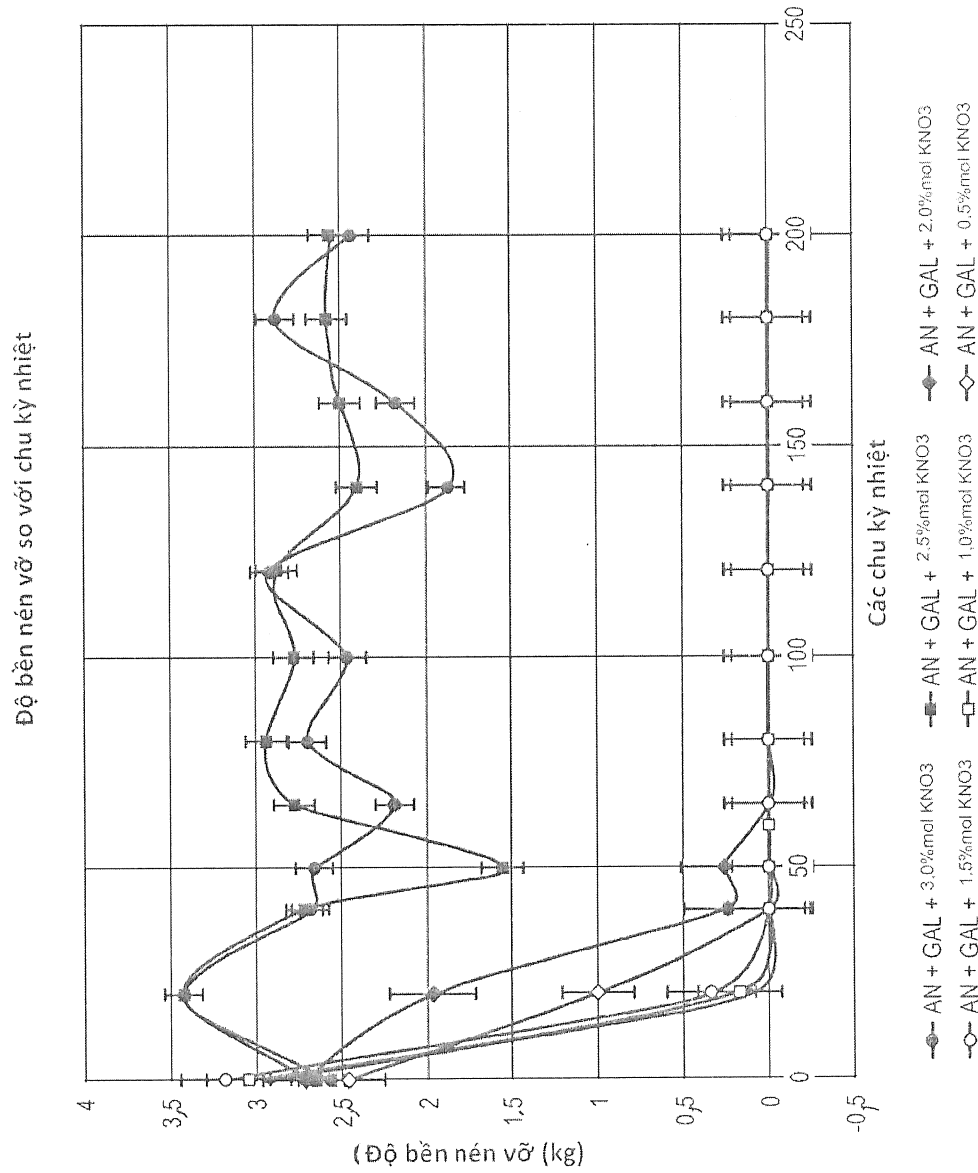
HÌNH 22B



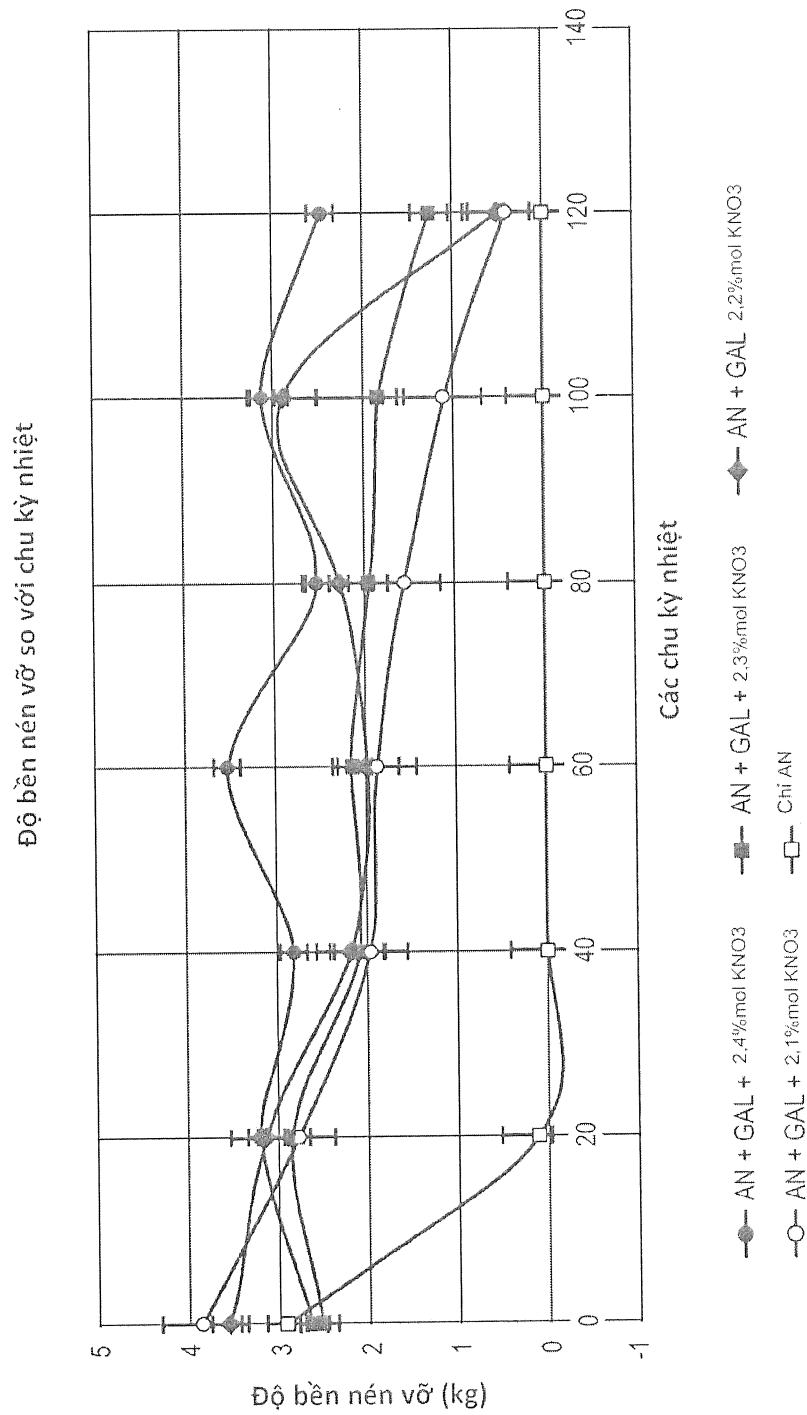
HÌNH 23A



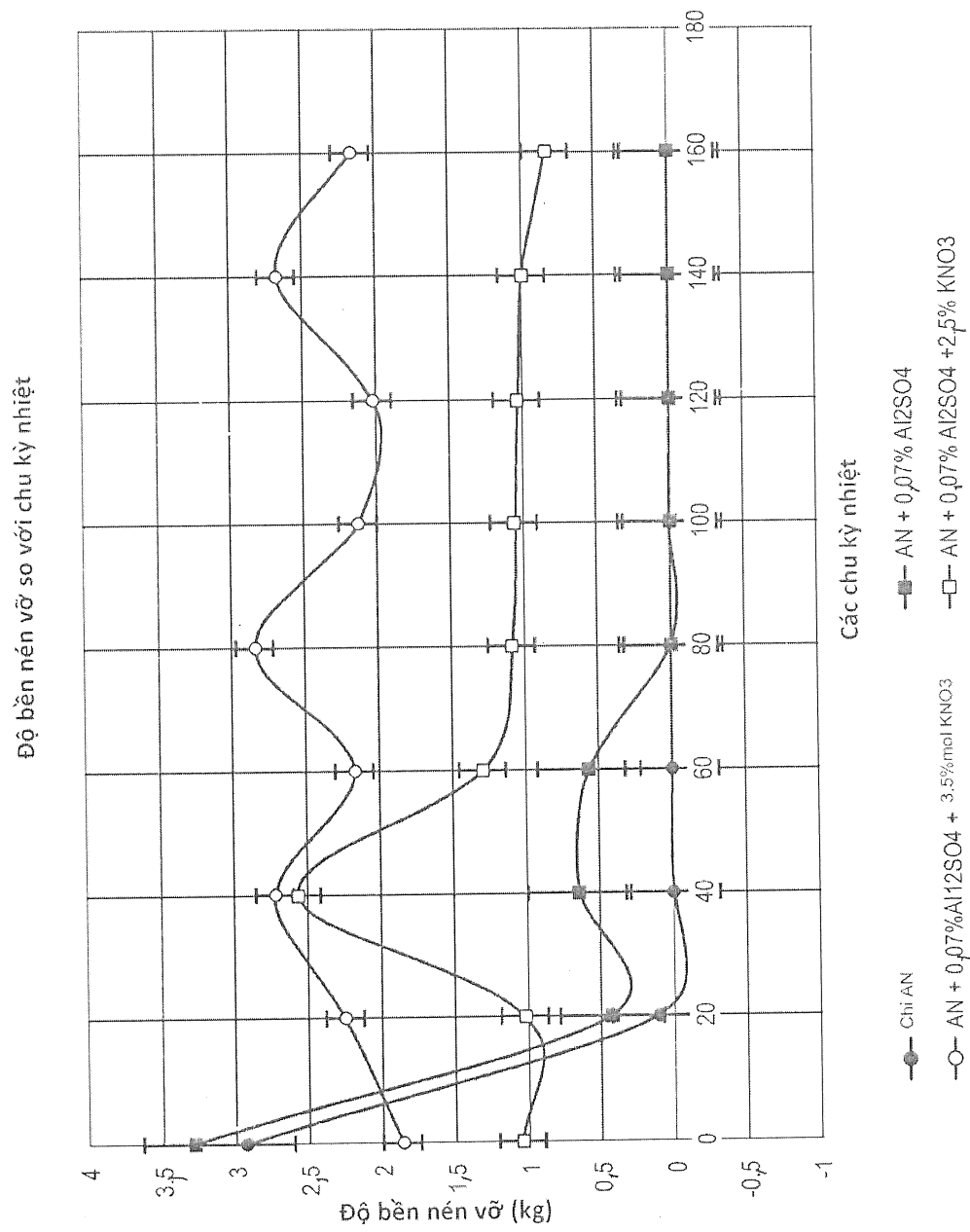
HÌNH 23B



HÌNH 24



HÌNH 25



HÌNH 26