

Untersuchung der Alterung von ADN mit der Röntgenbeugung

Investigation of the Ageing of ADN by X-Ray Diffraction

P.B. Kempa, T. Heintz, M. Herrmann, M.A. Bohn

Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie, ICT

Postfach 1240, D-76318 Pfinztal, Germany

Kurzfassung

Ammoniumdinitramid (ADN), $\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2$ ist ein energetischer und umweltfreundlicher Oxidator. Die Anwendung von ADN verspricht Vorteile in Bezug auf leistungsstarke, signaturfreie Formulierungen für Raketenfesttreibstoffe. Daneben sind aber auch die Anwendungsbereiche Gasgeneratoren und Unterwassersprengladungen interessant. Neben den beschriebenen Vorteilen, weist ADN im Vergleich zu den meistens eingesetzten Oxidatoren wie Ammoniumperchlorat (AP) oder Ammoniumnitrat (AN) eine geringere intrinsische Stabilität und auch problematischere Kompatibilität mit bekannten Bindersystemen auf /1,2/. Diese Nachteile können durch Zugabe von Additiven überwunden werden /1/. Eine Änderung der Kristallform mittels eines Prilling-Prozess erlaubt dadurch ähnlich wie bei AN gute Einarbeitung in Formulierungsansätze. Hierbei stellt sich die Frage, in wie weit solche modifizierten Komponenten altern.

Für die Untersuchungen wurden stabilisierte ADN-Prills aus der Schmelze hergestellt. Hierzu wurden ausgesuchte Stabilisatoren mit dem ADN in kontinuierlicher Phase suspendiert, aufgeschmolzen und durch Kühlen der Emulsion zu sphärischen Partikeln rekristallisiert.

Die Abbildung 1 zeigt einen ADN-Stabilisator-Schmelzetropfen vor der Kristallisation des ADN.



Abb. 1: ADN-Schmelzetropfen mit inkorporierten Stabilisatorpartikeln.

Stabilisierte, unstabilisierte ADN-Prills sowie das Ausgangsmaterial wurden einer umfangreichen Analyse unterzogen die neben der Bestimmung der Reib- und Schlagempfindlichkeit, der Partikelgröße, des Ammoniumnitratgehalts, des Wassergehalts und der C-, H-, N- und Kalium-Gehalte auch Röntgenbeugungsmessungen zur Untersuchung der Kristallstruktur und des Kristallinitätsgrades enthält.

Darüber hinaus wurden Proben bei 45 °C über einen Zeitraum von 2, 4, 8 und 12 Wochen gealtert, und die Proben wurden nach der Alterung ebenfalls mit Hilfe der Röntgenbeugung untersucht. Die Alterung wurde in fest verschließbare Glasampullen in Aluminiumblocköfen mit PID-Regelung der Temperatur durchgeführt. Erste Resultate weisen auf unterschiedliche Kristallisationsgrade bei den verschiedenen stabilisierten Proben.

Ein weiterer Aspekt der Untersuchungen ist die so genannte Zersetzungsanomalie des ADN, welche von Manelis /3/ und anderen Arbeitsgruppen im Temperaturbereich zwischen 55 und 70 °C gefunden wurde. Diese Anomalie äußert sich so, dass die Zersetzungsrate um 60 °C stark zunimmt gegenüber tieferen wie

höheren Temperaturen. Die Vermutung ist eine Änderung der Kristallstruktur, welche sich auf molekulare Parameter wie Bindungsabstände und Bindungswinkel im Dinitramidanion auswirkt und so zu geringerer Stabilität des Dinitramid führt.

- /1/ M.A. Bohn
Stabilization of the new oxidizer ammonium dinitramide in solid phase.
 Proceed. 30th International Pyrotechnics Seminar, pages 274 to 291. 23-27 June 2003, Saint Malo, France.

- /2/ H. Pontius, J. Aniol, M.A. Bohn
Compatibility of ADN with Components used in Formulations.
 Proceed. 35th International Annual Conference of ICT, June 29 to July 2, 2004, Karlsruhe, Germany. Proceedings pages 169-1 to 169-19. Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie (ICT), D-76318 Pfinztal-Berghausen, Germany.

- /3/ G.B. Manelis.
Thermal decomposition of dinitramide ammonium salt.
 Proceed. 26th International Annual Conference of ICT 1995, pages 15-1 to 15-17, July 4-July 7, 1995, Karlsruhe, Germany. Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie (ICT), Pfinztal-Berghausen, Germany.