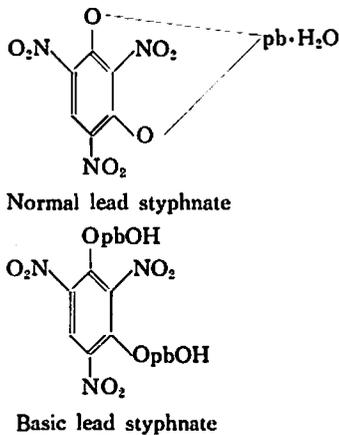


## スチフニン酸鉛(中性塩)

石 綿 義 弘\*

### 1. 緒 論

スチフニン酸鉛(通称, トリシネート)は, 各種電気雷管の点火薬として, また銃用雷管および信管点火用雷管の爆粉主成分として, つい最近まで使用されていたロダン鉛系爆粉に代わつてもちいられている。トリシネートの合成方法は, 1914年 Herz<sup>1)</sup>により初めて開発され, 以後現在まで多くの人々<sup>2)-4)</sup>により研究されて確立した。かつその性状が物理的, 化学的に他の起爆薬と比較検討されている。<sup>5)-9)</sup> トリシネートには, 中性塩<sup>9)</sup>と塩基性塩<sup>10)</sup>があり, 中性塩は通常一分子の水が含有されている。この両塩は, 製造条件および用途が若干相違している。最も一般的な構造式は次のようである。



トリシネートの合成方法にも, 酸化マグネシウムを用いて, 中間体としてスチフニン酸マグネシウムを経て合成する方法(俗称・マグネシウム法)と, 従来多くの文献等にみられる炭酸ナトリウムまたは水酸化ナトリウムを使用して, スチフニン酸ナトリウムを経て合成する方法(俗称・ナトリウム法)の2種類に大別される。またこれらを鉛塩にするため, 酢酸鉛または硝酸鉛が使用されている。しかしながら一定条件下でこのマグネシウム法およびナトリウム法により出来たそれぞれの結晶について, 感度試験, 化学分析等により比較した報告がみわたらないため, 上記の両法によつて, スチフニン酸鉛を合成し, その結晶の分析と感度

試験を試みた。合成は現在当社で実用している方法を基礎にし, pH以外の反応条件を一定にして行なつた。

#### (1) 分析方法

スチフニン酸鉛中の重要元素である鉛分および窒素分に関してのみ軍用規格<sup>11)</sup>にもとづいて分析した。

#### (2) 感度試験法

発火遅れ秒時の測定および落槌試験を行ない, 発火遅れ秒時の測定結果から, それぞれの活性化エネルギーを, Arrhenius の式から求めて検討した。落槌試験では, 2 kg および5 kg のハンマーをもちい, さらに440 g の鋼球による落球試験を行なつた。落球試験の方法については後述するが, この方法では通常の落槌試験のような, ハンマー落下時の摩擦抵抗等による“ばらつき”が除去されると思われる。これらの試験の試験結果の表現法として, 運動エネルギーへの換算<sup>12)</sup>, 衝撃から発火までの秒時<sup>13)</sup>, 等による方法があるが, 本研究では, 簡単に落高~発火率の関係をプロットした。

### 2. 実験方法

#### 2.1 合成実験

本実験は, 少量でおこない, 1000ml 珪藻引鉄器またはポリエチレン製ビーカーを使用し, 木製の攪拌棒にて合成した。なお温度調整には, スライダックを用い次のような方法で実験をした。即ち前述した通り, ナトリウム法, マグネシウム法の種類について行ない反応温度, 攪拌速度, 滴下時間, 熟成等の実験条件を総ての実験に対し一定とし, ナトリウム法の場合は, 無水炭酸ナトリウム, マグネシウム法の場合は, 酸化マグネシウムを用いた。実験の詳細は, 次のようになる。

#### 実験-1.

乾燥 TNR (トリニトロレゾルシン) 15 g に水 (イオン交換樹脂を通した水道-水以下すべて同様) 335 ml を入れ, 60°C で十分溶解しその液に乾燥酸化マグネシウム 2.5 g を入れ, さらに攪拌しながら溶解する。これをブフナー-漏斗で吸引濾過し, 濾液の pH を 4.5~5.0 に硝酸 (HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O が 1:1) の溶液で調整する。この調整溶液を A 液とする一方硝酸鉛 43 g を水 128 ml で溶解濾過し濾液の pH を測定し B 液とする。A 液を母液として B 液を次の条件下で加えて反応させ

昭和44年3月6日受理

\* 昭和化成品株式会社 戸塚工場 横浜市戸塚区新町1588

る。

- (1) 反応温度 60~65°C
- (2) 攪拌速度 150 R. P. M
- (3) 滴下時間 15min
- (4) 熟成 1hr.

**実験-2**

A液の pH を 3.0 とした。

**実験-3**

A液の pH を 6.0 とした。

**実験-4**

乾燥 TNR 15g を水 375ml に溶解し炭酸ナトリウム 7.5g を入れて十分溶解した後、不純物を除くため $\text{H}_2\text{O}$  過し、 $\text{H}_2\text{O}$  液を 60°C に保温、酢酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH} : \text{H}_2\text{O}$  が 1 : 1) 溶液で pH 4.5 に調整しこれを A 液とする。他方硝酸鉛 21g を同様に水 64ml に溶解し $\text{H}_2\text{O}$  過温、pH を調整しこれを B 液とする。A 液に B 液を加えて反応させる。

**実験-5**

pH を 6.0 にしてその他は、実験-4 と同様にした。

**実験-6**

実験-5 と同様であるが、A 液を 15 分間煮沸して、pH を 6.0 に合わせた。

**実験-7**

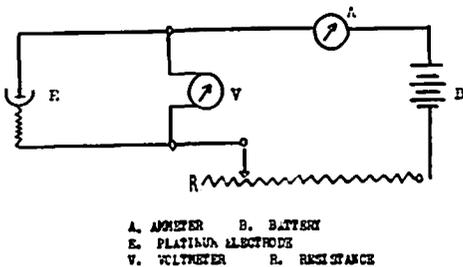
硝酸鉛の代わりに酢酸鉛を使用した。A 液は、実験-1 と同様に調整した。酢酸溶液は、酢酸鉛 16.36g を水 128ml に溶解し不純物を除くため、 $\text{H}_2\text{O}$  過してつくった。

**実験-8**

実験-7 と同様にして、A 液の pH を 4.5 にした。

**実験-9**

実験-7 と同様にして、A 液の pH を 5.0~5.3 に変



(a) Diagram of electrolysis



(b) Shape of electrodes

**Fig. 1** Circuits and electrodes for electrolysis

更させた。

**実験-10**

A 液の pH を 4.5 にし、これに酢酸鉛 32.72g を水 128ml に良く溶解し $\text{H}_2\text{O}$  過した溶液を加えた。

**2.2 結晶の分析**

**2.2.1 鉛分測定法**

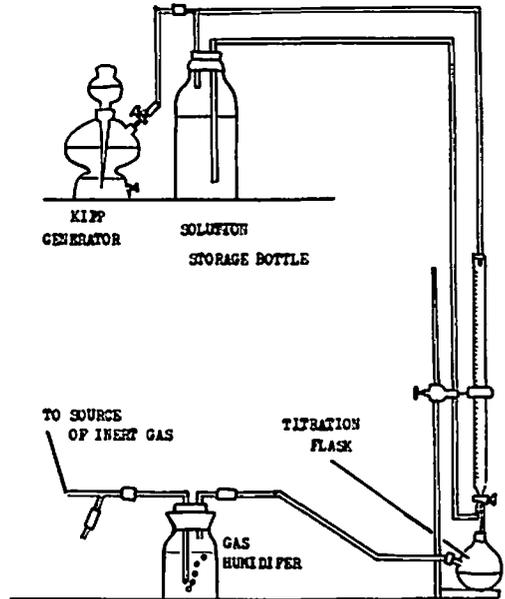
鉛分は、軍用規格に示してある電解法で測定した。この方法の概略は、次のようになる。白金電極を使用し回路図は、Fig. 1 の通りである。

試料 150mg を秤量し蒸留水で温薬にした後、少量の濃硝酸で完全に溶解しさらに蒸留水を加えて分解溶液とする。この溶液を、80°C に加温しながら電解を 0.5A で一時間続ける。終了後、電極に附着した鉛を、15分間 100°C で乾燥し秤量する。計算式は次のようになる。

$$pb\% = \frac{pbO_2 \times 86.62}{\text{試料採取量 (g)}} \times 100$$

**2.2.2 窒素分測定法**

この分析方法も、現在トリシネートに適用されている軍用規格に基づいて行ない Fig. 2 の分析装置を使用した。



**Fig. 2** Storage and titration system

**2.3. 感度試験**

**2.3.1 発火遅れの測定**

クルップ式発火点試験器を用い、試料約 5mg を炉中に投入し、ストップウォッチで発火するまでの時間を測定した。

### 2.3.2 落錘感度試験

前述した様に、5kg および 2kg 落錘試験と 440g 落球試験を行ない、おのおの完爆点と不爆点を求め、またステアケース法で平均落高および標準偏差を算出した。ステアケース法（昇降法の一様）は、現在種々の爆薬または、銃用雷管、信管点火用雷管等の感度を調べるのに常用されている。操作法は、通常の昇降法と同様である。その計算方法は、種々であるが次のようにした。適当な原点をとることにより、 $f_i$  を発火数、 $m_i$  を落高とすると、平均落高  $\bar{m}$  は、

$$\bar{m} = m_1 f_1 + m_2 f_2 + m_3 f_3 \dots m_k f_k / N = \sum m_i f_i / N$$

ただし  $N = \sum f_i$

すなわち

$$\begin{aligned} \bar{m} &= \sum f_i m_i / N = \sum f_i \{ (m_i - m_0) + m_0 \} / N \\ &= \sum f_i (m_i - m_0) / N + m_0 \end{aligned}$$

$$m_i - m_0 = x_i$$

$$\bar{m} = m_0 + \sum f_i x_i / N$$

となる。上式により平均落高を計算した。標準偏差の場合は、次の式を用いた。すなわち、標準偏差を  $\sigma$  とすると、

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum f_i (m_i - \bar{m})^2}{N}} = \sqrt{\frac{\sum f_i x_i^2}{N} - \bar{x}^2}$$

上式は、一般に用いられているので計算過程は省略する。以上のようにして平均落高および標準偏差を求めた。次に各落錘試験方法を説明する。

#### (i) 5kg 落錘感度試験

試料の調整および設置法は、新 J I S 法と同様にステアケース法で平均落高および標準偏差を求めた。また各落高で 10 回ずつ試験する方法で完爆点と不爆点を求めた。

#### (ii) 2kg 落錘感度試験

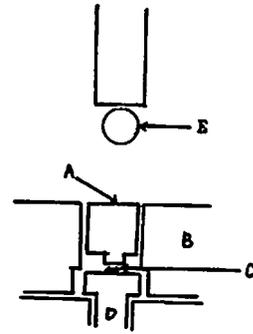
試料を直径 8 mm の錫箔皿に入れ、さらに同径の円形錫箔をのせて軽く押し、Fig. 3 のように設置する。このようにしてステアケース法により、平均落高および標準偏差を求めた。また(i)と同様な試料の調整法で落高と発火率の関係を片面対数グラフにプロットした。

#### (iii) 440g 落球試験

写真 P-1 のような信管点火用雷管の起爆試験装置をもちいた。試料の装入法は、次のようにした。直径 20 mm、厚さ 5 mm の鋼板を焼鈍して硬度を RC 60 にしたものを葉台とし、これに 20 mg の試料をのせ Fig. 3 (a) のような鋼柱をのせ、所定の高さより鋼球を落下させる。

### 3. 実験結果

#### 3.1 合成実験



A. STRIKER B. COVER C. SAMPLE  
D. ANVIL E. STEEL BALL (weight 440g)

Fig. 3 Impact system for 440g ball drop test

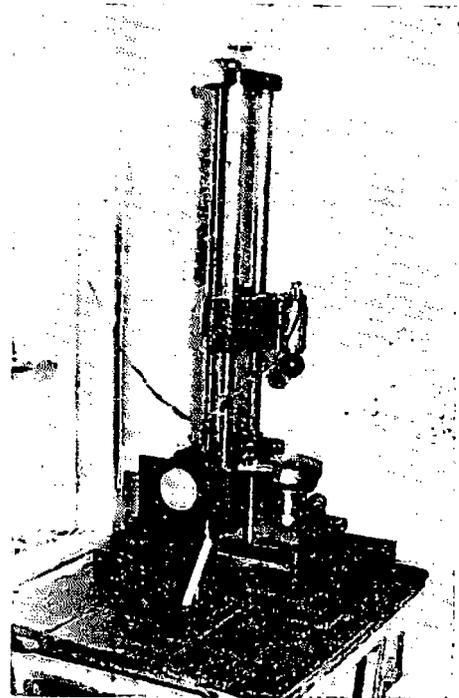


Photo 1 Apparatus for 440g ball drop test

この項では、合成中における結晶生長過程を主眼として述べる。なお実験番号は、2.1 に一致する。

#### 実験-1.

前記の A 液を放置すると、黄色沈殿を生ずるが温度を上げると溶解する。滴下の初期はゲル状になり、これは非常に細い淡黄色微小結晶の集合体であり、時間の経過とともに、淡褐色六面体結晶になった。

(Fig. 4 P-2)

#### 実験-2

滴下時においては、ゲル状物質は出来ず、結晶の生

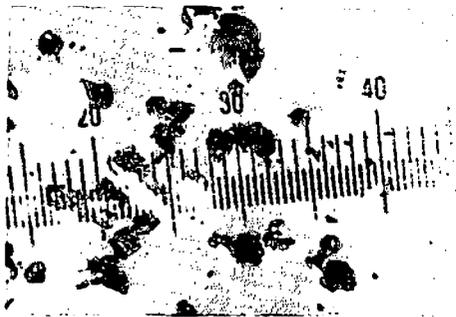


Photo-2

成は非常に遅く、滴下後10分で少量の赤味を帯びた大きい結晶が出来たが、収量は非常に少なかった。

(P-3)

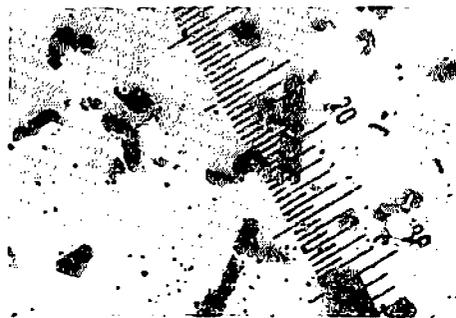


Photo-3

実験-3.

実験-1の場合と同様にゲル状になり淡黄色の粒度の小さい結晶が出来た。収率は非常に良好であった。

(P-4)

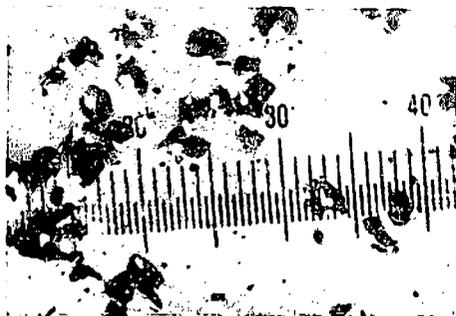


Photo-4

実験-4.

同様に原料を各1モルずつもちいて同じ水量で合成したが、TNRのナトリウム塩が過剰に出来て合成不可能となったため、水量を増して実験した。滴下時はなんらの変化もみられなかったが熟成時は、Fig. 4 の

ような結晶生成過程がみられた。不定形結晶が非常に多く40%位をしめていた。また白沈が出来たがこれについては考察の項で述べることにする。(Fig. 4 P-5)

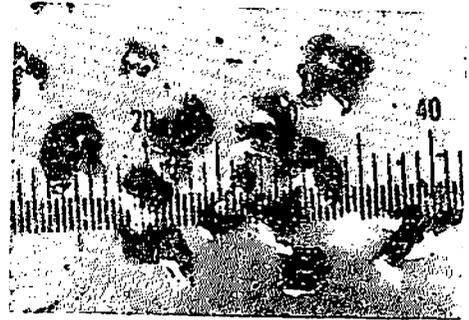


Photo-5

実験-5.

滴下時には、ゲル状物質が出来これが次第に成長し六面体晶結晶になったが、非常に微細な針状結晶が混入した。また実験-4と同じような白沈が共沈した。

(Fig. 4. P-6)

	EXPERIMENT 1	EXPERIMENT 4	EXPERIMENT 5	EXPERIMENT 9
INITIAL STAGE	 small crystals irregular in gel	 snow crystals	 such the same as EXP. 1	 such the same as EXP. 4
AFTER 5 MINUTES	 small hexagonal crystals	 suffer no change	 aggregated needle crystals	 suffer no change
AFTER 30 MINUTES	 hexagonal crystals	 mixture of hexagonal and acicular crystals	 mixture of hexagonal and needle crystals	 mixture of hexagonal and needle crystals

Fig. 4 Formation and growth of crystals of normal/lead styphnate

実験-6.

実験-5 と全く同様な生成過程を経たが、結晶中に若干赤味がかつた泥状物質が存在していた。針状物質が多分に含まれ、これは非常に大きく0.15mm 位の

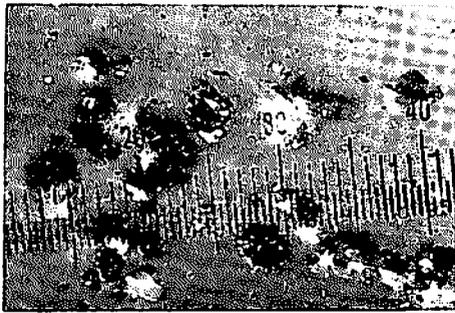


Photo-6

ものもある。実験-5 の場合と同様に白沈が生じた。  
(P-7)

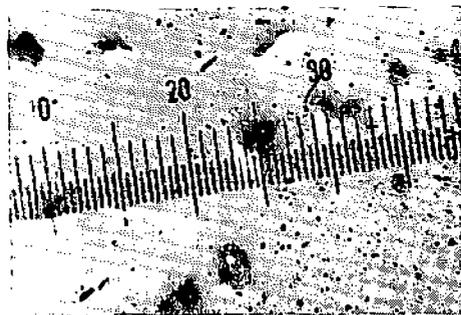


Photo-7

実験-7.  
滴下時は、微小針状結晶の集合になり、ついで針状結晶がやや生長して分離したが、全体的には黄色泥状になった。

実験-8.  
所定の合成時間内に、結晶の生成はみられなかった。

実験-9.  
滴下直後には、Fig.4 のような微細結晶であつたがその一部が若干生長して針状結晶になった。

実験-10  
結晶の生成過程は、実験-1 と同様であつたが、結晶形は写真でみられるように菱形板状で粒度は、均一になった。またわずかながら結晶の集合体もみられた。  
(P-8)

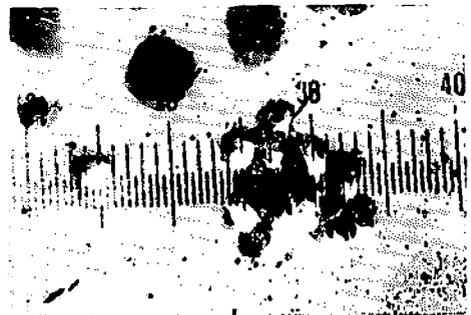


Photo-8

Table 1. Preparation of normal lead styphnate.

	solution A						solution B					grain size		yild (%)	chemical analysis		No. of photograph
	T.N.R.	MO	NC	W	RL	pH	LN	LA	W	pH	pH	max (mm)	min (mm)		pb (%)	N (%)	
experiment -1	15	2.5		335	NA 1.4	4.8	43		128	2.2	3.5	0.14	0.09	85	44.12	8.91	P-2
" -2	15	2.5		335	NA 9.8	3.0	43		128	2.2	1.2	0.25	0.14	20	44.10	8.99	P-3
" -3	15	2.5		335	NA 1.0	6.0	43		128	2.2		0.08	0.04	95	44.15	8.70	P-4
" -4	15		7.5	375	AC 3.5	4.5	21		128	2.3	3.5	0.30	0.15	42	43.54	8.65	P-5
" -5	15		7.5	375	AC 3.5	6.0	21		64	2.2	3.5	0.07	0.05	93	47.46	8.43	P-6
" -6	15		7.5	375	AC 6.0	6.0	21		64	2.2	3.5	0.10	0.05	95	48.24	7.83	P-7
" -7	15		7.5	375	AC 3.7	6.0		16.36	64	5.6							
" -8	15		7.5	375	AC 19.5	4.5		16.36	12.8	5.6							
" -9	15		7.5	375	AC 8.5	5.2		16.36	12.8	5.6							
" -10	15	2.5		335	NA 5.5	4.5		16.36	12.8	5.3		0.10	0.06	83	44.81	7.76	P-8

notes : Materials and abbreviations

T. N. R.....2.4.6 Trinitrorerorcinol

NC.....Sodium Carbonate

RL.....Regulation Liquer

LA.....Nitric Acetate

NA.....Nitric Acid [35%(wt)]

AC.....Acitic Acid [50%(wt)]

MO.....Magnecium Oxide

W.....Water

LN.....Lead Nitrate

pH.....pH of Mixed Solution after Reaction

以上の結果を製法に基づいて一括表示すると、Table-1 になる。

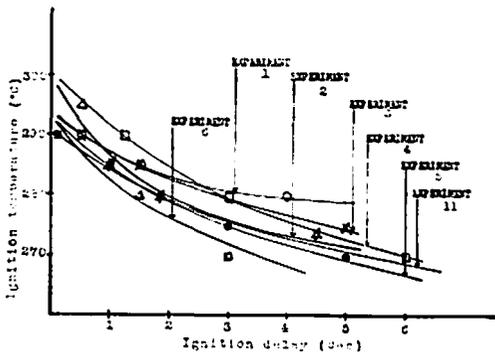


Fig. 5 Ignition curves for various species of normal lead styphnate.

### 3.2. 発火遅れ

発火温度と発火遅れとの関係を Fig. 5 にプロットした。次に  $\tau$  を発火遅れ、 $E$  を活性化エネルギー、 $T$

Table 2 Heat sensitivity of normal lead styphnate

experiment	activation energy (kcal/mol)	Ignition temperature for 5 sec delay (°C)	minimum ignition temperature (°C)	delay for minimum ignition temperature (sec)
-1	108.32	280	280	4.3
-2	85.45	272	271	7.5
-3	74.03	275	273	5.3
-4	68.55	272	260	28.2
-5	62.60	270	253	41.7
-6	57.12	270	250	56.5
-10	96.58	271	265	14.2

を絶対温度、 $B$  を常数として一般に  $\log \tau = E/4.57 \times T + B$  で表わされるので、おのおののトリシネートにつき、 $\log \tau$  と  $1/T$  との関係 (Fig. 6) から活性化エネルギーを算出して Table-2 に示す。

### 3.3 落槌感度

5 kg, 2 kg 落槌感度試験および 440 g 鋼球落球試験の結果を Table-3 に示し、特に 2 kg 落槌感度試験による各試料の落高と発火率の関係を片面対数グラフにプロットした。(Fig. 7)

Table 3 Results of impact sensitivity test

experiment	5 kg hummer test (cm)				2 kg hummer test (cm)				440 g ball test (cm)			
	H	S	O	X	H	S	O	X	H	S	O	X
1-1	8.87	1.020	4	8.35	7.15	4	17.2	11.13	1.2	7.1		
-2	9.28	3.23	3	8.96	0.14	3	17.7	13.2	33.0	5.0		
-3	10.57	6.25	5	9.44	8.20	3	19.3	10.6	35.1	5.0		
-4	8.99	5.19	4	7.01	4.11	4	11.6	8.8	25.4	7.1		
-5	13.02	7.35	4	13.42	7.35	4	16.5	3.3	30.4	7.1		
-6	—	—	50	10.66	2.35	3	11.4	1.5	25.4	5.0		
-10	8.56	8.19	4	8.55	6.16	4	17.0	9.6	30.4	7.1		

NOTES :

H.....mean fall height by calculation

S.....standard deviation

O.....fall height for 100% explosion

X.....fall height for no explosion

### 4. 考察

まずこの研究で合成したトリシネートが、中性塩であるか否かを確認することが必要である。反応機構は TNR, 酸化マグネシウム (または、炭酸ナトリウム) および硝酸鉛が各一モルずつ反応するので次のようになる。

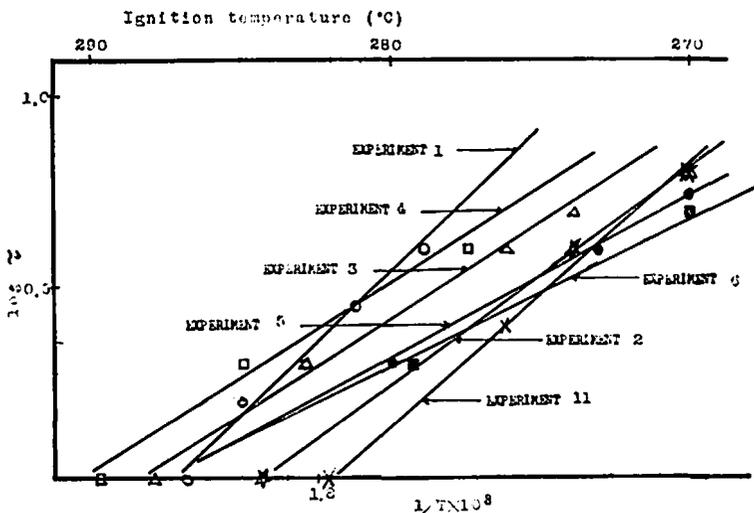


Fig. 6 Logarithmic plot of ignition curves

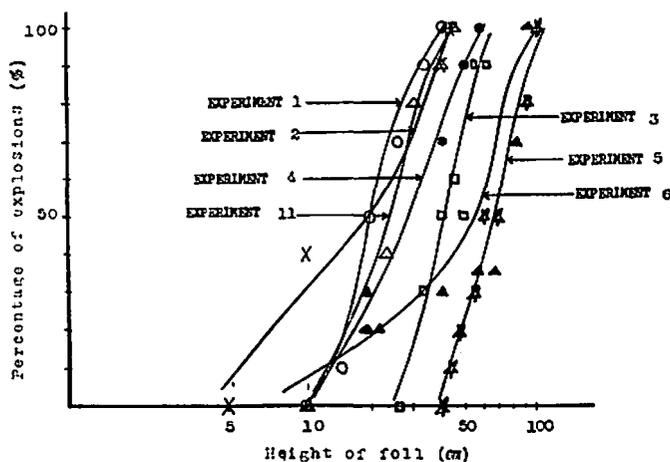


Fig. 7 Impact sensitivity curves for various species of normal lead styphnate.

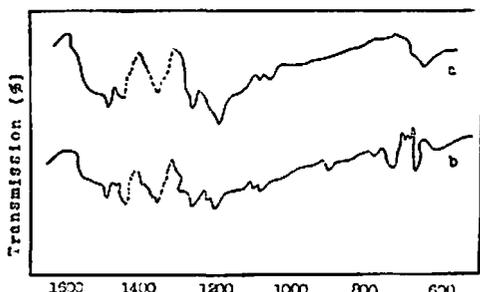
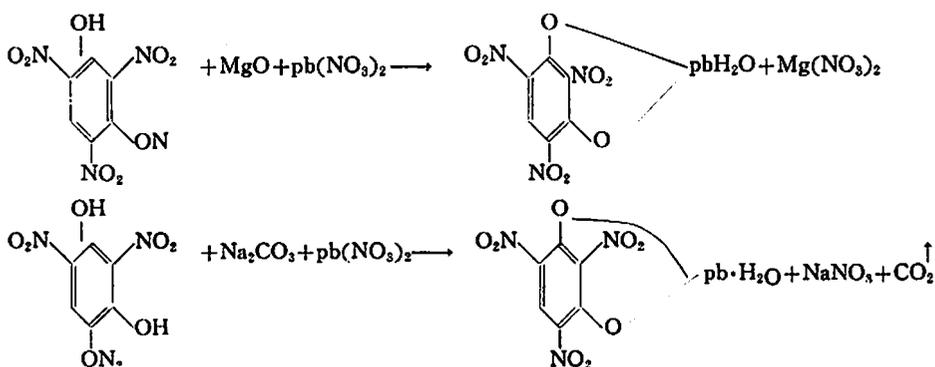


Fig. 8 Infrared spectra of normal lead styphnate  
 a. Lead styphnate prepared by zingaro  
 b. Lead styphnate prepared by experiments 1, 2, 3, 4, 5, 6 and 10.  
 Nujol was used for the solid portion of the curves and fluorolube for the dotted portion.

すなわち、前記の構造式になる。また元素分析の結果からも鉛量は、40-50%の範囲になり、窒素量は8-9%の範囲で、中性塩の各理論値（鉛量、44.24%、窒素量8.97%）とほとんど同値を示している。塩基性塩の理論値は、それぞれ64.98%および5.31%であるから

上記の分析値とは、かなり異なっている。赤外吸収スペクトルによる分析でも、Fig. 8 に示したように、Zingaro<sup>5)</sup> によるチャートと全く一致し、また実験-1の製品についてのみ行なつたX線回折でも Mc. Crone<sup>6)</sup> の解析結果と一致した。そのチャートは Fig. 9 に示す。結晶の外観と色については、六方晶形で赤褐色または黄褐色であり、中性塩に関する多くの文献にみられるものと同様であつた。以上のことから実施した合成法は、中性塩の合成法と断定される。次にマグネシウム法とナトリウム法により合成された結晶について比較すると、後者の方法では、理想的な結晶が得られなかつた。それは従来の文献<sup>15)</sup>等によれば、反応温度が前者の方法より若干高く、75-80°C位で合成しており、また他の条件たとえば、滴下時間、攪拌速度等も相違しているためと考えられる。また反応機構についても、炭酸ナトリウムが反応中に炭酸ガスを発生し、これが pH をたえず変動させるため、結晶の生成に悪影響をおよぼすことになるであろう。ある文献<sup>16)</sup>によれば、スチフニン酸ナトリウム溶液を煮沸して炭酸ガスを除去し合成しているようである。実験-6 では、これと同様におこなつたが、P-7 でみられるように、

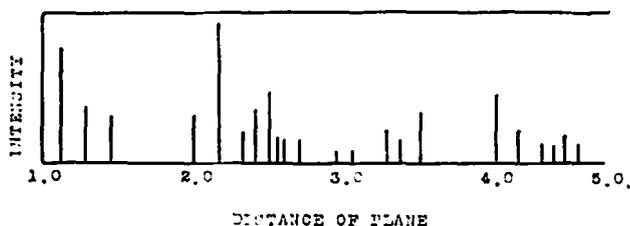


Fig. 9 X-Ray diffraction of normal lead styphnate prepared by EXPERIMENT I.

針状結晶および無定形結晶が多く好結果が得られなかった。この pH の変動により、白色泥状物質が生成したと推定されるが、他方一般に  $Pb^{++}$  に炭酸ナトリウムが作用すると、塩基性炭酸鉛・ $NpCO_3 \cdot Pb(OH)_2$ <sup>17)</sup> が出来るとされている。この反応においても、スチフィン酸ナトリウム溶液中に残存している炭酸ナトリウムが、硝酸鉛と反応して塩基性炭酸鉛が出来たと考えられる。また本実験で酢酸鉛を使用して合成した方法は、炭酸鉛を製造する際に酢酸鉛に炭酸ガスを作用させることを考えると、トリシネートを合成するに十分な条件が備わっていないと推定される。以上の諸原因により、ナトリウム法では良好な結晶は得られなかった。マグネシウム法においては、上記のような現象は起こらない。元素分析値から検討すると、ナトリウム法によるものは、マグネシウム法によるものより、鉛分が多く窒素分が少ない傾向がみられた。それは前述した諸原因により TNR が一部分解し、窒素分が減少したため鉛分の増加となつてあらわれたものと思われる。Table—2 の発火遅れに関する値を検討すると、マグネシウム法による結晶は、ナトリウム法によるそれより発火点および活性化エネルギーが大きい。この理由は、前者では、結晶密度が大きく、かつ不純物が混入していないためと考えられる。しかし低い温度では、不活性になる傾向がある。落穂感度においては、マグネシウム法とナトリウム法により合成された結晶間にほとんど差異はなかったが、粒度の不揃いなものほど、“ばらつき”が大きい傾向のあることが判明した。

### 5. 総括

マグネシウム法および炭酸ナトリウム法において、pH4.5~5.0 の合成条件を中心にして、次のような同一傾向がある。

- (1) 色 — 酸性になると赤褐色になり、アルカリ性になると黄褐色になる。
- (2) 粒度 — 酸性になると大きくなり、アルカリ

性になると小さくなる。

- (3) 収量 — 酸性になると減少し、アルカリ性になると増加する。

### (4) 結晶生成過程 —

酸性になるとゲル状物質が出来ないで単結晶が漸次生成し、アルカリ性になると、まずゲル状物質が出来、次いでこれが消失した後、細かい単結晶が分離してくる。

しかし、最近 pH はマグネシウム法およびナトリウム法においてはやや異なり、それぞれ 4.5 および 6.0 である。なお後者の方法では、不純物が共存した。

両法による結晶を、赤外スペクトルで分析したが、ほとんど同一チャートが得られ相違は見られなかった。発火遅れのデータからは、それぞれの結晶構造の相違による影響が出ていると考えられる。すなわち結晶が板状のものは、六方晶形のものにくらべ低い発火温度を示す。両法について結晶感度の差異は判断出来なかった。しかし両法による結晶を通じ、粒度の小さいものは、鈍感になるが、不均一なものは、非常にばらつき、これが爆粉等に用いられた場合、事故の原因となりうると考えられる。

以上述べた合成法は、現在当社で採用しているマグネシウム法の条件を基礎にしているため、生成したトリシネートの性状に関しては、他の研究報告と相違する点が種々あると思われる。

終りに、本論文をまとめるに当たつて、防衛大学教授岡崎一正氏から多大の御指導を頂いたことを銘記し、厚く御礼申し上げる次第であります。

### 文 献

- 1) Edmund Herz : USP 1, 443, 328 (1919)
- 2) Willi Brun : USP 2, 137, 234 (1935)
- 3) Frederick M., Garfield : U. S. P 2, 295, 104 (1942)
- 4) T. Urbanski : Chemistry and Technology of Explosives 3, 213
- 5) P. A. Zingaro : J. Am. Chem. Soc, 76 816 (1954)
- 6) W. C. McCrone and O. W. Adams : Anal. Chem. 27 2014 (1955)
- 7) 山本一元 : 工化誌 25 330 (1964)
- 8) F. C. Tompkins and D. A. Young : J. Chem. Soc, 3331 (1956)
- 9) Julius M. Komarmy : U. S. P. 3, 041, 361 (1962)
- 10) Hans. Jauson : U. S. P. 2, 020, 665 (1935)

- 11) MIL-L-757 A (1967)
- 12) A. R. Ubbelohde : Phil. Trans. Roy. So., (London)
- 13) N. R. S. Hollis, N. R. Legge and J. L. Morrison : Can. J. Chem., 31. 746 (1953)
- 14) E. K. Rideal and A. J. B. Robertson ; Proc. Roy. Soc. (London) A195, 135 (1948)
- 15) Military Explosives p. 107
- 16) 工業火薬協会編：工業火薬ハンドブック（共立出版）1967, p. 110
- 17) 越山季一：無機化学要説（内田老鶴園新社）1966 p. 206

## Lead Salt of 2, 4, 6-Trinitroresorcinol (Normal)

by Y. Ishiwata

In general lead styphnate has been prepared by the method, such as (1) by adding lead nitrate to a solution containing trinitroresorcinol and sodium carbonate or (2) by using magnesium oxide instead of sodium carbonate. In this study, normal lead styphnate was prepared by each of the above-mentioned two methods under the same conditions except pH in the solution containing the salt of trinitroresorcinol.

After it was made certain that the lead styphnate prepared was normal salt through analysis of crystals, the heat and impact sensitivities were examined.

The results of this study are as follows:

In synthesising, the higher the pH of a solution goes up more than 4.5, the more reddish the color of the crystals becomes, the larger the size grows and the more the yield increases. On the contrary, the pH of a solution goes down below 4.5, the more yellowish the color of the crystals becomes, but other natures are opposite to the above mentioned.

As for the heat sensitivities, ignition points and the activation energy of the crystals prepared by the method (1) are higher than those of crystals by the method (2).

As the results of the drop hammer test (impact test), there is almost no difference between the sensitivities of both crystals prepared by method (1) and (2). But the smaller the crystal is, the less sensitive it becomes, and the less uniform the crystal-size is, the more irregular the sensitivity becomes.

(Totsuka Plant, Showa Kaseihin Co., Ltd., Yokohama, Japan)