

Główna Wirtualna biblioteka Forum BHP FAQ Chemia **Pirotechnika** Art. Użytkowników Kontakt

Polecamy



Domowe laboratorium naukowe. Zrób to sam
Windell Oskay (Author), Raymond Barrett (Contributor)

Cena: 44.90 zł

[dodaj do koszyka](#)
[zobacz opis](#)

niedziela, 04 grudnia 2011 02:02

Diazodinitrofenol

wielkość czcionki

[Wydruku](#)

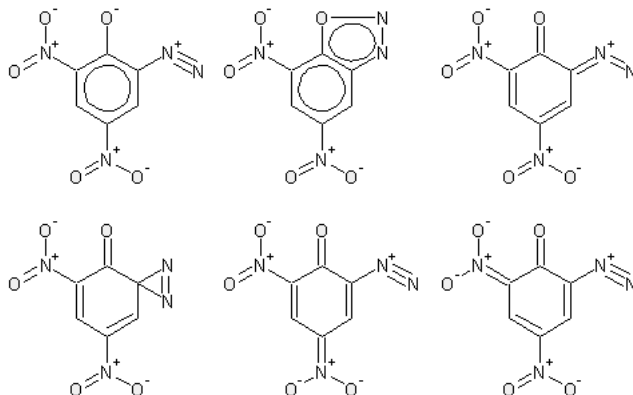
Oceń ten artykuł

(0 głosów)

Diazodinitrofenol, zwany również dinitrodiazo fenol, Dinol, DDNP lub dinitrobenzenodiazotlenek, jest materiałem wybuchowym inicjującym. Jest to pierwszy otrzymany związek diazowy a także jedyna sól diazoniowa znajdująca zastosowanie w pirotechnice. Otrzymał go Griess w 1858 roku i nieco zmodyfikowaną metodę użytą przez niego stosuje się do dziś. DDNP otrzymuje się przez diazowanie kwasu pikraminowego otrzymanego z kwasu pikrynowego przez redukcję siarczkiem sodu. DDNP nie rozkłada się pod wpływem stężonych kwasów, natomiast bardzo łatwo rozkłada się pod wpływem zasad, nawet 0,5% roztworu wodorotlenku sodu. Taki roztwór można użyć do czyszczenia naczyń po pracy z diazodinitrofenolem i niszczenia jego resztek. DDNP dobrze w stężonym HCl, acetonie, lodowatym kwasie octowym, nitrobenzenie, anilinie, pirydynie, nitroglicerynie i EGDN, średnio w metanolu, etanolu, octanie etylu, słabo w benzynie i chloroformie, prawie nie rozpuszcza się w wodzie. DDNP jest bardziej trwały niż piorunianu rtęci, ale mniej niż azydek ołowiu. Moc pobudzająca diazodinitrofenolu jest zbliżona do azydku ołowiu, przykładowo do odpalenia kwasu pikrynowego potrzebne jest 0,115 g DDNP (równoważne 0,12 g azydku ołowiu). Jak na MWI DDNP ma wyjątkowe parametry. Ma dużą objętość wytwarzanych gazów - 876 l/kg. Nie ulega zaprasowaniu "na martwo" nawet pod niebotycznymi ciśnieniami rzędu 9000 atmosfer. Wynik próby Trauzla w przy użyciu 1 g substancji to 25 cm³ (dla porównania azydek ołowiu 7 cm³, piorunian rtęci 8 cm³). Sprasowany detę prędkością 6000 m/s przy gęstości 1,5 g/cm³. Dla DDNP zależność rozmiar kryształów - wrażliwość jest odwrotna niż w przypadku większości MWI tzn. im większe kryształy tym mniejsza wrażliwość.

Mimo dużej gęstości kryształówrównnej 1,63 g/cm³ Przy zastosowaniu standardowych warunków diazowania otrzymuje się amorficzny i w zasadzie bezużyteczny do celów pirotechniczny brązowy produkt o gęstości usypowej 0,27 g/cm³. Dzięki zastosowaniu diazowania w temperaturze podwyższonej (ok. 35°C) i bardzo powolnym prowadzeniu reakcji można uzyskać krystaliczny o gęstości usypowej 0,86 g/cm³.

Poz względem chemicznym DDNP jest bardzo ciekawym związkiem. Formalnie jest to wewnętrzna sól diazoniowa (2,4-dinitrofenolan 6-diazoniowy). Jednak ze względu na większą przeważa równoważna struktura w której występują dwa pierścienie aromatyczne. DDNP ma intensywną barwę z powodu udziału struktur rezonansowych zawierających pierścienie pi chinoidowe. Poniżej przedstawiono niektóre struktury rezonansowe DDNP:



Synteza soli sodowej kwasu pikraminowego

Odczynniki

- Kwas pikrynowy $C_6H_3N_3O_7$
- Siarczek sodu $Na_2S \cdot 9 H_2O$
- Wodorotlenek sodu NaOH
- Chlorek sodu NaCl

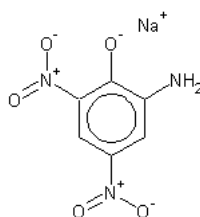
Skąd to wziąć?

Niestety żaden z tych odczynników oprócz soli nie jest dostępny w sklepach spożywczych, budowlanych itp. a nawet jeśli to jest bardzo zanieczyszczony. NaOH w postaci "Kreta" również nie polecam używać. Najlepszym źródłem jest sprzedaż wysyłkowa lub kupno w sklepach chemicznych. Kwas pikrynowy trzeba przygotować według [przepisu w tym artykule](#), a jeśli kupionego roztworu kwasu pikrynowego to najpierw należy odparować go niemal do sucha lub wziąć odpowiednio przeliczoną ilość roztworu. Jeśli nie mamy siarczku sodu, to można przygotować potrzebny roztwór z siarkowodoru (o czym dalej)

Sprzęt

- Wkrapacz
- Zlewka
- Mieszadło magnetyczne lub mechaniczne (można ewentualnie użyć pompki akwarystycznej jako mieszadła - wdmuchuje się nią powietrze do roztworu)
- Duże naczynie na łaźnię chłodzącą
- Termometr
- Ew. sprzęt do otrzymywania siarkowodoru

Pierwszy etap syntezy to otrzymanie soli sodowej kwasu pikraminowego. Jest to 2-amino-4,6-dinitrofenolan sodu:



Pikraminian sodu otrzymamy poprzez redukcję kwasu pikrynowego za pomocą siarczku sodu. Na początek należy przygotować roztwór pikrynianu sodu w wodzie. W tym celu rozpuścić kwas pikrynowy oraz 7,5 g (około 5,4 ml) 35% roztworu wodorotlenku sodu w 450 ml wody destylowanej. Alternatywnie możemy rozpuścić najpierw 2,6 g wodorotlenku sodu w 450 ml wody, następnie dodać 7,5 g kwasu pikrynowego. Teraz dodajemy za pomocą wkrapacza roztwór 30 g siarczku sodu (w postaci uwodnionej) w 75 ml wody, który nie powinien zawierać stałych jeśli je zawiera, to sączyemy roztwór przez tkaninę, sączek, filtr do kawy lub watę. Teraz zaczynamy właściwą reakcję: należy dodawać kroplami z wkrapacza roztwór 150 g siarczku sodu wody (ew. porcjami ze zlewki, ale trzeba mieć wycucie) i równoległe porcjami dosypywać 95,5 g sproszkowanego kwasu pikrynowego. Dodajemy reagenty równocześnie w takim temp. wewnątrz zlewki była równa około 55°C. Nie powinna ona przekroczyć 65°C. Przez cały czas dodawania reagentów należy intensywnie mieszać! Najlepiej skonstruować jakieś mieszadło. Reakcję prowadzi się szybciej jeśli zlewka w której prowadzimy reakcję stoi w misce z zimną wodą. Regulujemy temperaturę dodając ciepłej lub zimnej wody do miski. Jak mieszanina się przegrzeje, wrzucamy do zlewki potłuczony lód. Po dodaniu wszystkiego zdejmujemy zlewkę z łaźni i mieszamy jeszcze 10 minut. Zostawiamy zlewkę z zawartością do następnego dnia. Nazajutrz odsączamy osad wytrącony na dnie zlewki, przemywamy go 75 ml roztworu soli kuchennej, a potem 20 ml zimnej wody. Produkt powinien mieć jasnożółty kolor. Otrzymuje 80 g mokrej soli sodowej kwasu pikraminowego. Najlepiej przechowywać ją w tej postaci, gdyż unika się pylenia.

Jeśli nie mamy siarczku sodu, to możemy go przygotować w taki sposób: odmierzoną objętość (jaką nam pasuje) stężonego roztworu NaOH (50%) nasycamy siarkowodem z aparatu aparatu opisanego w artykule o gazach. Następnie do otrzymanego roztworu dodajemy tyle samo 50% roztworu NaOH, ile nasycaliśmy przedtem. Wstawiamy zlewkę z roztworem do lodu, gdzie krystalizuje siarczek sodu. Odsączamy go i używamy do dalszych syntez. Roztwory potrzebne do syntezy można też przygotować bezpośrednio. Pierwszy roztwór przygotowujemy z 6,6 ml 50% roztworu NaOH siarkowodem, dolewając kolejne 6,6 ml takiego samego roztworu NaOH i rozcieńczając 80,8 ml wody. Objętości roztworu do nasycenia są małe, dlatego przeprowadzamy w probówce bądź bierzemy kilkukrotne ilości substancji a następnie bierzemy tylko część otrzymanego roztworu. Drugi potrzebny roztwór siarczku sodu otrzymujemy nasyceniem 32,8 ml 50% roztworu NaOH siarkowodem, dołanie kolejnych 32,8 ml 50% roztworu NaOH i rozcieńczenie 328,8 ml wody. Wszelkie prace z siarkkiem sodu i jego roztworami się prowadzić pod wyciągiem.

Gotowa sól sodowa kwasu pikraminowego wygląda tak:

Pył pikraminianu sodu jest bardzo silnym barwnikiem. Unikaj pylenia - inaczej wszystko dookoła będzie żółte! Otrzymanej soli nie trzeba przeprowadzać w wolny kwas - używamy jej bez potrzeby syntezy DDNP.

Synteza diazodinitrofenolu

Odczynniki

- Pikraminian sodu (otrzymany uprzednio) $C_6H_4N_3O_5Na$
- Azotyn sodu $NaNO_2$
- Kwas solny HCl

Skąd to wziąć?

Pikraminian sodu należy zrobić wg poprzedniego przepisu. Pozostałe odczynniki trzeba kupić w sklepie chemicznym lub wysyłkowo, najlepiej w czystości czy a nie technicznej. Nie pomylić sodu z azotanem ($NaNO_3$) - użycie azotanu sodu spowoduje że nie otrzymasz DDNP.

Sprzęt

- Mieszadło magnetyczne lub mechaniczne (ew. pompa akwarystyczna)
- Wkraplacz (absolutnie konieczny!)
- Duże naczynie
- Zlewka 800 ml lub 1 l
- Termometr

Mając już gotowy pikraminian sodu, możemy przystąpić do otrzymywania DDNP. Odważamy 25 g suchej soli lub równoważną ilość mokrej. Można założyć że mokra sól ma zawartość woc 10%. Ustawiamy zlewkę w misce z wodą tak aby była stabilna. Montujemy wkraplacz w statywie lub innym "urządzeniu trzymającym", wlewamy do niego 150 ml 5,5% kwasu solnego (ot go rocieńczając 20 ml stężonego (36%) kwasu solnego 130 ml wody). Włączamy mieszadło, czekamy do uzyskania dokładnie jednorodnej zawiesiny. Następnie dolewamy do niej ro: azotynu sodu w 50 ml wody. Dodajemy do miski pod zlewką nieco gorącej wody, tak by temperatura cieczy w zlewce była równa około 30°C. Zaczynamy wkraplać roztwór kwasu solnego - roztwór powinien kapać z szybkością 1 kropli na 4 sekundy. Jest to kluczowe dla otrzymania odpowiedniego produktu. Równie ważna jest temperatura - powinna ona być utrzymy poziomie 25-45°C. Robimy to dodając zimnej lub gorącej wody do miski, przy czym dodawanie zimnej wody jest najczęściej konieczne tylko gdy dodamy za dużo gorącej. Reakcja bc jest w stanie przy tym tempie wkraplania dostarczyć odpowiedniej ilości ciepła aby ogrzać zawartość zlewki do takiej temperatury.

Gdy dodamy już całość kwasu, sprawdzamy zakończenie reakcji - jeśli dobiegła końca to próbka pobrana ze zlewki da niebieskie zabarwienie papierka jodaskrobiowego. Jeśli go nie mam samą funkcję spełni dodanie kropli mieszainy ze zlewki do roztworu zawierającego ok. 1% jodku potasu i ok. 0,1% skrobi. Nadmiar kwasu azotawego ulatniający się ze zlewki możemy w zapachu. Po uzyskaniu pozytywnej próby na zakończenie reakcji mieszmay jeszcze 5 minut, po czym wyłączamy mieszadło i odstawiamy do opadnięcia osadu DDNP. Zlewamy ciecz znę dolewamy do zlewki destylowanej wody i z powrotem rozprowadzamy DDNP do uzyskania zawiesiny. Ponownie odstawiamy ciecz do zdekantowania, zlewamy zimną wodę, nalewamy! porcji demineralizowanej wody, po czym odsączamy DDNP. Otrzymujemy go około 20 g. Tak otrzymany DDNP ma postać drobnych kryształków o gęstości usypowej około 0,63 g/c doskonale się zsypują, o kolorze czarnym lub ciemnobrunatnym. Po pokruszeniu kryształki mają kolor czerwono- lub żółtobrazowy.

Szybkość wkraplania HCl oraz temperatura jest bardzo ważna dla uzyskania produktu odpowiedniej jakości. Poprzez diazoniowanie szybsze, prowadzone w temp. ok. 5°C, otrzy amorficzny produkt o gęstości tylko 0,27 g/cm³ i znacznie gorszym własnościach pobudzających.

Bezpieczeństwo

DDNP jak każdy materiał wybuchowy inicjujący jest bardzo niebezpieczny - obchodź się z nim wyjątkowo ostrożnie. Kwas solny i wodorotlenek sodu są żrące, natomiast azotyn sod Uważaj, aby nie zakwasić roztworu siarczku sodu - spowoduje to wydzielanie silnie trującego siarkowodoru.

Użytkowanie

DDNP można używać jako pierwsze ogniwo splonki detonującej. Najlepiej sprawuje się w splonkach w połączeniu z PETN. DDNP należy silnie zaprasować do splonki, gdy wtedy bę lepsze parametry.

Poniżej zdjęcia związane z DDNP. Po najechaniu na obrazek pojawi się jego opis. Kliknij aby powiększyć zdjęcia.

Specjalne podziękowania dla BLASTERa za udostępnienie zdjęć i opracowanie syntezy.

Special thanks for BLASTER for contributing the photos and providing synthetis procedure.

Artyku

Źródła:

- Urbański T.: Chemia i technologia materiałów wybuchowych, tom III. Wydawnictwo Ministerstwa Obrony Narodowej, Warszawa 1955
- Cetner P. W.: Preparatyka materiałów wybuchowych, Wydział Wydawniczy WAT, Warszawa 1986

Czytany **11932** razy

Ostatnio zmieniany wtorek, 13 grudnia 20

Tweetnij

Opublikowano w **Inicjujące**

Inne przedmioty Użytkownika

- **Nowy artykuł**
- **Nitroguanidyna**
- **Nowe książki w bibliotece!**
- **Wirtualna Biblioteka na VmC**
- **Nowy artykuł i zmiany na forum**

Więcej w tej kategorii: **« HMTD** **CTAP »**

Zaloguj się, by skomentować

powrć

