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 01:23

Keto-RDX

wielkość czcionki Wydruku

Oceń ten artykuł

(1 głos)

Keto-RDX (keto-heksogen, K6, 1,3,5-trinitro-2-oxo-1,3,5-triazacyclohexan, $C_3H_6N_6O_7$) Jest najmocniejszym materiałem wybuchowym z por materiałów nitromocznikowych.

_Jest białą krystaliczną substancją o temperaturze topnienia 180-181 °C i gęstości 1,93 g/cm³. Temperatura wyfuknięcia dla K6 wynosi 181 °C, a _detonacji przy wymienionej wcześniej gęstości wynosi V₀=8814 m/s.

Ma lekko ujemy bilans tlenowy wynoszący B= 6,78, a jego wrażliwość równa jest 48 cm, przy uderzeniu ciężarem o masie 2 kg (50% wybuchów). detonacji keto-RDX wynosi p=379,8 kbar (37,98 Mpa), a wydzielona energia równa E=1340 kcal/kg (5614,6 kJ/kg). Rozkłada się w procesie detonacji wg równania (teoretycznie):

$$C_3H_6N_6O_7 \rightarrow CO_2 + 2CO + 3H_2O + 3N_2$$

Otrzymywanie:

K6 można otrzymywać dwiema metodami, które poniżej opiszę. Jedna z nich opiera się na kondensacji mocznika, formaldehydu i *tert*-butyloaminy oraz końcowym donitrowaniu do p trinitrowej, druga natomiast na nitrowaniu mocznika do *N,N'*-dinitropochodnej oraz kwaśnej hydrolizy urotropiny i następczej kondensacji obydwu produktów do K6.

Metoda 1:

$$H_2N$$
 NH_2
 H
 NH_2
 $NH_$

Odczynniki:

- mocznik
- formaldehyd 37%
- · tert-butyloamina
- aceton
- kwas azotowy(V) 90%
- · bezwodnik octowy
- octan etylu
- woda

Sprzęt:

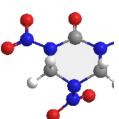
- kolba trójszyjna 2 dm³
- termometr
- · chłodnica zwrotna
- wkraplacz 1dm³
- · mieszadło magnetyczne
- · łaźnia olejowa
- łaźnia lodowa

Etap 1: - synteza 1,5-dinitro-2-oxo-3-(tert-butylo)-1,3,5-triazacyclohexanu (TBT)

W kolbie okrągłodennej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, termometr i wkraplacz zamocowanej na mieszadle magnetycznym w łaźni olejowej (52±2 ° C), umieszcza się 300 g (5 mol) mocznika i 770 ml (10 mol) roztworu formaldehydu. Rozpoczynamy mieszanie, gdy mieszanina osiągnie wymaganą temperaturę rozpoczynamy dodawanie *tert*-butyloaminy (530 ml, 5 mol), w czasie 5 min.

Po wkropleniu całej aminy kontynuujemy mieszanie przez 8h. Po tym czasie powinien pojawiać się w mieszaninie reakcyjnej osad. Mieszanie kontynuujemy kolejne 2-3h po czym wychładzamy do temperatury pokojowej i mieszamy jeszcze godzinę.

Odsączamy powstały osad o przemywamy acetonem do całkowitego usunięcia nie przereagowanego mocznika i suszymy na powietrzu. Otrzymujemy 420 g (53% wydajności teoretycznej) produktu o temperaturze topnienia 198 °C.



Etap 2: - nitrowanie 1,5-dinitro-2-oxo-3-(tert-butylo)-1,3,5-triazacyclohexanu (TBT) do 1,3,5-trinitro-2-oxo-1,3,5-triazacyclohexanu (K6)

W kolbie kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i termometr zamocowanej w łaźni lodowej na mieszadle magnetycznym, umieszczamy 696 ml (14,9 mol) 90% kwasu azotowego i rozpo mieszanie. Gdy mieszaninę wychłodzimy do temperatury ok. 5 °C powoli, małymi porcjami rozpoczynamy dodawanie wcześniej otrzymanego TBT (106,8 g, 0,68 mol) w czasie 1h temperatura nie wzrosła powyżej 10 °C.

Po tym czasie doprowadzamy mieszaninę do temperatury 3 °C i powoli, małymi porcjami rozpoczynamy dodawanie 696 ml (7,36 mol) bezwodnika octowego, w czasie 3h tak aby po dodawania temperatura wynosiła 10-16 °C (produkt zacznie się wytrącać przed dodaniem całej porcji bezwodnika). Po dodaniu całego bezwodnika utrzymujemy temperaturę 16 °C i konty mieszanie przez całą noc.

Po tym czasie całość mieszaniny wylewamy do kolby (5 dm³) zawierającej mieszaninę wody z pokruszonym lodem. Wytrącony osad odsączamy i przemywamy tak długo wodą, aż u całkowicie pozostałości kwasu i bezwodnika i suszymy. Otrzymujemy surowy keto-RDX, o temperaturze topnienia 177-179 °C.

Oczyszczanie K6 prowadzimy przez krystalizację z octanu etylu, otrzymując produkt o temperaturze topnienia 181-182 °C z całkowitą wydajnością ok. 20%.

Odczynniki:

- urotropina (heksamina)
- kwas polifosforowy
- kwas azotowy(V) stęż.
- tlenek fosforu(V)

- kwas siarkowy(VI) steż.
- mocznik
- · octan etylu
- woda

Sprzet:

- · kolba trójszyjna
- termometr
- chłodnica zwrotna
- wkraplacz
- · mieszadło magnetyczne
- łaźnia lodowa

Etap 1: - hydroliza urotropiny

W kolbie kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i termometr umieszczamy 17,5 ml kwasu polifosforowego, 5 ml kwasu azotowego i 5,9 g tlenku fosforu. Kolbę umieszczamy na n magnetycznym w łaźni wodno lodowej i wychładzamy mieszaninę do 10 °C. następnie zaczynamy dodawać porcjami urotropinę (7 g) w czasie 10 min. tak aby utrzymywać temperatur samym poziomie.

Po dodaniu całej urotropiny, kontynuujemy mieszanie w temperaturze 15 °C przez 20 min. Mieszaninę odstawiamy do późniejszego użycia.

Etap 2: - nitrowanie mocznika do N,N'-dinitromocznika

W kolbie kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, termometr i wkraplacz, zamocowanej na mieszadle magnetycznym w łaźni lodowej umieszczamy 22 ml stęż. kwasu siarkow wychładzamy do temperatury 10 °C. Mieszając dodajemy małymi porcjami 8 g mocznika; temperatura wzrośnie do ok. 25 °C

Po wychłodzeniu całości do ok. 0 °C rozpoczynamy wkraplanie kwasu azotowego (9 ml) w czasie 20 min. Pod koniec dodawania temperatura wzrośnie do ok. 10 °C i w tej tem| kontynuujemy mieszanie przez ok. 40-50min.

Po tym czasie dodajemy jeszcze 29 ml kwasu azotowego i 9,8 g tlenku fosforu w temperaturze 20 °C. Mieszaninę odstawiamy do późniejszego użycia.

Etap 3: - kondensacja N,N'-dinitromocznika z produktem hydrolizy urotropiny

W kolbie kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, termometr i wkraplacz, zamocowanej na mieszadle magnetycznym w łaźni lodowej umieszczamy mieszaninę otrzymaną w et wychładzamy ją do temperatury 10 °C. Następnie cały czas mieszając, z wkraplacza powoli wkraplamy mieszaninę otrzymaną w etapie 2 przez okres 20 min. Po dodaniu całości po temperaturę do 20 °C i kontynuujemy mieszanie przez 20-30 min.

Po tym czasie mieszaninę wychładzamy i dodajemy do niej pokruszony lód. Wytrącony osad odsączamy i przemywamy wodą, aż do całkowitego usunięcia pozostałości kwasów i suszymy

Oczyszczanie K6 prowadzimy przez krystalizację z octanu etylu, otrzymując produkt o temperaturze topnienia 181-182 °C z całkowitą wydajnością 42-68% (w zależności od do wykonania).

Artyku

Źródła:

N.Sikder, N.R.Bulakh, A.K.Sikder, D.B.Sarwade; Journal of Hazardous Materials; A96 (2003) 109-119

http://pxd.czechian.net/pxd.php?id=ordx

Czytany 5712 razy

Ostatnio zmieniany czwartek, 15 grudnia 20

Tweetnij

Opublikowano w Kruszące

Inne przedmioty Użytkownika

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

Więcej w tej kategorii: « Kwas pikrynowy

Zaloguj się, by skomentować

<u>powrć</u>

IPN (azotan izopropylu) »