

ADNB. Octan 4-Azido-4,4-dintro-1-butylu, 4-Azido-4,4-dintro-1-butyl acetate.

Zastosowanie: Wykazuje niezwykle właściwości w dynamitach wolnych od nitrogliceryny oraz jako zamiennik nitrogliceryny lub dinitratu glikolu propylenowego w wojskowych prochach bezdymnych.

Masa cząsteczkowa: 233.14	Palność: Detonuje podpalony
Prędkość detonacji: Nie przebadana	Toksyczność: Umiarkowana
Wrażliwość: Umiarkowana	Typ: Materiał wybuchowy kruszący
Stabilność: Dobra	Wartość ogólna (jako MWK): Wysoka

Przygotowanie ADNB:

Materiały:	1. 78.4 gramów 4,4-DNB
	2. 200 ml chlorku metylenu 3. 130 gramów bezwodnego siarczanu magnezu 4. 120 ml roztworu azydki sodu 30% 5. 4 gramów wodorotlenku sodu 6. 210 ml chlorku metylenu 7. 46 ml chlorku acetylu 8. 30 ml octanu etylu 9. 270 ml heksanu

Streszczenie: ADNB przygotowuje się w dwuetapowym procesie rozpoczynającym się od acetylacji 4,4-DNB. 4,4-DNB poddaje się działaniu chlorku acetylu w roztworze chlorku metylenu, a otrzymaną mieszaninę poddaje się działaniu lodowatej wody. Dolną warstwę chlorku metylenu usuwa się, suszy nad siarczanem magnezu, a następnie odparowuje, otrzymując półprodukt, octan 4,4-dintro-1-butylu. Ten octan umieszcza się następnie w komorze H oraz dodaje się azydki sodu i wodorotlenek sodu do komory anodowej. Aparat jest następnie poddawany elektrolizie przez kilka godzin. Po czym odzyskuje się zawartość anody, ekstrahuje chlorkiem metylenu, a następnie acetyluje się chlorkiem acetylu w chlorku metylenu. Otrzymana mieszanina jest następnie przepuszczana przez kolumnę z żelalem krzemionkowym w celu oczyszczenia. Produkt jest następnie odzyskiwany przez odparowanie rozpuszczalników.

Zagrożenia: Nie przechowywać 30% roztworu azydki sodu przez dłuższy czas. Zgasić wszystkie płomienie przed użyciem octanu etylu i heksanu oraz unikać

wdychania oparów. Nosić rękawice podczas pracy z chlorkiem acetylu, który jest żrący, i unikać wdychania oparów.

Procedura:

Etap 1: Przygotowanie octanu 4,4-dintro-1-butylu

Umieść 78,4 gramów 4,4-DNB w zlewce, a następnie dodaj 200 mililitrów chlorku metylenu. Wymieszaj mieszaninę, aby upewnić się, że 4,4-DNB rozpuści się. Po sporządzeniu roztworu dodawaj stopniowo 44 mililitry chlorku acetylu przez okres 180 minut jednocześnie mieszając roztwór 4,4-DNB w temperaturze pokojowej. Po dodaniu, wlej 400 mililitrów lodowatej wody, jednocześnie mieszając. Następnie usuń dolną warstwę chlorku metylenu, a potem dodaj 100 gramów bezwodnego siarczanu magnezu, mieszając. Po czym odfiltruj siarczan magnezu, a następnie umieść mieszaninę chlorku metylenu w wyparce obrotowej i odparowuj chlorek metylenu pod próżnią, aż w kolbie odbieralnika nie będzie się już zbierał chlorek metylenu. Jeżeli wyparka obrotowa jest niedostępna, umieść mieszaninę w aparacie destylacyjnym i ostrożnie oddestyluj chlorek metylenu aż do momentu, gdy chlorek metylenu nie będzie już gromadził się w kolbie odbieralnika. Następnie usuń jasnożółty olej i zachowaj do etapu 2. Wynikiem będzie około 85,4 g jasnożółtego oleju.

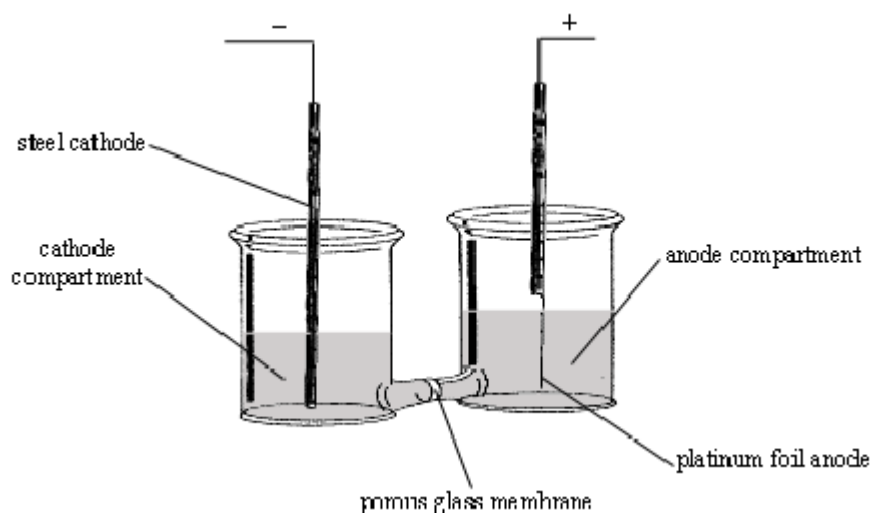
Etap 2: Przygotowanie ADNB

Zmontuj ogniwo elektrochemiczne jak pokazano poniżej. Następnie dodaj 20,4 grama octanu 4,4-dintro-1-butylu (przygotowanego w kroku 1), 50 mililitrów 30% roztworu azydru sodu, a następnie roztwór wodorotlenku sodu przygotowany przez rozpuszczenie 4 gramów wodorotlenku sodu w 6 mililitrach wody do komory anodowej(+). Następnie dodaj 70 mililitrów roztworu azydru sodu do komory katody(-). Następnie umieść w przedziale katody elektrodę ze stali nierdzewnej jako elektrodę katodową, a następnie elektrodę z folii platynowej jako elektrodę anodową w przedziale anodowym. Po czym poddaj aparat elektrolizie przy 650 miliamperach przez 10 i ½ godziny. Po elektrolizie aparatu przez 10,5 godziny zatrzymaj proces, a następnie usuń zawartość komory anodowej do lejka separacyjnego. Następnie ekstrahuj mieszaninę sześcioma 25-mililitrowymi porcjami chlorku metylenu. Po zakończeniu procesu ekstrakcji połącz wszystkie porcje chlorku metylenu, jeśli nie zostało to jeszcze zrobione, i przemyj połączony chlorek metylenu czterema 100-mililitrowymi porcjami ciepłej wody.

Uwaga: podczas mycia, chlorek metylenu będzie stanowił dolną warstwę.

Po przemyciu dodaj 20 gramów bezwodnego siarczanu magnezu i mieszaj mieszaninę przez kilka minut. Następnie odfiltruj siarczan magnezu, a następnie umieść przefiltrowaną mieszaninę chlorku metylenu w wyparce obrotowej i

odparowuj chlorek metylenu, aż do momentu, gdy w kolbie odbieralnika nie będzie już żadnego chlorku metylenu. Jeżeli wyparka obrotowa jest niedostępna, umieść mieszaninę w aparacie destylacyjnym i ostrożnie oddestyluj chlorek metylenu aż do momentu, gdy chlorek metylenu nie będzie już przenikał do kolby odbieralnika. Następnie usuń pozostałą ciekłą pozostałość, a potem dodaj ją do roztworu przygotowanego przez rozpuszczenie 2 mililitrów chlorku acetylu w 60 mililitrach chlorku metylenu, mieszając jednocześnie mieszaninę chlorku metylenu. Po czym mieszaj mieszaninę przez 4 godziny w temperaturze pokojowej. Następnie całą mieszaninę zatop w 200 mililitrach lodowatej wody, a następnie usuń dolną warstwę chlorku metylenu. Następnie dodaj 10 gramów bezwodnego siarczanu magnezu i mieszaj mieszaninę przez kilka minut. Następnie odfiltruj siarczan magnezu, a potem jeszcze raz umieść mieszaninę w wyparce obrotowej i odparowuj chlorek metylenu. Ponownie, jeśli rotacyjny parownik nie jest dostępny, użyj aparatu do destylacji. Następnie oczyść otrzymany surowy żółty olej, przepuszczając go przez kolumnę wypełnioną żelazem krzemionkowym. Po przepuszczeniu, przepuść sześć 50-gramowych porcji 10% octanu etylu w heksanie, przygotowanym przez rozpuszczenie 30 mililitrów octanu etylu w 270 mililitrach heksanu. Na koniec zebraną mieszaninę umieść w wyparce obrotowej i odparowuj chlorek metylenu, octan etylu i heksan, aż do momentu, gdy do kolby odbieralnika nie przedostanie się już żaden rozpuszczalnik. Następnie usuń produkt ciekły i przechowuj w lodówce do czasu użycia. Oczyszczony produkt ciekły będzie klarownym, jasnożółtym olejem.



Przetłumaczone przez: Fudes

Źródło: The preparatory manual of explosives