DATBA.

5-Karboksy-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzen, 5-Carboxy-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzene.

Zastosowania: Substytut TATB, i DATB, w kompozycjach materiałów wybuchowych, flarach i wysokowydajnych materiałach pędnych do dział.

Masa cząsteczkowa: 287.143	Palność: Spala się tworząc dym
Prędkość detonacji: Podobna do TATB	Toksyczność: Umiarkowana
Wrażliwość: Niska	Typ: Materiał wybuchowy kruszący
Stabilność: Bardzo dobra	Wartość ogólna (jako MWK): Umiarkowana

Przygotowanie DATBA:

Materiały:	1. 11 gramów 2-amino-2-metylopropanu
	 7020 ml chlorku metylenu 20 gramów 1,3,5-trifluoro-2,4,6-trinitrobenzenu 30 gramów wodorowęglanu potasu 100 ml kwasu trifluorooctowego 9,92 gramów cyjanotrimetylosilanu 200 ml nitrometanu 500 ml acetonitrylu 60 ml kwasu siarkowego 98%

Streszczenie: DATBA jest przygotowywany z trifluorotrinitrobenzenu w trzyetapowym procesie, rozpoczynającym się od przygotowania 5-fluoro-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu (podczas tego pierwszego etapu wytworzy się produkt uboczny TATB, który można zachować). Następnie 5-fluoro-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzen jest przekształcany w 5-Cyano-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzen w wyniku reakcji z cynotrimetylosilanem i nitrometanem. 5-Cyano-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzen jest następnie przekształcany w 5-karboksy-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzen w reakcji z kwasem siarkowym. Mieszanina reakcyjna jest następnie poddawana działaniu lodu, a pożądany produkt 5-karboksy-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu jest odfiltrowywany, przemywany wodą, a następnie suszony.

Zagrożenia: Podczas pracy z 98% kwasem siarkowym należy nosić rękawice. 98% kwas siarkowy może powodować poważne oparzenia skóry. Stosować rękawice podczas pracy z kwasem trifluorooctowym. Acetonitryl jest toksyczny, więc należy obchodzić się z nim ostrożnie.

Procedura:

Etap 1: Przygotowanie 5-fluoro-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu.

Rozpuść 11 gramów 2-amino-2-metylopropanu w 3000 mililitrach chlorku metylenu. Następnie przygotuj drugą mieszaninę poprzez dodanie 20 gramów 1,3,5-trifluoro-2,4,6-trinitrobenzenu i 30 gramów wodorowęglanu potasu do 800 mililitrów chlorku metylenu, jednocześnie mieszając chlorek metylenu. Następnie schłodź tę mieszaninę do temperatury -30 stopni Celsjusza za pomocą suchego lodu/acetonu. Następnie dodaj kroplami, z prędkością około 10 mililitrów na minutę, mieszanine 2-amino-2-metylopropanu i chlorku metylenu do mieszaniny 1,3,5-trifluoro-2,4,6-trinitrobenzenu, mieszając mieszaninę i utrzymując jej temperature na poziomie -30°C. Po dodaniu usuń łaźnie lodową z suchym lodem i acetonem i pozwól mieszaninie reakcyjnej dojść do temperatury pokojowej. Następnie mieszaj mieszaninę reakcyjną przez 15 godzin. Po 15 godzinach przefiltrować mieszaninę reakcyjną (aby usunąć nierozpuszczalne produkty uboczne), a następnie odparować chlorek metylenu przez umieszczenie przefiltrowanej mieszaniny chlorku metylenu w aparacie destylacyjnym i destyluj w temperaturze 40 stopni Celsjusza do momentu pojawienia się suchej substancji stałej. Gdy pozostanie suche ciało stałe, należy zatrzymać destylację i pozwolić, aby suche ciało stałe schłodziło się do temperatury pokojowej. Następnie należy usunąć suche ciało stałe z kolby destylacyjnej, aby otrzymać 28,4 grama suchego produktu. Następnie dodaj 100 mililitrów kwasu trifluorooctowego do 20 mililitrów chlorku metylenu, jednocześnie mieszając chlorek metylenu. Następnie dodaj 28,4 grama suchej substancji stałej do tego kwasu trifluorooctowego/chlorku metylenu i mieszaj mieszaninę przez 20 godzin. Po 20 godzinach odfiltrować żółty osad. Następnie umieścić 3200 mililitrów chlorku metylenu w 4-litrowej kolbie i podgrzać do temperatury 60 stopni Celsjusza. Po czym dodać odfiltrowany żółty osad do gorącego chlorku metylenu i mieszać mieszaninę przez dziesięć minut. Po dziesięciu minutach przefiltrować gorącą mieszaninę chlorku metylenu, aby zebrać nierozpuszczalny produkt uboczny 1,3,5-triamino-4,5,6-trinitrobenzen (TATB) (produkt uboczny TATB będzie ważył 2,3 grama i może być zachowany). Po odfiltrowaniu produktu ubocznego TATB, odparować chlorek metylenu umieszczając przefiltrowaną mieszaninę chlorku metylenu w aparacie destylacyjnym i destylując chlorek metylenu w temperaturze 40 stopni Celsjusza aż pozostała ciecz w kolbie destylacyjnej bedzie miała całkowita objetość 300 mililitrów. Gdv objetość 300 mililitrów zostanie osiągnięta, zatrzymać destylację i pozwolić, aby pozostała mieszanina w kolbie destylacyjnej ostygła do temperatury pokojowej. Następnie przefiltrować 300 mililitrów pozostałej cieczy, aby zebrać pożądany produkt 5-fluoro-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzen. Następnie przemyć przefiltrowany produkt

200 mililitrami wody, a następnie wysuszyć próżniowo lub powietrzem. W rezultacie otrzymamy 13 gramów 5-fluoro-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu o temperaturze topnienia 219 stopni Celsjusza.

Etap 2: Przygotowanie 5-Cyano-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu

Przygotować mieszaninę, dodając 10,44 gramów 5-fluoro-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu (przygotowanego w etapie 1) i 9,92 gramów cyjanotrimetylosilanu do 200 mililitrów nitrometanu. Następnie skraplać mieszaninę w temperaturze 100 stopni Celsjusza przez dwie godziny. Po refluksie mieszaniny przez 2 godziny, usunąć źródło ciepła i pozwolić mieszaninie ostygnąć do temperatury pokojowej. Następnie przefiltrować mieszaninę reakcyjną, aby usunąć wszelkie nierozpuszczalne zanieczyszczenia. Następnie rekrystalizuje się surowy produkt z nitrometanu, i następnie wysusz próżniowo lub powietrzem produkt. Następnie zrekrystalizować suchy produkt z 200 mililitrów acetonitrylu. Po rekrystalizacji, produkt należy wysuszyć próżniowo lub powietrznie. Wydajność 5-cyjano-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu wynosi 8,8 grama jako pomarańczowo-brązowe kryształy o temperaturze topnienia 212 stopni Celsjusza (z rozkładem).

Etap 3: Przygotowanie 5-cyjano-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu (DATBA)

Przygotować mieszaninę dodając 2,7 grama

5-cyjano-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu (przygotowanego w kroku 2), oraz 60 mililitrów kwasu siarkowego 98% do 30 mililitrów wody. Następnie ogrzewaj mieszaninę do 100 stopni Celsjusza przez 90 minut. Po 90 minutach usunąć źródło ciepła i pozostawić mieszaninę do ostygnięcia do temperatury pokojowej. Po tym czasie wlej mieszaninę do 500 mililitrów wody z lodem. Następnie odfiltrować wytrącony produkt, przemyć 2 razy 200 mililitrami wody, a następnie wysuszyć próżniowo lub powietrzem. Wydajność wyniesie 2,6 grama surowego 5-karboksy-1,3-diamino-2,4,6-trinitrobenzenu. Następnie rekrystalizuje się ten surowy produkt z 300 mililitrów acetonitrylu. Po rekrystalizacji przemyć produkt 200 mililitrami zimnej wody, a następnie wysuszyć próżniowo lub powietrzem. Suchy produkt będzie miał postać żółtych igieł o temperaturze topnienia 240 stopni Celsjusza (z rozkładem).

Przetłumaczone przez: Fudes

Źródło: The preparatory manual of explosives