

合成三氨基三硝基苯的新方法

李星田野

(中国工程物理研究院化工材料研究所,成都 610003)

陈博仁 欧育湘

(北京理工大学化工与材料学院,北京 100081)

摘要 采用3,5-二氯苯胺和三聚氰氯为原料缩合生成N,N',N''-三(3',5'-二氯苯胺基)-三聚氰胺(I),缩合产物经硝化、氨化即得三氨基三硝基苯(TATB),得率80%。整个过程易于实现,与现法相比原料成本明显降低。

关键词 缩合反应 TATB 硝基化合物

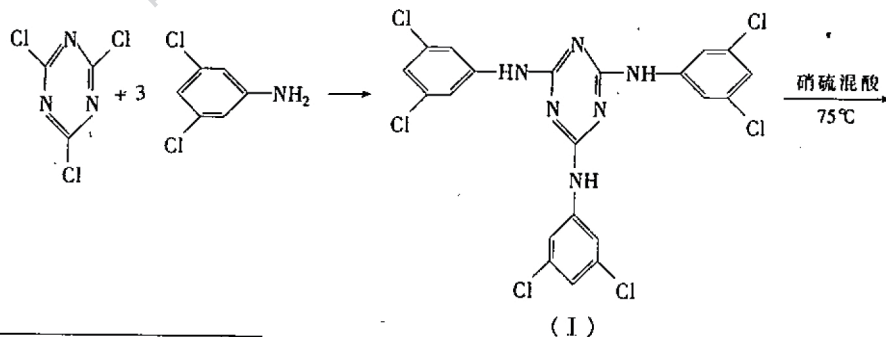
1 引言

TATB是一种优良的钝感耐热炸药,已得到广泛应用。目前TATB批量生产是通过首先硝化价格相当贵的均三氯苯,然后氨化得到。由于该方法条件要求苛刻,生产成本高等问题使TATB的应用受到一些限制。近年来,国内外正不断地研究其生产方法,魏运洋^[1]等人报道用苯甲酸为原料合成了TATB,该法适合实验室小规模制备TATB。Mitchell^[2]等人用退役的苦味酸铵(D炸药)经多步反应得到TATB。

作者采用3,5-二氯苯胺和三聚氰氯为原料,经缩合、硝化、氨化得到纯度较高的TATB。与现行生产法相比,新法反应条件易于实现,原料成本明显降低,新法生产1kg TATB,主要原料3,5-二氯苯胺和三聚氰氯的价格,仅为现法生产1kg TATB所用三氯苯的五分之一。新法硝化及氨化反应条件温和,操作简便。

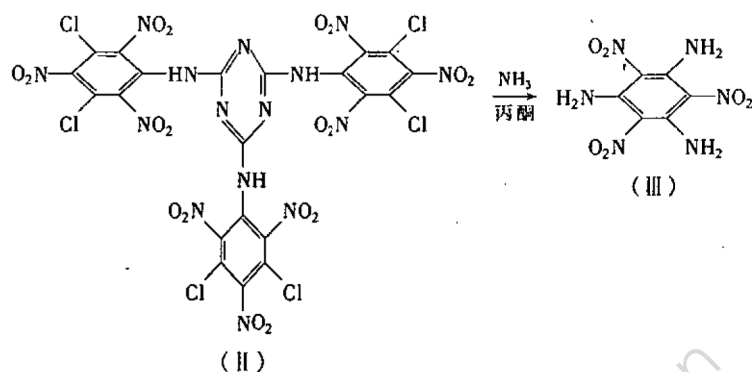
2 合成方法

新法采用如下合成路线:



1997年1月14日收稿

本项目得到国家自然科学基金及国防科工委预研基金资助



缩合反应采用氯苯作溶剂。氯苯具有一定极性并能很好地溶解和分散间二氯苯胺和三聚氰氨,通过蒸馏可重复使用。为防止缩合反应过程中三聚氰氨水解为氰尿酸而带来杂质,回流管加套干燥管。硝化反应的硝化剂采用硝硫混酸,在75℃下反应2h即可。得到的硝化产物纯度较高,经乙醇重结晶得白色固体。氨化反应溶剂选用丙酮,氨化剂采用氨水,氨化反应在室温进行即可。得到的TATB由于不溶于丙酮而沉淀下来。硝化产物Ⅱ氨化没有得到化合物N,N',N''-三(2',4',6'-三硝基-3',5'-二氨基苯基)-三聚氰胺,只得到TATB,这可能是由于三嗪环上有较强的电子云密度,容易受碱性亲电试剂的进攻,在氨交换反应中化学键发生断裂。有关反应机理有待于进一步深入研究。

3 实验部分

将7.4g(0.04mol)三聚氰氨加入70ml氯苯中,再慢慢加入19.4g(0.12mol)3,5-二氯苯胺,升温至130℃,反应5h,冷却后析出白色固体,过滤,水洗至中性,干燥,DMF重结晶得产品Ⅰ20.8g,得率93%。

将11.2g化合物Ⅰ溶于40ml发烟硝酸中,加入20ml浓硫酸,逐渐升温,在75℃反应2h,冷却后析出淡黄色固体,过滤,用乙醇精制得白色固体Ⅱ17.6g,产率91%。DSC测定分解点为305℃。

将3.9g上述硝化产物Ⅱ溶于40ml丙酮中,量取1.8ml氨水(密度为0.91g/cm³),在室温下搅拌反应2h,静置,析出黄色固体,过滤,水洗,干燥得黄色固体2.7g,得率89%。产物分解点为330℃,红外谱图与TATB标准图谱一致。元素分析(%):理论值C 27.91, H 2.33, N 32.56;实测值C 27.73, H 2.25, N 32.76。

4 结论

新的合成方法反应条件比较温和,操作易于实现,原料成本明显降低,再进一步对工艺条件进行深入研究之后,该法将可能成为工业生产TATB的方法。

参 考 文 献

- 1 魏运洋. 兵工学报. 1992, (2): 79
- 2 Mitchell A R, Pagoria P F, Schmidt R D. Proc. of 27th Intern: Ann. Conf. of ICT, Germany, 1996.

A NEW METHOD OF SYNTHESIZING 1,3,5-TRIAMINO-2,4,6-TRINITROBENZENE

Li Xing Tian Ye

(*Institute of Chemical Materials, CAEP, Chengdu 610003*)

Chen Boren Ou Yuxiang

(*Beijing Institute of Technology, Beijing 100081*)

ABSTRACT A new method is described for synthesizing 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene by condensation reaction of 3,5-dichloroaniline and tricyanogen chloride, the condensation product is then nitrated and aminated with a yield of 80% compared with the traditional method, this procedure is easy to realize and the cost of starting materials is relatively inexpensive.

KEYWORDS condensation reaction, nitrocompound, TATB.



作者简介 李星(Li Xing), 1996年毕业于北京理工大学化工与材料学院, 获硕士学位, 现在中国工程物理研究院工作, 已发表论文六篇。