

文章编号:1006-9941(2009)05-0619-06

## 球形 DDNP 制备技术研究

刘登程<sup>1</sup>, 杨宗伟<sup>1</sup>, 刘玉存<sup>1</sup>, 阎立伟<sup>2</sup>, 陈 继<sup>2</sup>

(1. 中北大学化工与环境学院, 山西 太原 030051; 2. 辽宁华丰特种化工有限公司, 辽宁 抚顺 113003)

**摘要:**采用硫化钠直接中和还原苦味酸,采用盐酸单一加料法,通过自主研制的 F-1 晶型控制剂,制得高品质球形二硝基重氮酚(DDNP),平均粒径大于 350  $\mu\text{m}$ ,其 100 目筛上物达到 95% 以上,散装密度在 0.70 ~ 0.90  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  范围可控,耐压性大于 40 MPa,流散性好,生产过程中没有细小结晶和爆炸性粉尘,产品得率比传统的 DDNP 制备工艺提高 2% ~ 3%,生产过程不需漂洗细小结晶工序,同时采用部分母液循环的办法,单位产品的工艺用水量为 30 ~ 35 kg/kg(DDNP),目前已实现工业化生产。

**关键词:**有机化学;二硝基重氮酚(DDNP);耐压性;球形;散装比重;流散性;结晶

**中图分类号:**TJ55; TD235.22; O62

**文献标识码:**A

**DOI:** 10.3969/j.issn.1006-9941.2009.05.028

### 1 引言

二硝基重氮酚(diazodinitrophenol, DDNP),是一种不含铅等重金属化合物的起爆药,具有优良的爆炸特性和化学安定性,所以,多年来该药剂一直是民爆产品的主要起爆药之一<sup>[1-2]</sup>。关于 DDNP 的制备方法目前国内外通常采用碳酸钠中和苦味酸,再用硫化钠还原制得氨基苦味酸钠,可用多种不同的方法进行重氮化合成 DDNP,如氨盐法、钠盐法以及近二十多年来我国民爆企业不断发展和完善的盐酸单一加料法,也称联苯三酚法。按照这些传统的 DDNP 制备方法,普遍存在以下三个方面的问题<sup>[3-6]</sup>,严重地制约了 DDNP 的生产和使用。一是 DDNP 生产过程中产生的废水量大,通常为 200 ~ 300 kg/kg(DDNP),其中包括碱性还原废水、重氮化过程产生的酸性废水和漂洗细小结晶的洗涤用水,在废水中含有大量的醌类和酚类物质,这些有机化合物染色性强,毒性大,对土壤、水源、动植物等容易造成严重危害,通过一般废水处理方法也很难彻底处理。二是由于 DDNP 在制备过程中通常只能获得粒度为 150  $\mu\text{m}$  左右的聚晶,颗粒较为松散,散装密度为 0.45 ~ 0.68  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ,很难将其制成密度适中的球形大颗粒,存在大量爆炸性很强的细小结晶,易于飞散到空气中或在雷管的装配过程中粘挂到模具或管壁上,很容易造成意外事故,特别是使用大规模的自动化

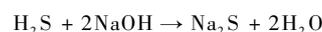
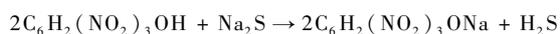
装药生产线时,如果 DDNP 的流散性差和爆炸性粉尘多带来的各种危害更大。三是按照传统 DDNP 的生产工艺,产品的耐压性仅为 20 ~ 30 MPa,给雷管的装药工艺带来诸多不便。因此,本实验采用硫化钠直接中和、还原苦味酸,盐酸单一加料法并使用自主研制的 F-1 晶型控制剂合成 DDNP,以提高 DDNP 的耐压性、流散性和散装密度等进行研究。

### 2 制备原理和制备过程

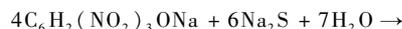
#### 2.1 制备原理

用硫化钠溶液直接中和并还原苦味酸制备氨基苦味酸钠,然后进行重氮化制得 DDNP,合成反应如下:

第一步中和反应:



第二步还原反应:



第三步重氮化反应:



#### 2.2 制备过程

DDNP 的制备的工艺流程见图 1。

##### 2.2.1 中和

在中和反应釜中加入 340 kg 水,再加入 37 ~ 40 kg 苦味酸(干量),升温到 50 ~ 55  $^{\circ}\text{C}$ ,在 5 ~ 10 min 内滴加 12.5% ~ 13% 的硫化钠溶液,使物料的 pH 达到 8 ~ 9,保温 5 ~ 10 min,过滤,得到苦味酸钠溶液。反应过程产生的硫化氢气体用风机抽入稀碱液吸收塔

收稿日期:2008-12-24;修回日期:2009-05-25

作者简介:刘登程(1962-),男,高工,主要从事火工药剂合成研究。

e-mail: wjh522996@sohu.com

通讯联系人:刘玉存(1961-),男,教授,主要从事火炸药制备与改性研究。e-mail: lyc2ct@sina.com

中进行吸收。

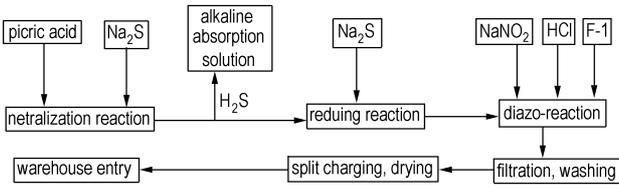


图1 DDNP制备工艺流程

Fig.1 Process chart of preparing the spherical DDNP

### 2.2.2 还原

将过滤后的母液打入还原釜中,升温至 56 ~ 60 °C,在 20 min 内滴加 175 ~ 180 kg 硫化钠溶液,继续搅拌 10 min 后,降温到 35 °C 以下,出料过滤,得到氨基苦味酸钠。碱性母液分批导入废水槽中,部分母液循环使用。

### 2.2.3 重氮化

在化合器中加入氨基苦味酸钠和 200 kg 水,加入氨基苦味酸钠盐量 2‰ ~ 3‰ 的 F-1 添加剂,升温到 30 ~ 32 °C,加入 12.5 ~ 13 kg 亚硝酸钠,滴加 8% ~ 10% 的盐酸。反应结束后,倾倒掉母液,用少量清水洗涤 DDNP 产品 2 ~ 3 遍,过滤后进行分盘干燥。

## 3 结果与讨论

### 3.1 中和方法的选择

传统的 DDNP 工艺中,用碳酸钠在 80 °C 以上的热水中和苦味酸生成可溶性的苦味酸钠<sup>[4]</sup>,过滤后用硫化钠溶液进行还原反应,所制得的氨基苦味酸钠(以下简称氨基盐)一般为柴禾捆状结晶,细小的峰尖杂乱,数量多,不利于重氮化反应。而采用硫化钠直接中和苦味酸,当反应料液由黄色突变为红色透明时,pH 值为 8 ~ 9 时,中和反应结束,滤掉苦味酸中少量杂质后,继续与硫化钠溶液反应,使用与传统工艺相近的工艺条件进行还原反应,所得氨基盐结晶粗壮,为楔形块状,利于重氮化反应。用 Na<sub>2</sub>S 制得氨基盐滤饼与碳酸钠中和方法制得的氨基盐体积缩小近 1/3,母液过滤时间缩短,滤饼含水量为 27% ~ 30%,所以,采用硫化钠一步完成苦味酸的中和及还原不仅可提高氨基盐结晶质量,同时还可以减少参与反应物质。还原反应后的母液可再循环一次使用,产品质量不受影响,同时可大幅度降低碱性废水量。在反应过程中逸出的硫化氢气体可用 10% ~ 20% 的氢氧化钠溶液吸收,碱液变成硫化钠溶液可回收利用。

### 3.2 氨基苦味酸钠结晶控制

影响氨基盐结晶的因素主要有反应温度、加料速度、

硫化钠溶液的浓度等。通过实验室 2000 mL 三口瓶,恒流泵输送硫化钠溶液四点加料方式,搅拌速度恒定在 300 ~ 400 rpm,试验以氨基盐得率和氨基盐结晶质量为综合评价指标,采取三因素三水平正交试验,考察反应温度、硫化钠溶液浓度、加料时间这 3 因素,分别记为: A、B、C 对氨基盐得率和氨基盐结晶质量的影响。正交试验因素水平见表 1,正交试验结果见表 2。根据表 2 的正交试验结果可知:各个因素的极差值大小关系为:  $R_A = 4.9 > R_B = 3.0 > R_C = 2.5$ ,因此各个因素对钠盐影响的大小为:  $A > B > C$ 。对于 A 因素,3 个水平效应值  $k_2 > k_1 > k_3$ ,取第 2 个水平,即 A<sub>2</sub>,同理 B 取 B<sub>2</sub>,C 取 C<sub>3</sub>,故最佳的还原工艺条件为: A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>3</sub>。即反应温度为 55 ~ 60 °C、硫化钠溶液浓度为 12.5% 和加料时间为 25 min。反应母液的碱度应严格控制,碱度大容易在料面产生白色碱皮,同时偶氮类杂质较多,混杂在氨基盐结晶中影响重氮化反应,在氨基盐过滤过程中应尽量滤干母液,当氨基盐结晶粗壮时,过滤速度很快,不必再用水进行洗涤。

表 1 正交实验因素及水平

Table 1 The factors and levels of the orthogonal test

| level | temperature /°C | factors concentration of Na <sub>2</sub> S/% | charging time /min |
|-------|-----------------|--|--------------------|
|       | A               | B  | C                  |
| 1     | 50 ~ 55         | 11.5   | 15                 |
| 2     | 55 ~ 60         | 12.5   | 20                 |
| 3     | 60 ~ 65         | 13.5   | 25                 |

表 2 正交实验结果

Table 2 Results of the orthogonal test

| No.            | A    | B    | C    | yield/%   |
|----------------|------|------|------|---|
|                |      |      |      | (C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (NO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (NH <sub>2</sub> )ONa) |
| 1              | 1    | 1    | 1    | 80.5  |
| 2              | 1    | 2    | 2    | 85.6  |
| 3              | 1    | 3    | 3    | 81.7  |
| 4              | 2    | 1    | 2    | 83.4  |
| 5              | 2    | 2    | 3    | 87.2  |
| 6              | 2    | 3    | 1    | 82.8  |
| 7              | 3    | 1    | 3    | 81.1  |
| 8              | 3    | 2    | 1    | 79.2  |
| 9              | 3    | 3    | 2    | 78.4  |
| K <sub>1</sub> | 82.6 | 81.7 | 80.8 |   |
| K <sub>2</sub> | 84.5 | 84.0 | 82.5 |   |
| K <sub>3</sub> | 79.6 | 81.0 | 83.3 |   |
| R              | 4.9  | 3.0  | 2.5  |   |

Note: Crystalline shape of C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>(NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(NH<sub>2</sub>)ONa is triangle, K<sub>1</sub>, K<sub>2</sub>, K<sub>3</sub> are levels of different factors, R is range.

在最佳的工艺条件下制得的氨盐结晶外观呈枣红色,对光观察有许多晶面反光点,如图 2 所示,在显微镜下观察晶型如图 3 所示,氨盐呈楔形状晶体,长度为 50 ~ 60  $\mu\text{m}$ 。



图 2 氨盐的外观照片

Fig. 2 Appearance photograph of  $\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_2)\text{ONa}$

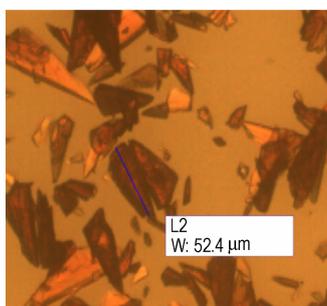


图 3 氨盐的结晶形状 ( $\times 100$ )

Fig. 3 Crystalline shape of  $\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_2)\text{ONa}$  ( $\times 100$ )

由于苦味酸钠的还原是放热反应,加料点分散可避免局部激烈反应,适当的搅拌速度能使滴加的硫化钠溶液快速分散到反应液中,但过快的搅拌容易将氨盐结晶打碎。

通过严格控制还原反应条件,碱性母液可循环使用,氨盐结晶质量不会受到影响,同时可大幅度降低碱性废水量。母液循环方案是第一锅分散苦味酸用新鲜水,第二、第三锅各用第一锅母液的一半,每锅产生的母液(包括部分洗涤用水)按 650 ~ 700 kg 计,三锅废水总量约为 1300 ~ 1400 kg,而三锅的 DDNP 产量约 70 kg,每公斤 DDNP 的碱性废水量为 18 ~ 20 kg,而传统的工艺碱性废水量为 45 ~ 60 kg/kg(以相应 DDNP 产品计)。

### 3.3 重氮化反应条件的控制

#### 3.3.1 pH 对重氮化反应的影响

采用盐酸单一加料法合成 DDNP,反应物料起始 pH 值对重氮化的影响很大,如果在  $\text{pH} \geq 8$  的环境下反应,开始生成的产物不是纯 DDNP,而是 DDNP 与氨盐的偶合物,这些化合物混杂到 DDNP 结晶中将严重影响产物的纯度<sup>[7]</sup>。所以,在重氮化合器中,用水将

氨盐和晶型控制剂分散均匀后,应先将料液的 pH 用盐酸调到接近中性,再加入亚硝酸钠,待恒温后滴加盐酸进行重氮化反应。在反应过程中由于有过量的亚硝酸钠,滴加的盐酸很快与亚硝酸钠生成亚硝酸,绝大部分的亚硝酸参与重氮化反应,少量亚硝酸逸出分解为氮氧化物,反应物料的 pH 值会长时间维持在 5.6 ~ 5.8 之间,此时生成的 DDNP 在晶型控制剂的作用下,不断形成晶核并使结晶长大,应严格控制盐酸滴加的量,pH 小于 5 出现针状结晶,pH 大于 6 会生成大小不均匀的颗粒,并有聚晶。

#### 3.3.2 温度对重氮化反应的影响

与其它的重氮反应不同,DDNP 的重氮化反应温度可在 25  $^{\circ}\text{C}$  以上的温度下进行。当反应温度较低时,反应速度慢,导致逸出的亚硝酸比例偏高,使反应物料的化学配比失衡,同时增加重氮氨基化合物和氨基偶氮化合物等其它副产物的生成,DDNP 的纯度降低;反应温度高,重氮化反应速度快,DDNP 的结晶小而密实,影响起爆能力。对反应温度为 26  $^{\circ}\text{C}$ 、28  $^{\circ}\text{C}$ 、30  $^{\circ}\text{C}$ 、32  $^{\circ}\text{C}$ 、34  $^{\circ}\text{C}$  进行对比实验,实验结果见表 3,可以看出:提高反应温度有利于提高产品的密实度。

表 3 不同温度对 DDNP 粒度和假密度的影响

Table 3 Effect of temperature on particle size and bulk density of DDNP

| temperature / $^{\circ}\text{C}$ | crystalline shape of DDNP               | particle size of DDNP/ $\mu\text{m}$ | bulk density of DDNP/ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ |
|----------------------------------|---|--------------------------------------|---|
| 34                               | small and compact spherical crystalline | 150 ~ 300                            | 0.88  |
| 32                               | homogeneous spherical crystalline       | 300 ~ 450                            | 0.85  |
| 30                               | homogeneous spherical crystalline       | 350 ~ 550                            | 0.82  |
| 28                               | spherical crystalline                   | 300 ~ 500                            | 0.76  |
| 26                               | hypothetical and incompacts crystalline | 200 ~ 350                            | 0.72  |

#### 3.3.3 晶型控制剂的影响

在多年的生产实践中,联苯三酚是应用较广的晶型控制剂,一般情况下其加入量为氨盐的 2‰ ~ 3‰,加入量少,黄仔子及碎药多,加入量多则结晶小而密实,耐压性差,以此制得的 DDNP 是球形状聚晶,颗粒松散,粒度大约为 150 ~ 200  $\mu\text{m}$ ,如图 4 所示。通过大量实验,筛选出了 F-1 晶型控制剂,它以两种极性较高的有机化合物和少量阴离子型表面活性剂复配而成,加入量为氨盐的 2.5‰ ~ 3.5‰,能够在 DDNP 的晶核外层形成一活性膜,极大地改善了 DDNP 的结晶环境,

可制得纯度较高的球形 DDNP 结晶,如图 5 所示。将 DDNP 结晶在玻璃片上挤压后,在显微镜下观察,球形 DDNP 的结晶完整,有别于联苯三酚<sup>[8]</sup>为晶型控制剂花瓣状的 DDNP 聚晶,如图 6 所示。

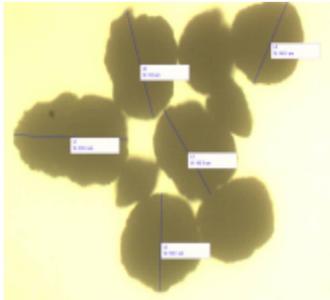


图 4 DDNP 晶体(×100)

Fig. 4 DDNP crystal prepared with terphenyl diphenol(×100)

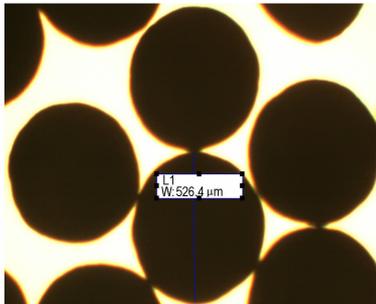


图 5 球形 DDNP 结晶(×100)

Fig. 5 Spherical DDNP crystal prepared with F-1(×100)

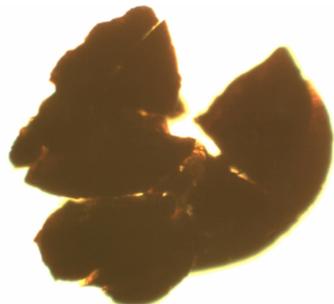


图 6 球形 DDNP 结晶颗粒挤压碎片(×1000)

Fig. 6 Fragment of extruded spherical DDNP crystal(×1000)

在 F-1 晶型控制剂的作用下,重氮化反应开始 8~10 min 后,DDNP 结晶颗粒达到 100 μm(图 7),在 20 min 后,晶体颗粒大约为 300 μm(图 8),从图 7 和图 8 中可看出,在 DDNP 的结晶周围吸附了许多氨盐结晶,便于重氮化反应的产物快速沉积到晶核上,使 DDNP 结晶成长成为可能。

通过调节 F-1 晶型控制剂的加入量,可制得不同密度的 DDNP(见表 4)。

晶型控制剂的加入量低于氨盐结晶的 2‰ 时,产品 100 目筛下物所占比例较高,结晶小且大多数是粉状物,随着晶型控制剂加入量的增加,DDNP 的散装密度增

加,100 目的筛下物也显著减少,通过调节 F-1 晶型控制剂的加入量,可方便地控制 DDNP 结晶的散装密度,球形 DDNP 的散装密度为 0.75~0.90 g·cm<sup>-3</sup> 时,氮含量 ≥0.28,得率为 64%~65%(以苦味酸干量计)。

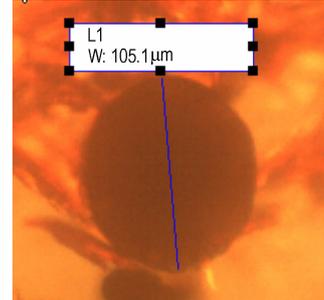


图 7 反应初期的 DDNP 结晶(×1000)

Fig. 7 DDNP crystalline in the early stage of reaction(×1000)

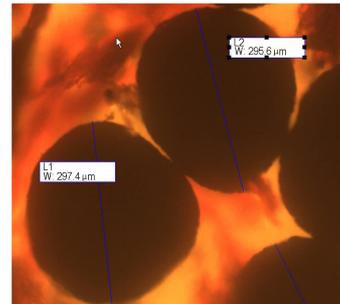


图 8 反应中期的 DDNP 结晶(×1000)

Fig. 8 DDNP crystalline in the middle stage of reaction(×1000)

表 4 晶型控制剂对 DDNP 假密度的影响

Table 4 Effect of mass of F-1 on bulk density of DDNP

| mass of F-1/%                           | 2       | 2.5     | 2.85    | 3       | 3.5     |
|---|---------|---------|---------|---------|---------|
| bulk density of DDNP/g·cm <sup>-3</sup> | 0.65    | 0.73    | 0.76    | 0.81    | 0.88    |
| range of particle size/μm               | 250~280 | 300~350 | 300~400 | 300~400 | 280~400 |
| 100 mesh screenings                     | 19.3    | 8.22    | 6.55    | 4.62    | 3.50    |

### 3.3.4 盐酸滴加速度和搅拌速度对 DDNP 结晶的影响

盐酸滴加速度的快慢取决于氨盐结晶的质量,氨盐结晶细小时必须降低加料速度,否则重氮化反应速度太快,氨盐蚕食严重,或在氨盐结晶上粘附有许多 DDNP 细小的晶核,而导致产品颗粒碎小,严重时伴有大量 DDNP 黄色小结晶。图 9 为氨盐受蚕食后的碎片,图 10 为粘附碎药的氨盐结晶。

当盐酸的加料速度过快时,氨盐的结晶上容易粘附大量 DDNP 细小的晶核,以致影响正常的球形化 DDNP 结晶的形成,当氨盐结晶粘附有碎药结晶时可适当提高搅拌速度,将粘附物分散到反应体系中,使其

成为晶核进行结晶成长。但太快的搅拌速度容易使产物和氨盐的结晶打碎,不利于大颗粒DDNP结晶的制备。合理控制重氮化的反应条件,每批DDNP结晶100目筛上物可达95%以上,由于产品颗粒大,密度高,在合成过程没有细小结晶生成,用倾析法即可进行洗涤,省去了传统DDNP的漂洗过程,不但提高了DDNP的得率,同时大大减少了生产用水,按照碱性母液循环使用方案回收酸性母液,可使酸性废水量为12~15 kg/kg,传统工艺酸性废水量为60~70 kg/kg(以DDNP结晶计)。

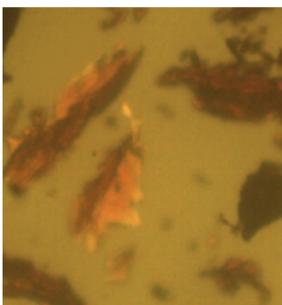


图9 氨盐受蚕食后的碎片( $\times 100$ )

Fig. 9 Fragment of nibbled  $C_6H_2(NO_2)_2(NH_2)ONa$  ( $\times 100$ )

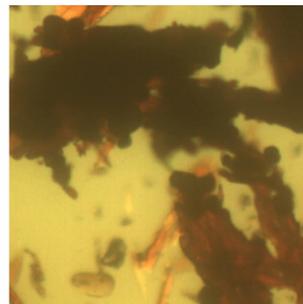


图10 粘附碎药的氨盐结晶( $\times 100$ )

Fig. 10  $C_6H_2(NO_2)_2(NH_2)ONa$  crystalline adhered to DDNP fragments ( $\times 100$ )

### 3.3.5 球形DDNP结晶的耐压性实验

球形DDNP结晶的耐压性实验条件为:铁管壳直径为6.8 mm长为58 mm,铜质加强帽,主装药紫胶造粒RDX 350 mg,70 MPa,次装药RDX 250 mg,40 MPa,DDNP 220 mg,合压压力分别为35,40,45,50 MPa。实验结果见表5。

从表5可以看出,球形DDNP结晶耐压性随着密度的升高而降低,密度控制在 $0.75 \sim 0.90 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 较为理想。

表5 不同密度下球形DDNP结晶耐压性实验结果

Table 5 Results of pressure test of spherical DDNP crystalline with different densities

| pressure/MPa | explosion probability (explosion number/experimental sample number) |   |  |  |
|--------------|---|---|--|--|
|              | $\rho = 0.95 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$                        | $\rho = 0.9 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ | $\rho = 0.85 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ | $\rho = 0.75 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ |
| 35           | 10/10   | 20/20                                       | 20/20  | 20/20  |
| 40           | 7/10  | 20/20                                       | 20/20  | 20/20  |
| 45           | 6/10  | 12/20                                       | 20/20  | 20/20  |
| 50           | 1/10  | 16/20                                       | 18/20  | 19/20  |

Note: The bulk density of DDNP is  $0.45 \sim 0.70 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ , and its pressure test is less than 25 MPa by traditional technology.

## 4 结论

(1) 制备球形DDNP结晶主要工艺条件为:中和还原用硫化钠浓度:12.5%;中和温度:50~55℃;还原温度:56~60℃;重氮化反应温度:30~32℃;F-1晶型控制剂加入量:2.5‰~3.5‰(以氨盐计);得率 $\geq 64\% \sim 65\%$ (以苦味酸干量计);总废水量:30~35 kg/kg(以DDNP结晶计)。

(2) F-1晶型控制剂可显著改善DDNP的结晶环境,使产品的球形度较好,结晶粒度为350~550  $\mu\text{m}$ ,控制晶型控制剂的加入量可制得假密度为 $0.75 \sim 0.90 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 的产品,结晶密实,流散性好,在制备过程中没有细小结晶和粉尘,大大提高了生产和使用安全性。同时,球形结晶DDNP的耐压性大于40 MPa,与传统的聚晶DDNP相比,耐压性提高了一倍。有效

地解决了目前DDNP所面临的废水量大、爆炸性粉尘多和耐压性差的问题,赋予了DDNP新的活力。

### 参考文献:

- [1] 赵杰,郭俊国,刘建新,等. 一种DDNP制造新技术[J]. 爆破器材,2008,37(1): 29-30.  
ZHAO Jie, GUO Jun-guo, LIU Jian-xin, et al. A new manufacturing technology for DDNP[J]. *Explosive Materials*, 2008, 37(1): 29-30.
- [2] Clark L V. Diazodinitrophenol, a detonating explosive[J]. *Industrial and Engineering Chemistry*, 1933, 25(6): 663-669.
- [3] 孙德强,李月明. 对提高DDNP得率及控制产品质量因素的分析[J]. 爆破器材,2003,32(2): 14-16.  
SUN De-qiang, LI Yue-ming. Analyze the factors of the getting rate and the quantity control in DDNP production[J]. *Explosive Materials*, 2003, 32(2): 14-16.
- [4] 劳允亮. 起爆药化学与工艺学[M]. 北京:北京理工大学出版社,1997.

- [5] 华庆丰. 二硝基重氮酚[M]. 火炸药丛书, 1974.
- [6] 陈淮银, 王代钧, 梁立达. DDNP 生产及其污水处理新工艺[J]. 爆破器材, 1993, 22(1): 14-16.
- CHEN Huai-yin, WANG Dai-jun, LIANG Li-da. A study of the new technologies of production of DDNP and dispose of the waste water [J]. *Explosive Materials*, 1993, 22(1): 14-16.
- [7] 蒋荣光, 刘自镛. 起爆药[M]. 北京: 兵器工业出版社, 2006.
- [8] 黄正雄. 邻苯三酚法制造二硝基重氮酚重氮化工工艺条件等问题的讨论[J]. 爆破器材, 1991, 20(6): 21-24, 34.
- HUANG Zheng-xiong. Investigation into the problems of diazotization process conditions in the preparation of dinitrodiazophenol [J]. *Explosive Materials*, 1991, 20(6): 21-24, 34.

## Manufacturing Technology for Spherical DDNP

LIU Deng-cheng<sup>1</sup>, YANG Zong-wei<sup>1</sup>, LIU Yu-cun<sup>1</sup>, YAN Li-wei<sup>2</sup>, CHEN Ji<sup>2</sup>

(1. College of Chemical Engineering and Environment, North University of China, Taiyuan 030051, China;

2. Liaoning Huafeng Chemical Industry Corporation, Fushun 113003, China)

**Abstract:** Spherical diazodinitrophenol (DDNP) was prepared from the reaction of picric acid, sodium sulfide, hydrochloric acid and self-developed crystal shape controller F-1. The product with bulk density of  $0.70 - 0.90 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$  has a good fluidity, and its average particle size is more than  $350 \mu\text{m}$ . The pressure test of the product can be carried out under condition of more than 40 MPa. In the present manufacturing process, no fine crystals or explosion dusts are produced, and thus it is no need to wash away the fine crystals. The yield of the product prepared from the manufacturing technology is increased by 2% - 3% higher than that from the traditional method, and the water need for each unit product is 30 - 35 kg/kg (DDNP) by circulation use of the mother liquid. Industrial production of spherical DDNP can be realized.

**Key words:** organic chemistry; diazodinitrophenol (DDNP); pressure test; spherical; bulk density; fluidity; crystallization



## 第三届中国纳米国际科学与技术学术交流会召开

第三届中国纳米国际科学与技术学术交流会 (International Conference on nanoscience and nanotechnology of China) 于 2009 年 9 月 1 日 ~ 3 日在北京国际会展中心召开。本次会议的主题主要有: 纳米信息材料、纳米电池电源材料、纳米器件和纳米传感器、纳米医学和生物学进展、纳米制造技术、纳米结构表征、纳米光学和医学应用进展和纳米结构模拟。会议由国家纳米中心主办, 得到了科技部、教育部、国家基金委、中国科学院等单位的大力支持, 吸引了 40 多个国家和地区的 1500 多名研究人员参加。

来自德国卡尔斯鲁厄的纳米技术研究所的 H Hahn 教授、日本东北大学先进材料研究所的 Ahihise Inoue 博士、美国宾夕法尼亚州立大学的 P S Weiss、丹麦奥尔胡斯大学 (Aarhus University) 多学科纳米中心的 F Besenbacher、斯坦福大学的戴洪杰博士和美国得克萨斯健康科学中心的 Mauro Ferrari 教授做了大会报告, 报告的主题依次为“功能膜、功能纳米器件和纳米晶体连接桥”, “体相金属玻璃态合金”, “设计、测量和选择性合成或定向合成纳米团簇结构材料”, “催化剂作用的扩散、运输和活化等过程的高分辨 STM 视频监测技术”, “功能光电单分子器件 (如场发射管) 的纳米结构构造方法”, “碳纳米管的医学影像应用和石墨烯研究进展”, “因人而异的纳米医学治疗技术”。

大会报告体现了纳米材料和应用研究目前的热点和重点研究方向。会议提出今后我国纳米科技的产业化技术应作为纳米材料和应用研究领域的第一要务, 国家今后将着力推进这项工作。从本次会议的报告可以看到, THz 材料和传感器在生物、医学、食品监测等领域的应用研究非常受关注; 玻璃态合金制作的穿甲武器性能优异, 值得关注。下一届会议将于 2011 年 9 月召开。

(中国工程物理研究院化工材料研究所 程克梅供稿)