

文章编号:1006-9941(2020)12-1156-07

HMX/TATB 混合炸药中 HMX 与 TATB 组分含量的液相色谱分析

陈玲^{1,2},赵颖彬^{1,2},逢小青^{1,2},张勇^{1,2}

(1. 中国工程物理研究院化工材料研究所, 四川 绵阳 621999; 2. 中物院含能材料测试评价中心, 四川 绵阳 621999)

摘要: 为准确、快速测定奥克托今(HMX)/三氨基三硝基苯(TATB)混合炸药中 HMX 和 TATB 的含量,建立了液相色谱分析方法。采用二甲基亚砜(DMSO)为溶剂,超声波辅助溶解样品,考察了样品量、样品提取时间、流动相、色谱柱、检测波长等条件对测试结果的影响。结果表明:在 C18 色谱柱上,以乙腈/水=45/55(V/V)为流动相, HMX/TATB 混合炸药中 HMX 和 TATB 分离良好,分析时间仅 6.5 min; 16.0 mg HMX/TATB 混合炸药溶解在 250 mL DMSO 中,超声辅助溶解 1.0 h,室温静置溶解 4.0 h 可以使 HMX 和 TATB 溶解萃取完全,重复性测试结果的相对标准偏差分别为 0.99%, 0.55%; HMX 在 0.011~0.016 mg·mL⁻¹, TATB 在 0.032~0.056 mg·mL⁻¹ 的范围内与峰面积呈较好的线性关系,相关系数 R^2 分别为 0.9999、1.0000。

关键词: HMX/TATB 混合炸药;液相色谱;组分含量

中图分类号: TJ55; O65

文献标志码: A

DOI:10.11943/CJEM2020137

1 引言

环四甲撑四硝胺(HMX)/三氨基三硝基苯(TATB)混合炸药是一种以 TATB 为基组成的低易损混合炸药,可用于装填弹丸及战斗部。Heinz Hofmann 等^[1]报道了超声波作用下,通过在 HMX 炸药表面原位生成 TATB 晶粒的方式对 HMX 进行钝化处理,但未能给出 TATB 的具体用量,也没有相关的含量测试方法。黄凤臣等^[2]采用原位合成方法制备了钝感 HMX/TATB 混合炸药,测试了混合炸药的压制成型性和耐热性能。孙杰等^[3]利用声化学合成方法,在 HMX 颗粒表面原位生成了 TATB,制备了 HMX/TATB 复合物,研究了产品的热分解温度和机械感度。李洪珍课题组^[4]采用化学反应与沉析结晶相耦合的方法,成功制备了掺杂型 HMX/TATB 共晶混合炸药,并采用多种方法进行了共晶结构的表征和性能研究。朱伟等^[5]用分子动力学(MD)方法 COMPASS 力场,分别在正则系综(NVT)和

等温等压系综(NPT)下,模拟计算了 HMX 与 TATB 所构成的混合体系在室温时的弹性性能和结合能,但无 HMX/TATB 混合炸药中 TATB 和 HMX 含量分析的相关内容。作为混合炸药中的能量提供者,HMX 和 TATB 含量对产品的起爆、传爆等性能有重要影响,因此必须准确测定 HMX 和 TATB 含量,以确保产品质量。

HMX/TATB 混合炸药组分多,成分复杂,被测组分 HMX 和 TATB 常常被高分子黏结剂包裹起来,使其不易完全分离出来;同时,其主要成分 TATB 在传统有机溶剂中的溶解度非常小,不能用普通的溶剂提取方法来分离 HMX 和 TATB。为了解决这个问题,我们查阅了相关文献,发现有关报道很少^[6-7]。TATB 和 HMX 都是难挥发性的炸药,气相色谱法(GC)对它们进行分析比较困难,薄层色谱法(TLC)则较难以定量,采用液相色谱法(HPLC)对难挥发,热稳定性差的 TATB 和 HMX 进行分离分析是比较理想的^[8-9]。吴越等^[10]采用液相色谱法测定奥克托儿(由 HMX 和 TNT 组成)中的 HMX,方法准确性好,HMX 测定结果的相对误差小于 0.5%,但溶剂丙酮不能有效溶解 HMX/TATB 混合炸药中的 TATB。宁艳利等^[11]以乙腈为溶剂,采用 HPLC 方法得到硝化棉(NC)与 HMX 共存的改性双基推进剂中 HMX 含量。赵颖彬等^[12-13]以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂,采用 HPLC 进行了 TATB 纯度以及杂质测试。

收稿日期: 2020-06-11; 修回日期: 2020-07-30

网络出版日期: 2020-10-14

基金项目: 国家自然科学基金资助(11502250)

作者简介: 陈玲(1986-),女,主要从事材料理化性能表征工作。

e-mail: chenglin_chenling@163.com

通信联系人: 张勇(1971-),男,助理研究员,主要从事仪器分析。

e-mail: 407076731@qq.com

引用本文: 陈玲,赵颖彬,逢小青,等. HMX/TATB 混合炸药中 HMX 与 TATB 组分含量的液相色谱分析[J]. 含能材料, 2020, 28(12):1156-1162.

CHEN Ling, ZHAO Yin-bin, PANG Xiao-qing, et al. Liquid Chromatographic for Component Content in HMX/TATB Explosive Formulations[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2020, 28(12):1156-1162.

上述研究主要针对 HMX 基混合炸药中 HMX 含量测试或者 TATB 单质炸药纯度与杂质测试,采用 HPLC 方法同时进行 TATB 和 HMX 含量分析的研究尚未见报道。

为此,本研究根据 TATB 的分子结构特点,选用强极性的二甲基亚砜为溶剂对 HMX/TATB 混合炸药中的 HMX 和 TATB 进行萃取。考察了样品量、色谱柱、流动相、检测波长等条件对测试的影响,建立了 HMX/TATB 混合炸药中 TATB 和 HMX 含量分析的 HPLC 方法。

2 实验部分

2.1 试剂与仪器

Agilent 1260 高效液相色谱仪,包括 G1311C 四元梯度泵,G1316A 恒温柱温箱,G1315D 二极管阵列检测器,G1329B 自动进样器,HP B.04.05 版化学工作站;梅特勒-托利多分析天平,分辨力 0.02 mg;THERMO 7148 型超纯水机;Elmasonic 超声波预处理器;0.45 μm 过滤膜;100 mL 和 250 mL 单标线容量瓶。

乙腈(色谱纯),阿拉丁;DMSO(分析纯),阿拉丁;超纯水(自制);TATB 参比样,西安近代化学研究所生产;HMX 参比样,西安近代化学研究所生产;HMX/TATB 混合炸药,高聚物粘接型,自制。

2.2 实验过程

称量 16.00 mg 研磨后的 HMX/TATB 混合炸药(精确至 0.02 mg)于 250 mL 容量瓶中,加入分析纯 DMSO 至容量瓶最高标线以下约 2 cm 处;同时称取一定量的 TATB 和 HMX 参比样于 100 mL 容量瓶中,加入分析纯 DMSO 至容量瓶最高标线以下约 2 cm 处。采用超声辅助溶解不少于 1.0 h,在室温下静置溶解 4.0 h 后定容。用微孔滤膜过滤出至少 5 mL 试液备用。

2.3 色谱条件

色谱柱:C18 色谱柱(250 mm \times 4.6 mm,5 μm),柱温 30 $^{\circ}\text{C}$;进样体积 5 μL ;流速 1.0 mL $\cdot\text{min}^{-1}$;检测波长 230 nm,354 nm;流动相采用二元流动相体系,A 相为乙腈,B 相为水,保留时间约 6.0 min。

3 结果与讨论

3.1 溶剂选择与样品量确定

选用合适的溶剂将 TATB 和 HMX 从固相中完全萃取出来是液相色谱准确测量 HMX/TATB 混合炸药中 TATB 和 HMX 含量的关键。由于 TATB 是典型层状堆积结构,不仅 TATB 分子层内有 π - π 共轭作用,分子

间还存在强的氢键作用,当处于溶剂环境中时,TATB 自身的相互作用远大于溶剂与 TATB 分子间的相互作用,造成 TATB 在普通有机溶剂中的溶解性都很差^[14-17]。相对 TATB 来说,HMX 在普通有机溶剂中的溶解性较好,适用的溶剂相对较多,因此,试验根据 TATB 的溶解性选择合适的溶剂,以保证取样的代表性。

根据文献[18]报道,室温时,TATB 在 DMSO 中的溶解度最大,为 7.0 mg/100 g,约为在二甲基甲酰胺(DMF)中溶解度的 2.5 倍。由该溶解度数据可知,选用 DMSO 为 HMX/TATB 混合炸药的溶剂,可以用 HPLC 进行 HMX 和 TATB 含量分析。

查阅文献[19]可知,TATB 在 DMSO 中的最大溶解度 7.0mg/100g,是通过将过量 TATB 溶解在 DMSO 中,超声辅助溶解 5min 后再溶解 2 天以上获得的最大溶解度。为了缩短样品在整个分析测试过程中的溶解时间,同时保证 TATB 在 DMSO 中能充分溶解,只能将 TATB 样品量减少至(4.8~5.0)mg/100 mL 左右。但样品量太少,就无法保证取样代表性,因此,试验过程中将溶剂增大至 250mL,使取样量增大至 100 mL 溶剂时的 2.5 倍,保证样品的均匀性。

3.2 样品溶解方式和时间的确定

为了快速将样品中被测组分完全分离出来,实验采用超声辅助溶解样品,同时根据液相色谱仪的工作特点和操作时间,进行了 4 h,16 h(静置过夜一次)和 40 h(静置过夜两次)静置溶解时间对比,以获得与仪器可操作时间相匹配的最佳溶解时间,结果见图 1。

由图 1 可知,超声辅助溶解时间从 0.5 h 增大至 1.0 h,样品中 TATB、HMX 含量测试结果逐渐增大,且重复性测试结果的相对标准偏差逐渐减小;超声辅助溶解时间延长至 1.0 h 后,TATB、HMX 含量测试结果和重复性测试结果的相对标准偏差都趋于稳定。该结果表明 0.5 h 的超声辅助溶解时间稍短,不能将样品中被测组分完全萃取出来,会造成组分含量测试结果偏低。延长超声辅助溶解时间至 1.0 h 以上,可以确保被测组分萃取完全。因此,结合萃取效果和萃取均匀性,超声辅助溶解时间确定为 1.0 h 左右为宜。

在相同的超声辅助溶解时间下,样品静置溶解时间从 4 h 增加到 40 h,TATB 和 HMX 含量测试结果以及二者的重复性测量结果相对标准偏差变化都不大,表明 4 h 的静置溶解时间已经可以保证样品完全溶解。静置溶解时间过长,会使分析测试周期变长。综上所述,HMX/TATB 混合炸药溶液超声辅助溶解 1.0 h 后静置溶解 4 h 既可满足方法的分析测试精度要求,

保证样品测试结果准确性,同时又能有效地节约分析测试时间,提升分析测试效率。

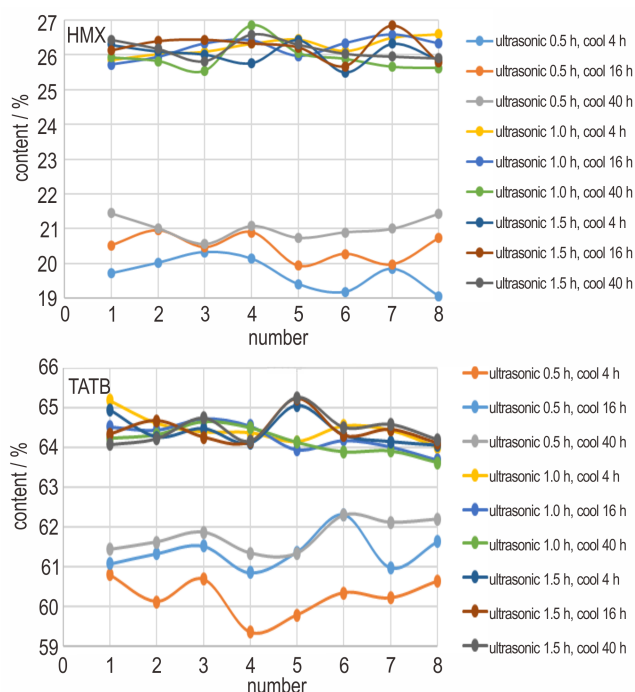


图1 不同溶解时间下HMX和TATB含量测试结果

Fig.1 Content of HMX and TATB at different dissolution time

3.3 色谱分离条件的确定

3.3.1 检测波长的选择

UV光谱信息对方法的建立具有举足轻重的地位,UV光谱数据可从文献中查找,也可通过所测样品成分的化学结构估算。进行液相色谱测定时,检测波长的选择要根据仪器的性能和化合物的最大吸收波长来确定,因此利用二极管阵列检测器对HMX和TATB二甲基亚砜溶液进行了全波长扫描,采集到的紫外吸收图谱如图2所示。由图2可知,HMX和TATB的最大吸收波长分别在230 nm和354 nm处。本试验采用多波长检测器,故针对不同成分的响应情况同时设定230 nm和354 nm两个波长进行检测。

3.3.2 色谱分离系统的构建

色谱柱是实现分离的关键部件。为获得反相色谱要求的最佳分离效果,选用了C18色谱柱和苯基柱分离分析混合炸药中TATB、HMX,结果如图3所示。由图3可以看出,调整流动相比例,无论是在C18柱上还是在苯基柱上,TATB和HMX都能得到较好的分离和保留,且基线平稳。但TATB和HMX在C18柱上分离更好,且溶剂的干扰更小,对定量结果影响小,同时考虑到C18色谱柱更具有普适性,因此后续实验都使用C18色谱柱。

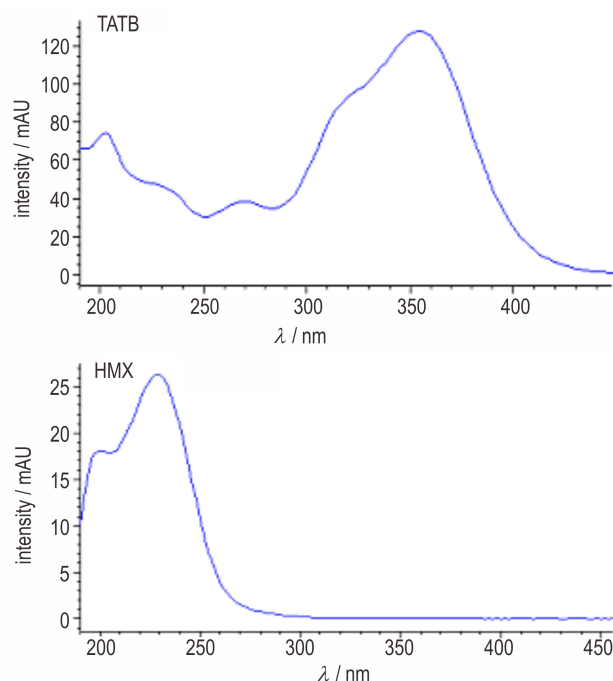


图2 TATB和HMX的紫外光谱图

Fig.2 UV spectrum of HMX and TATB solved in DMSO

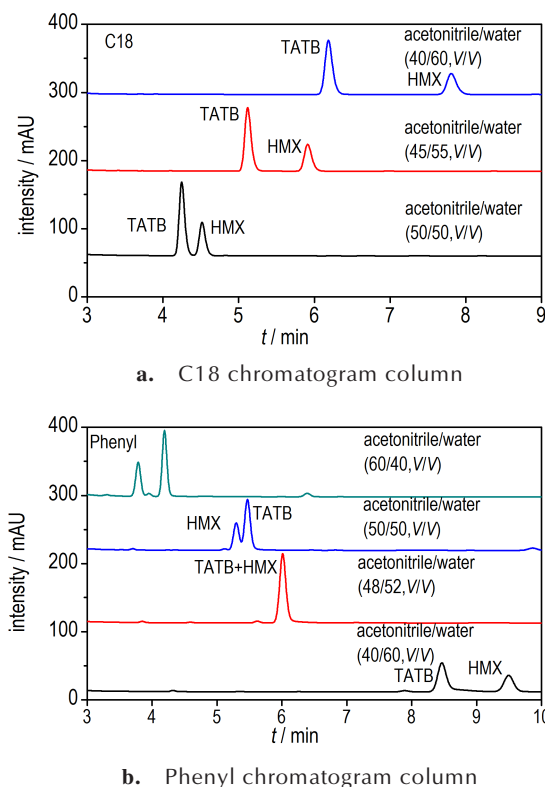


图3 TATB和HMX在不同色谱柱中的液相色谱图

Fig.3 Chromatogram of TATB and HMX with different columns

除色谱柱外,流动相配比也是影响分离效果的一个重要因素。由于样品中存在HMX和TATB两种组分,为了保证两种组分以及出峰时间有重复性,在确定

使用 C18 色谱柱的情况下,比较了 $V(\text{乙腈})/V(\text{水})=40/60、45/55、50/50$,结果如图 3a 所示。由图 3a 可知,在实验选用的 C18 色谱柱中,增加流动相中乙腈含量,TATB 和 HMX 的色谱流出时间减小,即样品分析检测周期缩短,但二者的分离度变小,不利于准确定量。当乙腈/水=45/55 时,HMX 和 TATB 的色谱保留时间分别为 5.07 min,5.83 min,其分离度良好, $R>1.5$,同时,溶剂在该色谱条件下并不干扰 TATB 和 HMX 的色谱峰,对系统也没有干扰,所以试验选流动相比例为乙腈/水=45/55。

3.4 方法学考察

3.4.1 TATB 和 HMX 线性范围

标准溶液由 TATB 参比样和 HMX 参比样配制,均匀性良好,因此采用 100 mL 溶剂即可。按 2.2 样液配制步骤,配制不同浓度的系列标准工作液,在 2.3 的色谱条件下,将配制好的每个浓度标准工作液平行进样 2 次。以 2 次进样得到的峰面积(mAu·s)的平均值为纵坐标,各标准样的质量浓度($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)为横坐标进行线性回归,绘制标准曲线,见图 4。由图 4 可知,在

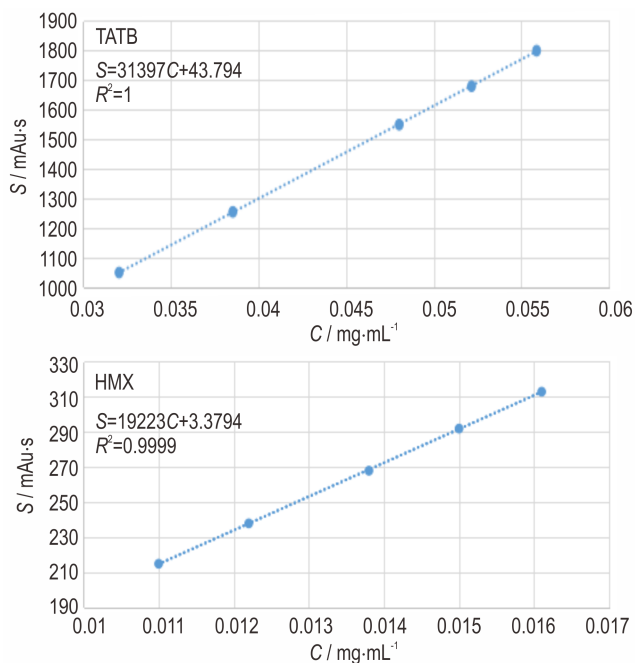


图 4 TATB 和 HMX 参比样的校正曲线

Fig.4 Calibration curve of TATB and HMX standard solution

表 1 HMX 和 TATB 含量重复性实验结果(n=8)

Table 1 The reproducibility of HMX and TATB content (n=8)

component	content / %	average / %	RSD / %
TATB	65.20, 64.62, 64.40, 64.38, 64.15, 64.55, 64.44, 64.01	64.47	0.55
HMX	25.85, 26.02, 26.09, 26.32, 26.44, 26.11, 26.49, 26.59	26.24	0.99

0.032 ~ 0.056 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的范围内,TATB 的峰面积与浓度的线性回归方程为 $S=31397C+43.794$,相关系数 R^2 为 1.0000;HMX 在其对应的含量范围内,线性回归方程为 $S=19223C+3.3794$,相关系数 R^2 为 0.9999;由此可知,在图 4 对应的浓度范围内,该方法具有比较好的线性相关性。

3.4.2 重复性考察

分别称取 16.00 mg 研磨后的 HMX/TATB 混合炸药于 8 个 250 mL 容量瓶中,按 2.2 样液配制步骤制备样品溶液,采用 2.3 推荐的液相色谱条件进行分析,获得的 TATB 和 HMX 含量及相对标准偏差,见表 1。

由表 1 可知,TATB 和 HMX 含量重复性测定结果的相对标准偏差分别为 0.55%,0.99%,表明 HMX/TATB 混合炸药组分含量分析的液相色谱法具有很好的重复性。

3.4.3 提取完全率

由于 HMX/TATB 混合炸药中组分的分离和提取直接影响色谱定量结果,因此将溶解好的样品用滤膜过滤,然后用显微红外测试滤纸上残渣,结果如图 5 所示。由图 5 可知,滤纸上残渣的红外光谱没有 TATB 和 HMX 的特征吸收峰,该结果从侧面说明 2.2 节的样品溶解方法可以将 HMX/TATB 混合炸药中的 HMX 和 TATB 提取完全。

3.4.4 样品加标回收试验

准备 9 份相同的样品,每份 5 mL,将其中 1 份作为本底,其余 8 份分别加入 5 mL 不同浓度的 TATB、HMX 标准溶液,测定峰面积,用外标法计算样品加标回收率,结果见表 2。由表 2 可见,TATB 和 HMX 的回收率分别为 98.87%~100.22%,99.21%~99.83%,因此,该方法的准确度较好。

3.5 方法应用

采用液相色谱方法,对机械共混、高聚物粘接、溶剂重结晶 3 种不同工艺制备的 TATB 含量在 60%~90% 的 HMX/TATB 混合炸药组分含量进行测试,结果见表 3。由表 3 可知,所有样品的平行测定结果之差均小于 0.80%,满足常量组分分析测试要求,即该液相色谱技术可以用于各种不同工艺的 HMX/TATB 混合炸

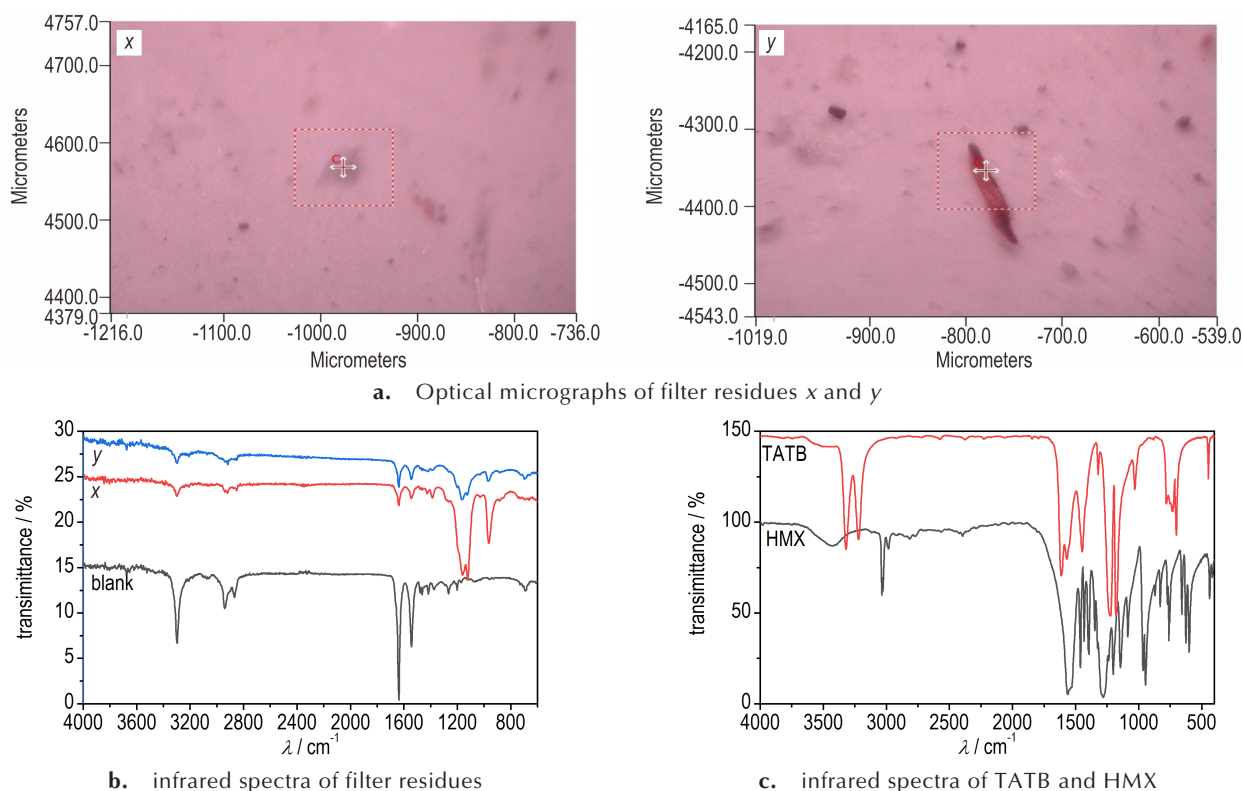


图5 滤渣的光学显微图片与红外光谱图

Fig.5 Micrograph and infrared spectrum of filter residue

表2 TATB和HMX的回收率测定结果

Table 2 The recovery of TATB and HMX

count	TATB			HMX		
	addition / mg	test value / mg	recovery / %	addition / mg	test value / mg	recovery / %
1	4.811	4.768	99.11	0.5964	0.5936	99.53
2	4.802	4.761	99.15	0.5968	0.5940	99.53
3	4.795	4.750	99.06	0.5983	0.5938	99.25
4	4.793	4.739	98.87	0.5982	0.5935	99.21
5	4.983	4.994	100.22	0.6632	0.6620	99.83
6	4.997	4.998	100.02	0.6617	0.6595	99.68
7	4.998	4.997	99.98	0.6621	0.6603	99.74
8	5.001	4.999	99.96	0.6615	0.6600	99.79

药组分含量测试,实现产品的质量控制和把关。

4 结论

(1)建立了HMX/TATB混合炸药组分含量测试的液相色谱技术。在C18色谱柱上,以乙腈/水=45/55 (V/V)为流动相,HMX/TATB混合炸药中HMX和TATB分离良好,分析时间仅6.5 min。

(2)16.0 mg HMX/TATB混合炸药溶解在250 mL DMSO中,超声辅助溶解1.0 h,室温静置溶解4.0 h可

以将样品中HMX和TATB溶解并萃取完全。

(3)方法的线性良好,HMX的线性范围为0.011~0.016 mg·mL⁻¹,拟合曲线为 $S=19223C+3.3794$,相关系数 R^2 为0.9999;TATB的线性范围为0.032~0.056 mg·mL⁻¹,拟合曲线为 $S=31397C+43.794$,相关系数 R^2 为1.0000。

(4)TATB和HMX重复性测试结果的相对标准偏差分别为0.55%,0.99%,可以用于机械共混、高聚物粘接、溶剂重结晶等各种不同工艺的HMX/TATB混合炸药组分含量测试,实现产品的质量控制和把关。

表 3 各种 HMX/TATB 混合炸药中 TATB 和 HMX 含量测试结果

Table 3 The content of TATB and HMX in different HMX/TATB mixture

sample	preparation process	component	content / %	average / %	extreme difference / %
HMX/TATB-1	blending	TATB	64.52, 64.47, 64.47, 64.29	64.44	0.23
		HMX	25.89, 25.88, 26.48, 26.40	26.16	0.60
HMX/TATB-2	recrystallization	TATB	70.97, 70.91, 71.27, 71.12	71.07	0.36
		HMX	20.45, 20.43, 20.53, 20.45	20.46	0.10
HMX/TATB-3	polymer bonding	TATB	88.44, 88.52, 88.41, 88.37	88.44	0.15
		HMX	9.79, 9.67, 10.20, 10.10	9.94	0.53
HMX/TATB-4	polymer bonding	TATB	92.66, 92.67, 93.40, 92.92	92.91	0.74
		HMX	6.60, 6.13, 6.62, 6.10	6.36	0.52

参考文献:

[1] Hofmann H, Rudolf K. Process for the production of a pressed insensitive explosive mixture: US 2004216822A1[P]. 2004.

[2] 黄凤臣, 邓明哲. 原位合成钝感混合炸药 HMX/TATB[J]. 火炸药学报, 2011, 34(1): 45-48.
HUANG Feng-chen, DENG Ming-zhe. Preparation of insensitive composite explosives HMX/TATB using ultrasonic method [J]. *Chinese Journal of Explosives & Propellants*. 2011, 34(1): 45-48.

[3] 孙杰, 黄辉, 张勇, 等. TATB 原位包覆 HMX 的研究[J]. 含能材料, 2006, 14(5): 330-332.
SUN Jie, HUANG Hui, ZHANG Yong, et al. In-situ coating of TATB on HMX[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2006, 14(5):330-332.

[4] 丁玲, 刘佳辉, 黄兵, 等. 核壳型 HMX@TATB 复合炸药造型粉制备技术研究[J]. 广州化工, 2015, 43(5): 90-91.
DING Ling, LIU Jia-hui, HUANG Bing, et al. Preparation technique of HMX coated by nano TATB based PBX [J]. *Guangzhou Chemical Industry*, 2015, 43(5): 90-91.

[5] 朱伟, 肖继军, 赵峰, 等. HMX/TATB 复合材料弹性性能的 MD 模拟[J]. 化学学报, 2007, 65(13): 1223-1228.
ZHU Wei, XIAO Ji-Jun, ZHAO Feng, et al. Molecular dynamics simulation of elastic properties of HMX/TATB composite [J]. *Acta Chimica Sinica*, 2007, 65(13): 1223-1228.

[6] 贾林, 张皋, 张林军, 等. 某些火炸药色谱分析中的样品前处理技术[J]. 含能材料, 2015, 23(3): 279-284.
JIA Lin, ZHANG Gao, ZHANG Lin-jun, et al. Sample pretreatment techniques for the chromatographic analysis of energetic materials[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2015, 23(3): 279-284.

[7] Doali J O, Juhasz A A. Application of high speed liquid chromatography to the qualitative analysis of compounds of propellant and explosives interest [J]. *Journal of Chromatographic Science*, 1974, 12(1): 51-56.

[8] 张国安, 李佩芳. 反相高效液相色谱法(HPLC)对 HMX 和 HMX 炸药的分离和测定[J]. 南京理工大学学报(自然科学版), 1982, 6(2): 119-127.
ZHANG Guo-an, LI Pei-fang. Separation and determination of HMX and HMX explosives by reversed-phase high performance liquid chromatography (HPLC) [J]. *Journal of Nanjing University of Science and Technology(Nat Sci Edit)*, 1982, 6(2): 119-127.

[9] Freeman D H. High performance liquid chromatographic separation of HMX and HMX explosive on adsorptive polymers[J]. *Journal of Chromatography*. 1976, 11: 157-166.

[10] 吴越, 王秋燕, 吴志科, 等. 液相色谱法测定奥克托儿中的 HMX[J]. 化学分析计量, 2011, 20(增刊): 102-104.
WU Yue, WANG Qiu-yan, WU Zhi-ke, et al. Determination of HMX in octol by HPLC [J]. *Chemical Analysis and Meterage*, 2011, 20(supplement): 102-104.

[11] 宁艳利, 王亚鑫, 葛彦平, 等. 改性双基推进剂中 HMX 含量的高效液相色谱测定[J]. 含能材料, 2005, 13(4): 252-254.
NING Yan-li, WANG Ya-xin, GE Yan-ping, et al. Determination of octogen in composite modified double-base propellant by HPLC [J]. *Chinese Journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2005, 13(4): 252-254.

[12] 赵颖彬, 张勇, 逢小青, 等. TATB 纯度的反相高效液相色谱分析方法及应用[J]. 四川兵工学报, 2013, 34(12):106-109.
ZHAO Ying-bin, ZHANG Yong, PANG Xiao-qing, et al. RP-HPLC method for quantitative analysis of TATB purity and its application [J]. *Journal of Sichuan Ordnance*, 2013, 34(12):106-109.

[13] Quinlin W T. Analysis of s-trichlorotrinitrobenzene and 1, 3, 5-trinitro-1, 3, 5-triazacyclohexane samples by liquid chromatography. NTIS[R], 1973.

[14] Selig W. Estmiation of the solubility of 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-tri-nitrobenene (TATB) in various solvents [R]. UCID-17412, LLNL(1977), CA: 87 186686.

[15] T Yong-J H, Philip F P, Alexander E G, et al. The solubility and recrystallization of 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-trinitrobenene in a 3-ethyl-1-methylimidazolium acetate-DMSO co-solvent system[J]. *New Journal of Chemistry*, 2009, 33: 50-56.

[16] 姬广富, 肖鹤鸣, 居学海, 等. TATB 晶体结构的周期性密度泛函理论研究[J]. 化学学报, 2003, 61(8): 1186-1191.
JI Guang-fu, XIAO He-ming, JU Xue-hai, et al. Periodic DFT studies on the structure of crystalline TATB [J]. *Acta Chimica Sinica*, 2003, 61(8): 1186-1191.

[17] 张浩斌, 孙杰, 舒远杰, 等. TATB 结晶技术研究进展[J]. 含能材料, 2010, 18(6): 711-716.
ZHANG Hao-bin, SUN jie, SHU Yuan-jie, et al. Review on TATB Recrystallization Technology[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2010, 18(6): 711-716.

[18] Talawar M B, Agarwal A P, Anniyappan M, et al. Method for preparation of fine TATB(2-5 μm) and its evaluation in plastic bonded explosive (PBX) formulations[J]. *Journal of Hazardous Materials B*, 2006, 137(3):1848-1852.

[19] 程开玉. 钝感炸药译文集[M]. 四川: 中物院科技信息中心, 1994: 233.

Liquid Chromatographic for Component Content in HMX/TATB Explosive Formulations

CHEN Ling^{1,2}, ZHAO Yin-bin^{1,2}, PANG Xiao-qing^{1,2}, ZHANG Yong^{1,2}

(1. Institute of Chemical Materials, CAEP, Mianyang 621999, China; 2. Energetic Materials Measurement and Evaluation Center of CAEP, Mianyang 621999, China)

Abstract: A rapid and accurate high performance liquid chromatographic method was developed for the simultaneous determination of TATB and HMX in explosive formulations. Dimethyl sulfoxide (DMSO) was used as the solvent and ultrasonic assisted to dissolve the sample. The influences of sample weight, dissolve time, mobile phase type, chromatographic column type and detection wavelength on results were investigated. The results show that HMX and TATB were confirmed to separate within 6.5 min by using C18 chromatographic column with mobile phase of acetonitrile and water at 45/55 (V/V). And the HMX and TATB could be extracted completely at the condition of ultrasonic for 1.0 h and standing at room temperature for more than 4.0 h after they were dissolved in 250 mL DMSO. The relative standard deviation of reproducibility ($n=8$) was 0.55% and 0.99%, respectively. Linear relationships between values of peak area and mass concentration of TATB and HMX were good in the ranges of 0.032–0.056 mg·mL⁻¹ ($R^2=1.0000$) and 0.011–0.016 mg·mL⁻¹ ($R^2=0.9999$).

Key words: explosive formulations; liquid chromatography; content of component

CLC number: TJ55; O65

Document code: A

DOI: 10.11943/CJEM2020137

(责编: 王艳秀)