

# BTF 炸药的高效液相色谱分析

梁叶明 张永吉 杨雪娟

(中国工程物理研究院化工材料研究所)

**摘要** 分析用的 BTF 参比样由苯二次络合法提纯获得, BTF 样品的定量分析系采用高效液相色谱法, 以 $\mu$ 3050 日立凝胶为柱填料, 甲醇-水作流动相, 能使 BTF 样品中的各有机物组分完全分离, 回收率为 99.9%, 主成分的标准偏差为 0.20%。

**关键词** 高效液相色谱 BTF

## 1 引言

BTF (Benzotrifuroxan) 的学名为苯并三-1,2,5-氧二氮茂-1,4,7-三氧化物, 又名苯基三唑氮氧化物。它之所以引起人们的注意, 主要原因在于它系无氢炸药, 其爆轰行为不同于含氢炸药; 具有高能量和良好的传爆性能, 其应用价值很值得探索。

但由于 BTF 中存在少量中间产物 1,3,5-三叠氮基-2,4,6-三硝基苯 (TATNB), 它是对冲击敏感的杂质, 可能导致在压制过程中发生爆炸事故; 它还加重了 BTF 与粘结剂等的不相容性, 因此, 曾经长期限制了它的应用。

Selig 介绍了用  $\text{CCl}_4$  或苯精制的 BTF, 经红外测定表明可以有效地除去 TATNB<sup>[1]</sup>, 从而既可提高其自身的安定性, 有利于改善其与粘结剂及金属的相容性, 又可改善压制工艺的安全性, 随着新粘结剂的出现和火工品等技术的发展, BTF 与其它材料的相容性问题, 会逐步得到解决, 可望部分取代太安等的应用领域。因此, 定量分析 BTF 含量, 显得十分重要。

关于 BTF 的理化分析问题, Selig 曾经提到采用测定熔点、红外分光光度法和非水溶液滴定法进行分析, 其它分析方法, 尚未见报道。

本文采用高效液相色谱法 (HPLC) 测定 BTF 样品的含量, 可以为质量控制和爆轰性能的研究和应用提供依据。

实验表明, 本法直接测定了 BTF 样品中有机组分, 具有快速、准确的特点。回收率为 99.9%, 标准偏差为 0.20%。

## 2 实验部分

### 2.1 BTF 的液相色谱分析

#### 2.1.1 仪器与试剂

日本日立公司产 638-50 型液相色谱仪, 多波长可任选紫外检测器; 无水甲醇、苯、

$\text{CCl}_4$ 、丙酮均为 AR 级, 1,3,5-三氯-2,4,6-三硝基苯(TCTNB)、 $\text{NaN}_3$  及 BTF 参比样均为自制品。此 BTF 参比样系经用苯二次络合法提纯, 再经蒸发去苯而得, 其熔点达  $199.8^\circ\text{C}$ , 接近文献报导<sup>[2]</sup>的最高值  $200^\circ\text{C}$ , 经付里叶红外光谱测定表明已除去 TATNB。

### 2.1.2 实验条件

流动相为甲醇-水(6:4), 流速  $1\text{ml}/\text{min}$ ; 日立<sup>®</sup> 3050 填料柱, 长  $250\text{mm}$ , 内径  $4.0\text{mm}$ ; UV 检测器波长为  $235\sim 254\text{nm}$ , 所用 BTF 的溶剂为甲醇。

## 3 结果与讨论

3.1 用双光束分光光度计分别测得了 BTF、TCTNB 和苯的光谱图。BTF 的最大吸收峰为  $257\text{nm}$ , 三氯三硝基苯与苯的最大吸收峰为  $215\text{nm}$ , 见图 1。

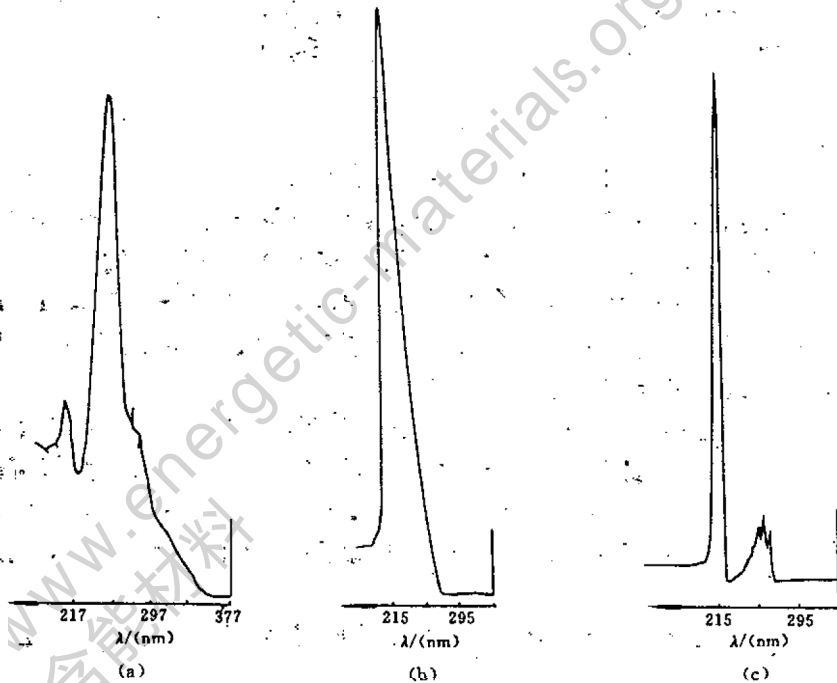


图 1 紫外光谱图

(a) BTF; (b) TCTNB; (c) 苯

Fig. 1 UV spectrogram of a) BTF, b) TCTNB, c) Benzene

图 1 表明, 测定 BTF 组分时, 波长宜选取  $255\text{nm}$ , 当同时测定苯、TCTNB、BTF 时, 由于杂质组分含量低, 波长选取低一些为宜。

3.2 在选定的色谱条件下, 有意识地在 BTF 试样中加入适量的合成过程中用的原料, 其色谱分离良好, 见图 2、图 3。

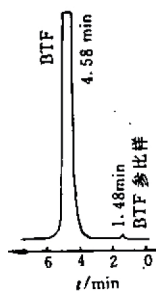


图2 BTF 参比样的 HPLC 图  
Fig. 2 HPLC chromatogram of reference sample to BTF

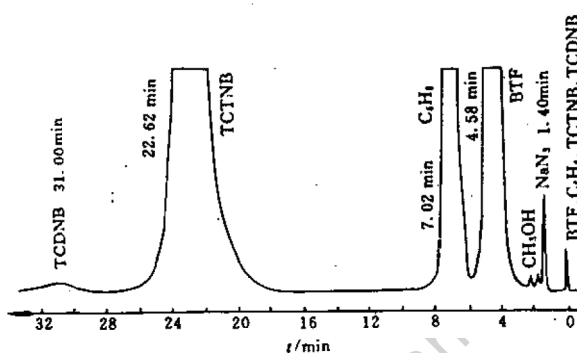


图3 BTF 与原料各组分的 HPLC 图  
Fig. 3 HPLC chromatogram of BTF with its starting agents

3.3 采用绝对标准曲线法,对一些样品进行了测试,其精密度和准确度都很高,回收率为 99.9%,BTF 成分的标准偏差为 0.20%,数据见表 1 及表 2。

表 1 标准曲线法测定的标准偏差

Table 1 Standard deviation of samples determined by standard curve method

组分	加入量 (mg)		测定量 (mg)						标准偏差 (%)
BTF	34.773	34.826	34.720	34.713	34.718	34.842	34.708	34.878	0.20
TCTNB	5.000	5.016	4.985	4.999	4.943	5.054	5.004	4.995	0.67

表 2 试样回收率的测定

Table 2 Recovery determination of analysed samples

编号	BTF			TCTNB			苯		
	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)
1	36.339	36.212	99.7	5.000	5.016	100.3	1.756	1.776	101.1
2	44.765	44.627	99.7	5.000	4.985	99.7	1.756	1.748	99.5
3	54.885	55.480	101.1	5.000	4.999	100.0	1.756	1.743	99.3
4	74.701	74.382	99.6	10.000	10.035	100.4	—	—	—
5	100.400	99.712	99.3	10.000	9.979	99.8	—	—	—
平均			99.9			100.0			100.0

3.4 从数十批 BTF 样品的质量分析中,选取三批比较典型的测定结果,列于表 3。

表 3 三批 BTF 样品的质量测定结果  
Table 3 Qualification results of BTF samples

批号	BTF 含量 (%)	灰分 (%)	不溶物 (%)	挥发分 (%)	熔点/(°C)	
					实测值	文献值 <sup>[2]</sup>
BTF-B	99.98	≤0.01	≤0.01	0	199.8	198~200
BTF-8	85.78	≤0.03	0.05	13.78	196.0	—
BTF-11	96.10	≤0.04	0.10	3.10	198.0	—

由此可见,通过 HPLC 测定 BTF 样品的含量与熔点的实测值对照,其敏感度是很高的,当 BTF 样品的熔点相差 1°C 时,其含量差为 2.1~3.5%,这表明用 HPLC 分析 BTF 样品,所得结果比较准确地反映了 BTF 样品的质量水平,为工艺过程的质量控制提供了依据。

### 参 考 文 献

- 1 Selig W. UCRL-7873, part V.
- 2 Dobratz B M. UCRL-52997.

## BTF ANALYSIS BY USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

Liang Yeming Zhang Yongji Yang Xuejuan  
(Institute of Chemical Materials, CAEP)

**ABSTRACT** BTF was quantitatively analysed by high performance liquid chromatography with Hitachi Gel 3050 as column filler and CH<sub>3</sub>OH-H<sub>2</sub>O as mobile phase, which could completely separate all the constituents in BTF sample with recovery of 99.9% and standard deviation of 0.20% compared to the principal component. The reference sample of BTF was purified by double complexing with benzene.

**KEY WORDS** high performance liquid chromatography, BTF.