

4 结论

采用设计的新合成方法制备了 ANPyO, ANPyO 及其中间体的结构,通过¹H NMR、IR、MS 得到了确证。新合成方法反应条件更为温和,更加安全,有利于放大合成,收率达到 90%。2,6-二氨基吡啶先乙酰化、氮氧化再硝化、水解,有利于提高氮氧化、硝化反应的收率,增加反应过程的安全性,同时避免使用浓硫酸等强酸作溶剂,后处理更加简单。

参考文献:

- [1] Karen L A, Lawrence H M, William S W, et al. ¹⁵N chemical shifts in energetic materials: CP/MAS and *ab initio* studies of aminonitropyridines, aminonitropyrimidines, and their *N*-oxides[J]. *J Mol Sci*, 2002, 3: 858 - 872.
- [2] Pagoria P F, Lee G S, Mitchell A R. A review of energetic materials synthesis[J]. *Thermochim Acta*, 2002, 384: 187 - 204.
- [3] 李金山, 黄奕刚, 董海山. 多硝基吡啶及其氮氧化物性能的理论预测[J]. 含能材料, 2004(增刊): 576 - 579.
- [4] LI Jin-shan, HUANG Yi-gang, DONG Hal-shan. Theoretical prediction of properties of polynitropyridines and their *N*-oxides [J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2004 (Supplement): 576 - 579.
- [5] 李金山, 黄奕刚, 董海山, 等. 多硝基吡啶的密度泛函理论研究[J]. 含能材料, 2003, 11(4): 178 - 181.
- [6] LI Jin-shan, HUANG Yi-gang, DONG Hal-shan, et al. Density functional theory study on polynitropyridines [J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2003, 11(4): 178 - 181.
- [7] Hollins R A, Merwin L M, Nissan R A. Aminonitropyridines and their *N*-oxides [J]. *Heterocycl Chem*, 1996, 33: 895 - 904.
- [8] Hans-Heinrich L. Performance and sensitivity of explosives [J]. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, 2000, 25: 126 - 132.
- [9] 成健, 姚其正, 刘祖亮, 等. 2,6-二氨基-3,5-二硝基吡啶-1-氧化物的合成与性能[J]. 含能材料, 2008, 16(6): 672 - 675.
- [10] CHENG Jian, YAO Qi-zheng, LIU Zu-liang, et al. Synthesis and properties of 2, 6-diamino-3, 5-dinitropyridine-1-oxide [J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2008, 16(6): 672 - 675.

Synthesis of 2,6-Diamino-3,5-dinitropyridine-1-oxide

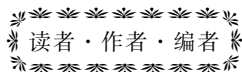
CHENG Jian¹, YAO Qi-zheng², LIU Zu-liang¹

(1. School of Chemical Engineering, Nanjing University of Science & Technology, Nanjing 210094, China;

2. School of Pharmacy, China Pharmaceutical University, Nanjing 210094, China)

Abstract: 2,6-Diamino-3,5-dinitropyridine-1-oxide (ANPyO) was synthesized with 2,6-diaminopyridine as a starting material by acetylation, *N*-oxidation, nitration and hydrolysis steps in turn, and the yield of ANPyO was up to 81%. The main factors affecting the acetylation, *N*-oxidation and nitration were investigated, and the structures of intermediates and ANPyO were characterized by ¹H NMR, MS and IR spectra.

Key words: organic chemistry; 2,6-diamino-3,5-dinitropyridine-1-oxide (ANPyO); synthesis; novel synthetic method



热分析研究最新专著——《含能材料热分析》

由我国火炸药热分析化学领域著名学者、专家、博士生导师、中国兵器工业第 204 研究所分析化学研究室原主任刘子如研究员撰写的《含能材料热分析》一书,由国防科技图书出版基金资助,已于 2008 年 11 月在国防工业出版社隆重出版。

刘子如研究员多年来一直从事火炸药分析化学、热化学、热稳定性和热分解动力学的研究工作,是我国从事含能材料热分析方面历史最长、经验最丰富的著名专家之一,在国内外专业学术期刊上发表论文已达 150 余篇,培养博士生和硕士生数十名。

《含能材料热分析》一书全面系统地论述了当代各类先进的热分析基本理论及技术特点,并以此研究含能材料的热化学及物理参数及其在实际应用中的关键技术。主要内容包括热安定性和相容性的评价;热物理常数测试方法的建立;热分解的动力学和机理;炸药结晶体“局部化学”行为;液体发射药的过冷性质;熔体的非等温动力学。具有创新性的内容还有,提出了由 DSC 获得的熔融焓 (*H*) 与组成 (*X*) 关系建立二元和三元相图的方法;高压 DSC 特征量与固体推进剂燃速的相关性;用动力学性能预估复合或交联推进剂的物理老化寿命;极限力学性能与动态力学性能的相关性等。本书涉及的热分析仪器种类较多,有通用的差示扫描量热 (DSC)、差热分析 (DTA) 和热重-微商热重 (TG-DTG) 技术,还有高压差示扫描量热 (PDSC)、动态热机械分析 (DMA) 以及热分析与其它方法如与红外和质谱联用技术: TG-DSC-FTIR、TG-DSC-MS 和热裂解红外原位池等先进技术。为我国含能材料的热分析数据库提供了大量详实的参考数据,其论述的热分析技术之全面,内容之丰富,数据之众多在国内热分析的科技书籍中尚不多见。

《含能材料热分析》为 16 开本,440 页,全书分为 8 章 50 节,每章后提供了参考文献。基于该书兼具热分析基础理论及分析实例的特点,即可作为一线广大科研及工程技术人员的专业性阅读及参考用书,也可作为高等院校相关专业的教材。该书售价 102 元。