

文章编号: 1006-9941(2011)03-0361-02

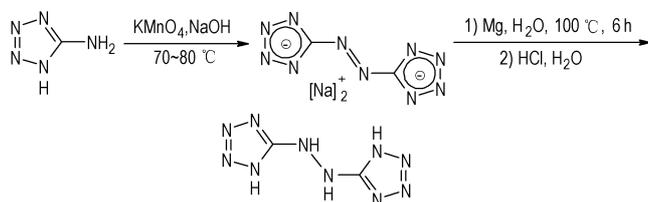
## 5,5'-胍基-双四唑的合成与性能

周小清, 马 卿, 张晓玉, 程碧波, 黄靖伦, 廖龙渝, 王 军

(中国工程物理研究院化工材料研究所, 四川 绵阳 621900)

5,5'-胍基-双四唑(HBT)<sup>[1]</sup>为白色粉末,爆速 9463 m·s<sup>-1</sup>,爆压 36.7 GPa(计算值,EXPLO5 code),冲击波感度(BAM methods) >30 J,氮含量 83.3%,晶体密度(XRD 实测)1.841 g·cm<sup>-3</sup>,是一种性能优良的高氮含能化合物,在气体发生剂、低特征信号推进剂、烟火剂和高能低感炸药等领域具有潜在的应用价值。

HBT<sup>[1-2]</sup>较成熟的合成方法是以5-氨基四唑(5-AT)为起始原料,经偶氮和还原两步反应得到目标化合物,合成路线如 Scheme 1。本研究在 Klapötke 等人的基础上,对 HBT 的合成方法进行了改进,并对其热性能及机械感度进行了研究。



Scheme 1 Synthetic route of HBT

## (1) 合成工艺

将5-AT加入到NaOH溶液中,70~80 °C搅拌下加入KMnO<sub>4</sub>,加热至反应回流1 h后热过滤,减压蒸馏,得淡黄色固体(偶氮四唑钠盐Na<sub>2</sub>ZT)。将Na<sub>2</sub>ZT溶于水,然后加入镁粉,加热至沸腾,回流6 h,停止加热,待冷至50 °C以下时过滤,将滤液倒至稀盐酸溶液中,搅拌0.5 h后过滤,得白色固体(HBT)。<sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>,300.13 MHz,25 °C) δ: 9.63(2H,s,四唑环NH),15.30(2H,s,胍基NH); MS m/z 167(M—H);

收稿日期: 2011-01-11; 修回日期: 2011-05-04

基金项目: 973 项目(613830101)资助

作者简介: 周小清(1977-),女,助研,从事新型含能材料合成及性能研究。e-mail: zhqx\_a@yahoo.cn

通讯联系人: 王军(1970-),男,副研,主要从事新型含能材料合成及性能研究。e-mail: wj19701023@sina.com

元素分析(%),C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>N<sub>10</sub>理论值(实测值): C 14.29(14.43), H 2.40(2.35), N 83.31(83.01); IR(KBr, cm<sup>-1</sup>): 3206.3, 3118.4, 3033.5, 2997.4, 2887.4, 1645.8, 1624.9, 1528.6, 1409.1, 1376.0, 1273.1, 1128.4, 1109.5, 1070.5, 1061.6, 999.6。

文献[1]合成方法中,在偶氮四唑钠盐的还原阶段需要通氮气保护,本实验在无氮气保护下,获得了化合物HBT,简化了合成工艺条件。

## (2) 热性能

HBT的DSC及TGA如图1及图2所示,样品质量为1.6670 mg,升温速率10 °C·min<sup>-1</sup>,工作气氛为氮气,氮气流量40 mL·min<sup>-1</sup>。

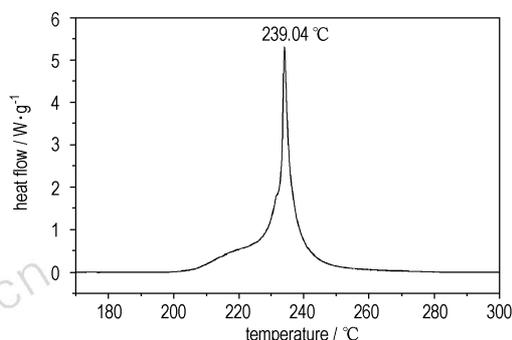


图1 HBT的DSC曲线

Fig.1 DSC curve of HBT

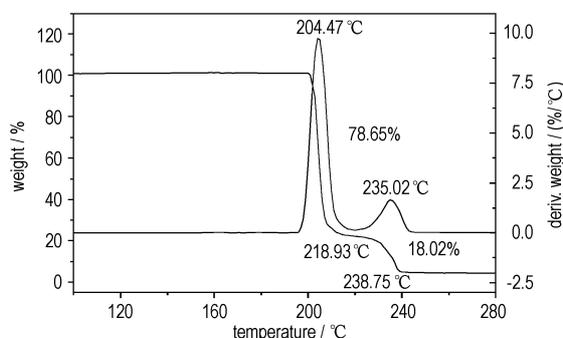


图2 HBT的TGA曲线

Fig.2 TGA curves of HBT

