

文章编号: 1006-9941(2015)01-0013-05

两种呔咱并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪化合物的合成、晶体结构及热性能

刘宁, 王伯周, 李辉, 李亚南, 霍欢, 翟连杰, 来蔚鹏

(西安近代化学研究所, 陕西 西安 710065)

**摘要:** 以 5,6-二氯呔咱并[3,4-*b*]吡嗪为原料,经叠氮化、胺化两步反应分别制得 7-叠氨基呔咱并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪(AzFTP)和 7-氨基呔咱并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪(AmFTP),并首次培养了 AmFTP 的单晶。X 射线单晶衍射分析结果表明: AmFTP 晶体属于正交晶系,  $P2_12_12_1$  空间群,  $a=0.7117(18)$  nm,  $b=0.8088(2)$  nm,  $c=1.1871(8)$  nm,  $V=0.6833(3)$  nm<sup>3</sup>,  $Z=4$ ,  $D_c=1.732$  g·cm<sup>-3</sup>,  $\mu=0.138$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000)=360$ ,  $R_1=0.0376$ ,  $wR_2=0.0988$ ; 采用差示扫描量热(DSC)、热重(TG)分析考察了目标化合物的热性能,热分解峰温分别为 149.9,186.0 °C,表明 AmFTP 比 AzFTP 具有更好的热稳定性。

**关键词:** 有机化学; 呔咱并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪; 合成; 晶体结构; 热性能

**中图分类号:** TJ55; O62

**文献标志码:** A

**DOI:** 10.11943/j.issn.1006-9941.2015.01.003

## 1 引言

富氮化合物通常指含氮量达到 50% 以上的氮杂环类化合物,包括五元氮杂环化合物(咪唑、吡唑、三唑、四唑)、六元氮杂环化合物(二嗪、三嗪、四嗪)及富氮呔咱等数种<sup>[1-3]</sup>。在含有氮氧配键的杂环化合物中,呔咱并吡嗪类化合物受到各国的广泛关注<sup>[4-8]</sup>,其中呔咱并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪类化合物是一类新型的富氮高能化合物,其分子结构中含有大量的 N—N、N—O 和 C—N 键,因而具有高的正生成焓,且分子结构中的低碳、氢含量使其更容易达到氧平衡。7-叠氨基呔咱并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪(AzFTP)和 7-氨基呔咱并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪(AmFTP)为该类型化合物中的代表,其含氮量分别高达 68.6% 和 62.9%,可用于高能钝感炸药、气体发生剂、低特征信号推进剂和烟火药等<sup>[9]</sup>。以上化合物的制备反应条件简单,收率高,所用原料成本低廉,易于实现工业化生产,应用前景十分广阔。

Andrianov 等<sup>[9]</sup>首次报道了 AzFTP 和 AmFTP 的合成,表征了 AzFTP 的晶体结构,但未对 AmFTP 的晶体结构及以上化合物的热性能进行进一步研究。为了更好地研究 AzFTP 和 AmFTP 的结构与其热稳定性的关

系,本研究以 5,6-二氯呔咱并[3,4-*b*]吡嗪为原料,经叠氮化、胺化反应分别制备了 AzFTP 和 AmFTP,并完善了两种化合物的结构表征数据;首次培养出 AmFTP 的单晶,并进行了晶体结构研究;初步研究了 AzFTP 和 AmFTP 的热性能,为进一步开展其应用奠定基础。

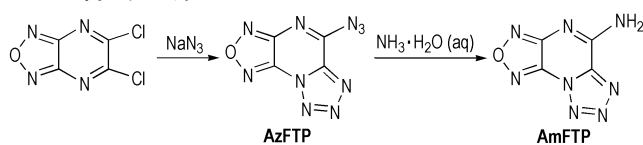
## 2 实验部分

## 2.1 试剂与仪器

5,6-二氯呔咱并[3,4-*b*]吡嗪由实验室自制<sup>[10]</sup>;叠氮化钠,氨水(25% aq.),丙酮,二氯甲烷,石油醚(60~90 °C),乙酸乙酯均为分析纯;乙腈为色谱纯。

ZF-II 型三用紫外仪,上海市安亭电子仪器厂;NEXUS 870 型傅里叶变换红外光谱仪,美国热电尼高力公司;AV 500 型(500MHz)超导核磁共振仪,瑞士 BRUKER 公司;micrOTOF-Q II 型质谱仪,美国 BRUKER 公司;VARIO-EL-3 型元素分析仪,德国 EXE-MENTAR 公司;LC-2010A 型高效液相色谱仪(归一化法),日本岛津公司;Q-200 型差示扫描量热仪,美国 TA 公司;TA 2950 热重仪,美国 Nicolet 公司;X-6 型显微熔点测定仪,北京泰克仪器有限公司。

## 2.2 合成路线



Scheme 1

收稿日期: 2013-10-21; 修回日期: 2013-12-16

基金项目: 国防科工局基础科研项目(B09201100051)和国家自然科学基金(21243007)

作者简介: 刘宁(1984-),男,助理研究员,主要从事含能材料的合成及性能研究。e-mail: flackliu@sina.com

## 2.3 实验过程

### 2.3.1 7-叠氨基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 (AzFTP) 的合成

将叠氮化钠 (3.12 g, 48 mmol) 溶于水 (20 mL) 中, 搅拌下向其中滴加 5,6-二氯咪唑并[3,4-*b*]吡嗪 (3.06 g, 16 mmol) 的丙酮 (10 mL) 溶液, 约 10 min 滴毕, 继续在室温下搅拌反应 2 h。停止反应, 用二氯甲烷 (3×30 mL) 萃取, 合并有机相并用饱和食盐水洗涤, 经无水硫酸钠干燥后蒸除溶剂, 得 7-叠氨基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 3.05 g, 收率 93.4%, *m. p.*: 97 °C。

<sup>13</sup>C NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 125 MHz),  $\delta$ : 154.14, 152.46, 143.21, 141.08; IR (KBr,  $\nu/\text{cm}^{-1}$ ): 2188 (N<sub>3</sub>), 1642, 1516 (C=N), 1493, 1411, 1305, 1214, 994 (咪唑环), 967, 864, 621; Anal. Calcd for C<sub>4</sub>N<sub>10</sub>O: C 23.54, N 68.62; Found C 23.58, N 68.42。

### 2.3.2 7-氨基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 (AmFTP) 的合成

将 AzFTP (2.04 g, 10 mmol) 溶于无水乙腈 (60 mL) 中, 搅拌下向其中滴加 25% 氨水 (1.4 mL), 约 10 min 滴毕, 继续在室温下搅拌反应 0.5 h。停止反应, 过滤除去不溶物, 所得滤液蒸除溶剂后经柱色谱分离 (洗脱剂为石油醚: 乙酸乙酯 = 2:1), 得 7-氨基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 1.55 g, 收率 87.1%, *m. p.*: 186 °C (分解)。

<sup>1</sup>H NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz),  $\delta$ : 9.22 (d, 2H, NH<sub>2</sub>); <sup>13</sup>C NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 125 MHz),  $\delta$ : 154.38, 151.01, 142.70, 140.44; IR (KBr,  $\nu/\text{cm}^{-1}$ ): 3309, 3160 (—NH<sub>2</sub>), 1672, 1551, 1519 (C=N), 1423, 1332, 1230, 1123, 1081, 1007 (咪唑环), 973, 850; Anal. Calcd for C<sub>4</sub>H<sub>2</sub>N<sub>8</sub>O: C 26.97, H 1.13, N 62.91; Found C 26.69, H 1.18, N 63.00。

## 2.4 AmFTP 的单晶培养与测定

### 2.4.1 AmFTP 单晶培养

称取 0.2 g 自制 AmFTP 纯品, 加入适量丙酮, 充分溶解后得到淡黄色溶液, 置于干净的试管中, 30 °C 下放置 3 d 后, 得到淡黄色晶体。从中挑选适当大小的晶体颗粒进行结构测试及分析。

### 2.4.2 AmFTP 结构测定

选取尺寸为 0.36 mm×0.28 mm×0.14 mm 的单晶, 在 Siemens P4 型四圆衍射仪上, 用 Mo K $\alpha$  射线 ( $\lambda=0.071073$  nm)、石墨单色器, 在 296(2) K 温度下,

以  $\omega$  扫描方式扫描, 扫描范围:  $3.05^\circ \leq \theta \leq 25.09^\circ$ ,  $-5 \leq h \leq 8$ ,  $-8 \leq k \leq 9$ ,  $-13 \leq l \leq 14$ , 共收集衍射点 3343 个, 其中独立衍射点 1219 个 [ $R(\text{int})=0.0536$ ], 选取  $I > 2\sigma(I)$  的 1219 个点用于结构的测定和修正, 结构参数经全矩阵最小二乘法修正, 所有计算工作均用 SHELXTL097 程序包完成。CCDC: 955442。

## 3 结果与讨论

### 3.1 AmFTP 的晶体结构分析

AmFTP 晶体的分子结构和分子在晶胞中的堆积分别示于图 1 和图 2, 晶体结构数据及精修参数、主要键长和键角分别列于表 1 和表 2 中。

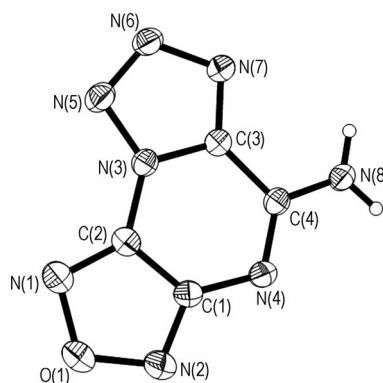


图 1 AmFTP 的分子立体构型图

Fig.1 Spatial configuration of AmFTP 7-aminofurazano[3,4-*b*]tetrazolo[1,2-*d*]pyrazine

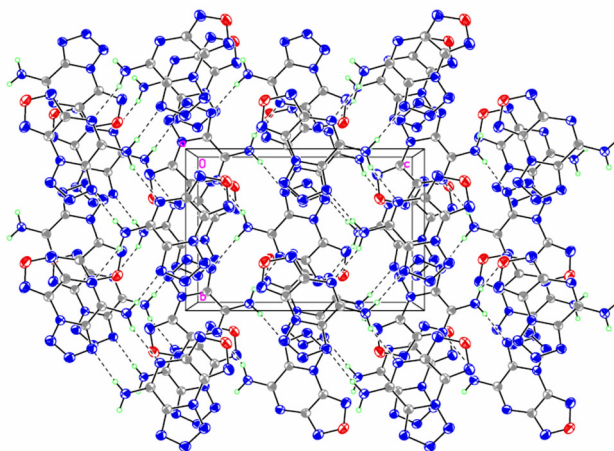


图 2 AmFTP 的晶胞堆积图

Fig.2 Unit cell diagram of AmFTP

分析图 1 和表 2 可知, 氨基氮同相连的吡嗪环碳原子之间的 N(8)—C(4) 键长为 1.318(2) Å, 接近 C=N 键长<sup>[11]</sup>, 表明氨基同吡嗪环存在一定程度的共轭。除 N(8)—C(4) 外, 其余 C—N 键长从 1.293(3) Å

到 1.387(3) Å 不等,平均键长 1.33 Å<sup>[11]</sup>,所有键长均介于报道的 C—N 单键与 C=N 双键键长之间;二面角 N(2)—C(1)—C(2)—N(3)、N(7)—C(3)—C(4)—N(4) 和 N(5)—N(3)—C(2)—N(1) 分别为 179.52(19)°、179.4(2)° 和 -0.5(4)°,说明咪唑环、吡嗪环和四唑环均处在一个平面内,形成了一个完整的共轭体系,使得该化合物表现出较好的稳定性。

AmFTP 的氢键数据如表 3。从图 2 可以看出,AmFTP 分子间排列成规则的层状结构,从表 3 可知,AmFTP 分子间存在两种分子间氢键:(1)氨基上的氢与相邻分子四唑环上氮原子之间的氢键,即 N(8)—H(8A)⋯N(7),其键长为 2.1669(17) Å;(2)氨基上的氢与相邻分子吡嗪环上氮原子之间的氢键,即 N(8)—H(8B)⋯N(4),其键长为 2.2009(16) Å。这两种氢键连接相邻的分子,使得分子排列更加紧密,进而使晶体结构更加稳定。

表 2 AmFTP 的主要键长和键角

Table 2 Selected bond lengths and bond angles of AmFTP

bond	length/Å	bond	angle/(°)	bond	length/Å	bond	angle/(°)
N(1)—C(2)	1.293(3)	C(2)—N(1)—O(1)	102.74(17)	N(1)—O(1)	1.378(3)	C(1)—N(2)—O(1)	104.66(19)
N(2)—C(1)	1.304(3)	C(3)—N(3)—N(5)	108.85(17)	N(2)—O(1)	1.394(3)	C(3)—N(3)—C(2)	119.43(17)
N(3)—C(3)	1.342(3)	N(5)—N(3)—C(2)	131.71(17)	N(3)—N(5)	1.347(2)	C(4)—N(4)—C(1)	115.72(17)
N(3)—C(2)	1.387(3)	N(6)—N(5)—N(3)	105.40(15)	N(4)—C(4)	1.307(3)	N(5)—N(6)—N(7)	111.71(17)
N(4)—C(1)	1.371(3)	C(3)—N(7)—N(6)	105.46(17)	N(5)—N(6)	1.288(3)	C(4)—N(8)—H(8A)	120
N(6)—N(7)	1.362(2)	C(4)—N(8)—H(8B)	120	N(7)—C(3)	1.305(3)	H(8A)—N(8)—H(8B)	120
N(8)—C(4)	1.318(2)	N(1)—O(1)—N(2)	112.20(15)	N(8)—H(8A)	0.86	N(2)—C(1)—N(4)	125.9(2)
N(8)—H(8B)	0.86	N(2)—C(1)—C(2)	107.83(19)	C(1)—C(2)	1.405(3)	N(4)—C(1)—C(2)	126.26(19)
C(3)—C(4)	1.476(3)	N(1)—C(2)—N(3)	130.8(2)	N(1)—C(2)—C(1)	112.6(2)	N(2)—C(1)—C(2)—N(3)	179.52(19)
N(3)—C(2)—C(1)	116.59(17)	N(4)—C(1)—C(2)—N(1)	179.5(2)	N(7)—C(3)—N(3)	108.58(18)	N(7)—C(3)—C(4)—N(4)	179.4(2)
N(7)—C(3)—C(4)	131.04(19)	N(3)—C(3)—C(4)—N(8)	177.13(19)	N(3)—C(3)—C(4)	120.34(18)	C(2)—N(3)—C(3)—N(7)	178.49(16)
N(4)—C(4)—N(8)	121.63(19)	N(5)—N(3)—C(3)—C(4)	-178.42(17)	N(4)—C(4)—C(3)	121.58(18)	O(1)—N(2)—C(1)—N(4)	-179.7(2)
N(8)—C(4)—C(3)	116.8(2)	N(5)—N(3)—C(2)—N(1)	-0.5(4)				

表 3 AmFTP 的氢键参数

Table 3 H-bonding parameters of AmFTP

bond	length (D—H)/Å	length (H⋯A)/Å	length (D⋯A)/Å	angle / (°)
N(8)—H(8A)⋯N(7)	0.8600	2.1669(17)	3.0221(24)	173.016
N(8)—H(8B)⋯N(4)	0.8600	2.2009(16)	3.0079(23)	156.262

## 3.2 AzFTP 和 AmFTP 的热性能

### 3.2.1 7-叠氨基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 (AzFTP) 的热性能

AzFTP 在升温速率为 10 °C·min<sup>-1</sup> 下的 DSC 曲线如图 3 所示。由图 3 可见,AzFTP 有 3 个明显的吸热、放热峰, $T_{p1}=97.4$  °C 时的尖锐吸热峰为该物质的熔化

表 1 AmFTP 的晶体结构数据及精修参数

Table 1 Crystal structure refinement parameters of AmFTP

empirical formula	C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> N <sub>8</sub> O
formula weight	178.14
<i>T</i> /K	296(2)
$\lambda$ /nm	0.071073
crystal system	orthorhombic
space group	<i>P</i> 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub>
unit cell dimensions/nm	<i>a</i> = 0.7117(18) <i>b</i> = 0.8088(2) <i>c</i> = 1.1871(8)
<i>V</i> /nm <sup>3</sup>	0.6833(3)
<i>Z</i>	4
<i>D<sub>c</sub></i> /g·cm <sup>-3</sup>	1.732
$\mu$ /mm <sup>-1</sup>	0.138
<i>F</i> (000)	432
goodness-of-fit on <i>F</i> <sup>2</sup>	1.051
final <i>R</i> indices ( <i>I</i> >2 $\sigma$ ( <i>I</i> ))	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0376, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.0988
<i>R</i> indices (all data)	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0394, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.1088
largest diff. peak and hole/e·nm <sup>-3</sup>	183 and -155

峰,显示为该物质的熔点; $T_{p2}=149.9$  °C 时的放热峰为该物质的第一个热分解放热峰, $T_{p3}=174.4$  °C 时的放热峰为该物质的第二个热分解放热峰。

图 4 为 AzFTP 在常压下的 TG/DTG 曲线,从图 4 中可以看出该试样的热分解分为两个阶段。在温度低于 134.96 °C 时,该物质失重较少,累积失重仅为 6.9%;失重第一阶段的峰值出现在 148.7 ~ 241.4 °C,累积失重为 39.3%;失重第二阶段为一持续过程,无明显峰值,至 497.84 °C 时热分解累计失重 3.8%。对比 DSC 与 TG/DTG 分析结果,其 DTG 峰值温度与 DSC 热分解第一个放热峰一致。DSC 曲线上 97.4 °C 的吸热峰是该物质的熔融吸热过程。因此,DSC 曲线上的

放热峰和 DTG 曲线上的失重峰均为该物质的液相分解过程。

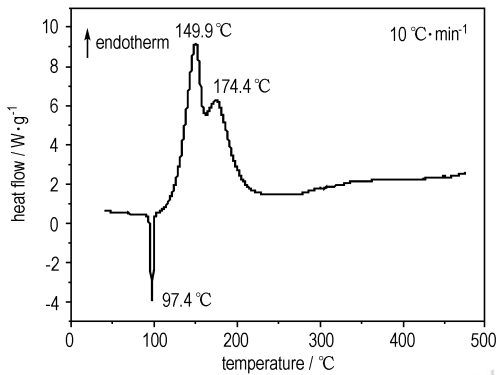


图 3 AzFTP 的 DSC 曲线

Fig. 3 DSC curve of AzFTP

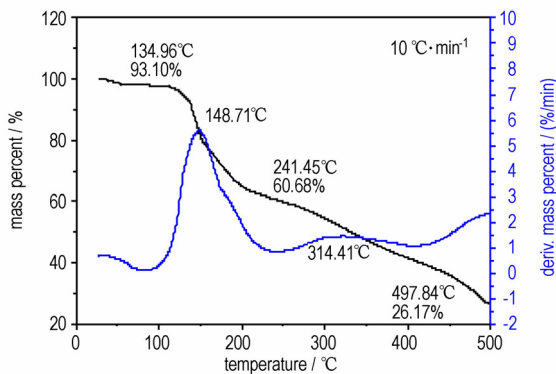


图 4 AzFTP 的 TG-DTG 曲线

Fig. 4 TG-DTG curves of AzFTP

### 3.2.2 7-氨基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 (AmFTP) 的热性能

AmFTP 在升温速率为  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  下的 DSC 曲线如图 5 所示。在图 5 上未观察到 AmFTP 的吸热峰, 在  $T_p=186.0\text{ }^{\circ}\text{C}$  的尖锐放热峰为该物质的热分解放热峰, 说明 AmFTP 未达到熔点即开始分解。

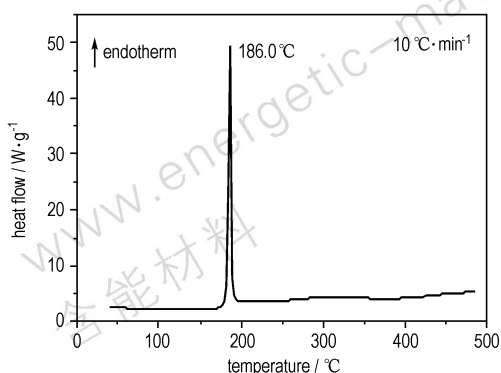


图 5 AmFTP 的 DSC 曲线

Fig. 5 DSC curve of AmFTP

图 6 为 AmFTP 在常压下的 TG/DTG 曲线, 从图 6 中可以看出, 当温度低于  $181.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  时该物质失重较少, 累积失重仅为 4.4%; 在温度从  $181\text{ }^{\circ}\text{C}$  上升到  $188\text{ }^{\circ}\text{C}$  的过程中, 该物质快速失重, 热分解累计失重达 85.2%。对比 DSC 与 TG/DTG 分析结果, 其 DTG 峰值温度与 DSC 热分解放热峰一致。由于 DSC 曲线上未出现吸热熔化峰, 因此 DSC 的放热峰和 DTG 的失重峰均为该物质的固相分解过程。

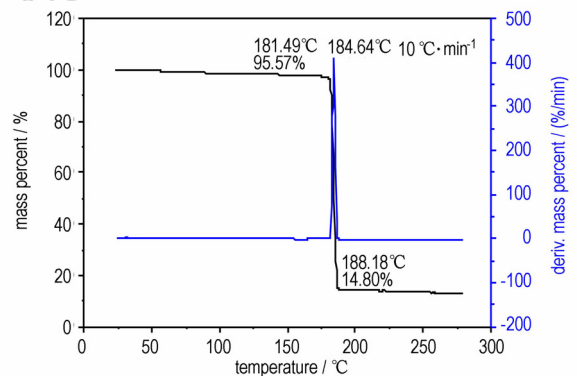


图 6 AmFTP 的 TG-DTG 曲线

Fig. 6 TG-DTG curves of AmFTP

对比 AzFTP 和 AmFTP 的热分析结果发现, AmFTP 的热稳定性好于 AzFTP。这是由于 AmFTP 分子中的氨基氢与相邻分子形成氢键, 提高了分子的晶格能, 使得其熔点升高, 热稳定性增强; 而 AzFTP 分子中无氢键作用, 晶格能较低, 且叠氮基不稳定, 加热易分解释放  $\text{N}_2$ , 故 AzFTP 的熔点和分解点较 AmFTP 低。

## 4 结论

以 5,6-二氯咪唑并[3,4-*b*]吡嗪为原料, 经叠氮化、氨化反应合成了 7-叠氮基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 (AzFTP) 和 7-氨基咪唑并[3,4-*b*]四唑并[1,2-*d*]吡嗪 (AmFTP), 收率分别高达 93.4% 和 87.1%。

首次培养了 AmFTP 单晶, X 射线单晶衍射结果表明: AmFTP 晶体属于正交晶系,  $P2_12_12_1$  空间群,  $a=0.7117(18)\text{ nm}$ ,  $b=0.8088(2)\text{ nm}$ ,  $c=1.1871(8)\text{ nm}$ ,  $V=0.6833(3)\text{ nm}^3$ ,  $Z=4$ ,  $D_c=1.732\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ,  $\mu=0.138\text{ mm}^{-1}$ ,  $F(000)=360$ ,  $R_1=0.0376$ ,  $wR_2=0.0988$ 。AmFTP 分子间氢键连接相邻的分子构成二维层状结构, 使得分子排列规则, 晶体结构更稳定。

分析了 AzFTP 和 AmFTP 的热稳定性, 其热分解峰温分别为  $149.9, 186.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 表明 AmFTP 比 AzFTP 具有更好的热稳定性。

## 参考文献:

- [1] 黄明, 李洪珍, 李金山. 高氮含能化合物的合成及反应性[J]. 含能材料, 2006, 14(6): 457-462.  
HUANG Ming, LI Hong-zhen, LI Jin-shan. Review on synthesis of high-nitrogen energetic compounds[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2006, 14(6): 457-462.
- [2] 张德雄, 张衍, 王琦. 呔咱系列高能量密度材料的发展[J]. 固体火箭技术, 2004, 27(1): 32-36.  
ZHANG De-xiong, ZHANG Yan, WANG Qi. Advances in high energy density matter of furazan series[J]. *Journal of Solid Rocket Technology*, 2004, 27(1): 32-36.
- [3] 王宏社, 杜志明. 富氮化合物研究进展[J]. 含能材料, 2005, 13(3): 196-199.  
WANG Hong-she, DU Zhi-ming. Progress in synthesis and properties of nitrogen-rich compounds[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2005, 13(3): 196-199.
- [4] Sheremetev A B, Yudin I L. Advances in the chemistry of furazano[3,4-*b*]pyrazines and their analogues[J]. *Russia Chemical Reviews*, 2003, 72(1): 87-100.
- [5] Tselinskii I V, Mel'nikova S F, Romanova T V, et al. 4*H*, 8*H*-Difurazano[3,4-*b*]; 3', 4'-*e*]pyrazine and some its derivatives [J]. *Russia Journal of Organic Chemistry*, 1997, 33(11): 1656-1665.
- [6] Starchenkov I B, Andrianov V G, Mishnev A F. Chemistry of furazano[3,4-*b*]pyrazine. 1. Synthesis and thermodynamic appraisal of 4,8-dihydrodifurazano[3,4-*b*]pyrazine and its derivatives[J]. *Chemistry of Heterocyclic Compounds*, 1997, 33(2): 216-228.
- [7] 毕福强, 王伯周, 王锡杰, 等. 1,4-二硝基呔咱并[3,4-*b*]吡嗪(DNFP)的合成[J]. 含能材料, 2009, 17(5): 537-540.  
BI Fu-qiang, WANG Bo-zhou, WANG Xi-jie, et al. Synthesis of 1,4-dinitrofurazano[3,4-*b*]piperazine[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2009, 17(5): 537-540.
- [8] 刘宁, 王伯周, 李辉, 等. 1,2,3-三氮唑[4,5-*e*]呔咱并[3,4-*b*]吡嗪-6-氧化物的合成与表征[J]. 兵工学报, 2012, 33(增刊2): 88-91.  
LIU Ning, WANG Bo-zhou, LI Hui, et al. Synthesis and characterization of 1,2,3-triazolo[4,5-*e*]furazano[3,4-*b*]pyrazine-6-oxides[J]. *Acta Armamentarii*, 2012, 33(Suppl. 2): 88-91.
- [9] Starchenkov I B, Andrianov V G, Mishnev A F. Chemistry of furazano[3,4-*b*]pyrazines 2. nucleophilic substitution of the azido group in furazano[3,4-*b*]pyrazines[J]. *Chemistry of Heterocyclic Compounds*, 1997, 33(8): 977-981.
- [10] Starchenkov I B, Andrianov V G. Chemistry of furazano[3,4-*b*]pyrazines 3. method for the synthesis of 5,6-disubstituted furazano[3,4-*b*]pyrazines [J]. *Chemistry of Heterocyclic Compounds*, 1997, 33(10): 1219-1233.
- [11] 陈小明, 蔡继文, 编著. 单晶分析结构原理及实践[M]. 北京: 科学出版社. 2003:124-126.

Synthesis, Crystal Structure and Thermal Properties of Two Furazano[3,4-*b*]tetrazolo[1,2-*d*]pyrazines

LIU Ning, WANG Bo-zhou, LI Hui, LI Ya-nan, HUO Huan, ZHAI Lian-jie, LAI Wei-peng

(Xi'an Modern Chemistry Research Institute, Xi'an 710065, China)

**Abstract:** 7-Azidofurazano[3,4-*b*]tetrazolo[1,2-*d*]pyrazine (AzFTP) and 7-aminofurazano[3,4-*b*]tetrazolo[1,2-*d*]pyrazine (AmFTP) were synthesized using 5,6-dichlorofurazano[3,4-*b*]pyrazine as starting material, via azidation and amination reaction. The single crystal of AmFTP was firstly cultivated and tested by single-crystal X-ray diffraction. The crystal belongs to orthorhombic system, space group  $P2_12_12_1$  with crystal parameters  $a = 0.7117(18)$  nm,  $b = 0.8088(2)$  nm,  $c = 1.1871(8)$  nm,  $V = 0.6833(3)$  nm<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_c = 1.732$  g · cm<sup>-3</sup>,  $\mu = 0.138$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 360$ ,  $R_1 = 0.0376$ ,  $wR_2 = 0.0988$ . Thermal properties of target compounds were studied using differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric (TG). Results show that AmFTP has better thermal stability than AzFTP.

**Key words:** organic chemistry; furazano[3,4-*b*]tetrazolo[1,2-*d*]pyrazine; synthesis; crystal structure; thermal property

**CLC number:** TJ55; O62

**Document code:** A

**DOI:** 10.11943/j.issn.1006-9941.2015.01.003