

трубкой, помещают 38 г нитрила триметилуксусной кислоты в 770 мл метанола. В течение 3 ч при перемешивании и температуре не выше 40 °С в колбу дозируют 65,6 г натрия. Затем массу охлаждают и при охлаждении и интенсивном перемешивании в массу приливают 320 мл концентрированной соляной кислоты. Выпавший осадок хлорида натрия отфильтровывают, промывают на фильтре 100 мл метанола. Фильтрат упаривают при пониженном давлении досуха, к остатку добавляют 300 мл изопропилового спирта и нагревают до кипения. Горячую суспензию фильтруют, фильтрат охлаждают, после чего к нему приливают 300 мл диэтилового эфира. После охлаждения до минус 18 °С выпадает осадок, который отфильтровывают и высушивают на воздухе. Получают 49,5 г гидрохлорида неопентиламина. Выход 85 %.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. D.Y. Curtin, S.M. Gerber // J. Amer. Chem. Soc. – 1952. – Vol. 74. – P. 4052-4056.
2. L.A. Walter, S.M. McElvain // J. Amer. Chem.

Soc. – 1934. – Vol. 56. – P. 1614-1616.

3. H. Koch, W. Haaf // Justus Liebigs Annalen der Chemie. – 1958. – Vol. 618. – P. 251-261.

Сурмачев Владимир Николаевич, кандидат химических наук, научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук, dir@ipcet.ru, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, д.1.

Сысолятин Сергей Викторович, директор, доктор химических наук Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук, dir@ipcet.ru, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, д.1.

Тильзо Михаил Викторович, младший научный сотрудник лаборатории «Синтеза высокоэнергетических соединений» Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения РАН (ИПХЭТ СО РАН), 659322 г. Бийск Алтайского края, ул. Социалистическая 1, E-mail: mihail.tilzo@mail.ru. Р.т. (3854)301489.

УДК 547.416.4

СИНТЕЗ И ИЗУЧЕНИЕ ОСНОВНЫХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ 2,6,8,12-ТЕТРАНИТРО-4,10-ДИНИТРОЗО-2,4,6,8,10,12-ГЕКСААЗАИЗОВЮРЦИТАНА

Г.В. Теплов, Н.И. Попок, О.А. Лукьянов

В работе показан один из способов синтеза перспективного высокоэнергетического соединения – 2,6,8,12-тетранитро-4,10-динитрозо-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана. Изучены его основные физико-химические и термодинамические свойства.

Ключевые слова: полициклические нитрамыны, CL-20, N-нитрозопроизводные, чувствительность, растворимость.

Одним из наиболее интересных соединений, открытых в последнее время в химии высокоэнергетических веществ, является полициклический нитрамин - 2,4,6,8,10,12 -гексанитро - 2,4,6,8,10,12 - гексаазаизовюрцитан, широко известный как CL-20. Благодаря превосходным энергетическим характеристикам этот материал используют в качестве компонента для изготовления уникальных по свойствам взрывчатых составов и ракетных топлив. Высокие параметры CL-20 достигаются благодаря его напряженной каркасной полициклической структуре с шестью нитрогруппами.

Однако CL-20 обладает рядом недостатков, которые существенно ограничивают

его применение в сфере высокоэнергетических материалов. Для их устранения ведутся многочисленные работы по усовершенствованию процесса синтеза CL-20 и получению новых высокоэнергетических производных с 2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитановым остовом.

Цель настоящей работы - разработка рационального метода синтеза и определение основных физико-химических и термодинамических характеристик перспективного высокоэнергетического соединения - 2,6,8,12-тетранитро-4,10-динитрозо-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана (1) (схема 1).

Синтез 2,6,8,12-тетранитро-4,10-динитрозо-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана
На схеме 1 представлен один из способов

синтеза целевого продукта 1, в основе которого лежит идея «защиты» атомов азота трифторацетильными группами.

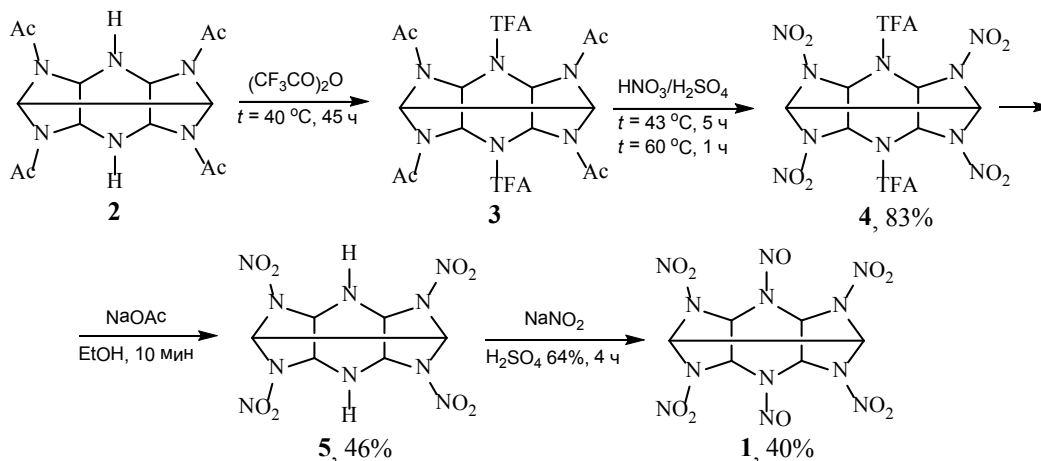


Схема 1. Синтез 2,6,8,12-тетранитро-4,10-динитрозо-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана

Для этого на первой стадии исходный 2,6,8,12-тетраацетил-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитан (2) вводили в реакцию с трифторуксусным ангидридом¹. Затем проводили нитрование полученного соединения 3 и последующее снятие трифторацетильных групп с образованием диамина 4. На последней стадии осуществлялось нитрозирование с получением целевого продукта 1 (схема 1).

По разработанной схеме синтеза были наработаны опытные образцы указанного соединения для определения основных физико-химических и термодинамических свойств.

Изучение и оценка основных физико-химических и термодинамических свойств.

Указанное соединение представляет собой белый или желтоватый порошок. Оно практически нерастворимо в воде, ограниченно растворимо в неполярных растворителях и достаточно хорошо в апротонных диполярных растворителях.

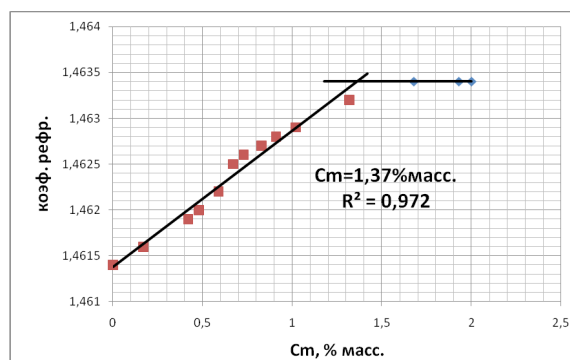
Согласно результатам ДТА, 2,6,8,12-тетранитро-4,10-динитрозо-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитан начинает разлагаться при 206 °С и интенсивно разлагается при 213 °С, что говорит о достаточно высокой устойчивости исследуемого вещества.

Плотность указанного соединения была определена в ИНЭОС РАН методом РСА и составила 1.88 г/см³, а расположение атомов в кристаллической решетке подобно распо-

ложению соответствующих атомов в b-форме CL-20. Важно отметить, что по предварительным данным целевой продукт 1 не обладает полиморфизмом и существует в виде одной полиморфной модификации, что делает его в этом плане более предпочтительным, чем CL-20.

Также исследована растворимость динитрозопроизводного 1 в нитроглицерине при 50 °С методом рефрактометрии (рис).

Максимальная растворимость в нитроглицерине при 50 °С составила 1.37 % масс. Данный показатель чуть выше, чем у кристаллической ε-модификации CL-20, однако это не мешает применению соединения 1 в составах смесевых твердых ракетных топлив.



Калибровочная зависимость растворимости в нитроглицерине

Испытания по определению чувствительности к трению при ударном сдвиге, проведен-

¹ Bellamy, A.J. // Propellants, Explosives, Pyrotech-nics. – 2007. – N. 1. – V. 32. – P. 20-30.

ные нами по ГОСТ РВ 50874-96, показали, что нижний предел чувствительности составляет 1200 кг/см². Также в таблице 1 представлены результаты к удару согласно ОСТ В 84-892-74.

Чувствительность к удару ОСТ В 84-892-74.		Таблица 1.
Характеристика	Масса груза, кг	Результат
Нижний предел чувствительности, мм	10	-
	2	150
Частота взрывов, %; H = 250 мм	10	-
	2	4

Из экспериментально определенных значений следует, что динитропроизводное 1 проявляет более низкую чувствительность к механическим воздействиям, чем CL-20.

Совокупность полученных данных говорит о том, что 2,6,8,12-тетранитро-4,10-динитрозо - 2,4,6,8,10,12 - гексаазаизовюрци-

тан по энергетическому потенциалу входит в группу высокоэффективных энергоемких веществ. Поэтому необходимы более обстоятельные исследования не только его свойств, но также и композиций на его основе.

Теплов Георгий Владимирович, младший научный сотрудник, ОАО «ФНПЦ «Алтай», teplov_georgii@mail.ru, (3854) 301874, 659322, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, 1.

Попок Николай Иванович, доктор технических наук, профессор, начальник лаборатории ОАО «ФНПЦ «Алтай», 104, popok_2005@mail.ru, (3854) 305898, 659322, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, 1.

Лукьянов Олег Алексеевич, начальник лаборатории органического синтеза № 12, доктор химических наук, профессор, ИОХ РАН им. Н.Д. Зелинского, 1120@ioc.ac.ru, (499) 1372961, 119991, г. Москва, Ленинский проспект, 47.

УДК 547.416.4

ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ДЕБЕНЗИЛИРОВАНИЕ ГЕКСАБЕНЗИЛГЕКСААЗАИЗОВЮРЦИТАНА

А. С. Ахневский, Е. А. Петров, И. И. Компаниец, И.И. Золотухина

В работе приведены результаты исследования катализатора гидрирования на неорганической подложке γ -Al₂O₃, использующийся на одной из стадий синтеза высокоэнергетического продукта 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазатетрацикло [5,5,0,0^{3,11},0^{5,9}] додекана (ГАВ, CL-20).

Ключевые слова: полициклические нитрамыны, CL-20, катализатор.

Промышленный синтез высокоэнергетического продукта 2,4,6,8,10,12 - гексанитро - 2,4,6,8,10,12 - гексаазаизовюрцитана (ГАВ, CL-20) включает в себя две последовательные стадии заместительного гидрогенолиза, указанные на схеме [1].

Гетерогенный катализатор гидрогенолиза, в котором в качестве подложки для палладия используется углеродный носитель, в течение реакции частично теряет свою активность после нескольких циклов использования и подлежит переработке. Полная переработка катализатора очень энергозатратный и трудоемкий процесс, при котором не только безвозвратно теряется часть палладия, но и сжигается вся углеродная подложка. Таким образом, помимо многократного применения катализатора,

встает вопрос о замене углеродной подложки на ту, которая бы не сжигалась при переработке, и в последствии могла использоваться при нанесении палладия. Решение этой задачи направлено на значительное снижение стоимости конечного продукта ГАВ.

В то же время палладиевые катализаторы на оксидных носителях широко применяются в химической промышленности, что обусловлено комплексом их свойств, в первую очередь стабильностью при работе и возможностью относительно легкой регенерации.

В качестве объекта для исследований был выбран катализатор на неорганической подложке γ -Al₂O₃. При его переработке сжигается только пироуглерод, что позволяет значительно экономить сырье при повторном