

烟硝法合成 PETN

一、前言

PETN 即季戊四醇四硝酸酯，俗称太安。太安是一种广泛使用的炸药，在猛炸药中感度相对较高。PETN 威力强大，做功能力为 TNT 的 1.45 倍，但因其密度较低，在实际使用时威力不及 RDX。关于太安的物理性质简要摘录如下：（摘自《炸药化学与制造》）

太安为白色结晶，有两种晶型，即 I (α)型和 II (β)型(PETN I 及 PETN II)。前者为正方晶系，后者为斜方晶系。最常见的稳定晶型是 PETN I。130℃时，PETN I 转变为 PETN II。随结晶溶剂不同，重结晶析出的太安可为针状、斜方或立方晶体，但通常易形成针状结晶。如在乙酸乙酯中重结晶，则可生成立方晶体。

太安的结晶密度（I 型）为 1.778g/cm³，最大压药密度可达 1.74g/cm³（压药压力 280MPa）。

太安几乎不溶于水，在 100g 水中，在 50℃及 100℃时能溶解的太安量分别仅为 0.01g 及 0.035g。

太安在乙醇、乙醚、苯等中的溶解度也不大，但易溶于丙酮、乙酸乙酯、二甲基甲酰胺中。

太安也溶于液态或熔融芳香族硝基化合物及硝酸酯中，并形成低共熔物。

与其他硝酸酯不同，太安不能与纤维素硝酸酯形成胶体溶液。

纯太安熔点 142.9℃，不吸湿，不挥发，100℃下蒸气压为 0.12Pa，由蒸气压外推所得沸点为 200℃（常压）或 180℃（69kPa），热导率为 0.25W/(m·K)，20~90℃范围内的线膨胀系数为 1.1×10⁻⁶m/K（密度为 1.60g/cm³时）。

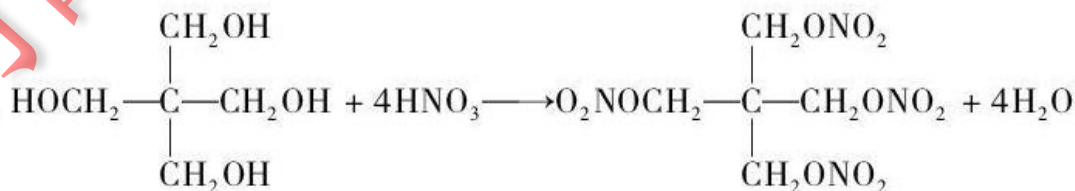
太安的制造方法有多种，如硝酸-硫酸法，硝硫混酸法，硝酸法等。其中工业上主要采用硝酸法。实验室中，由于发烟硝酸的使用较为不便，因此大多采用硝硫混酸法。但从产率和纯度的角度来看，硝酸法要好于硝硫混酸法。这一点在本人的实验中也得以证实。

下面我将介绍硝酸法合成 PETN 的详细步骤。

二、硝酸法合成 PETN 的详细步骤介绍

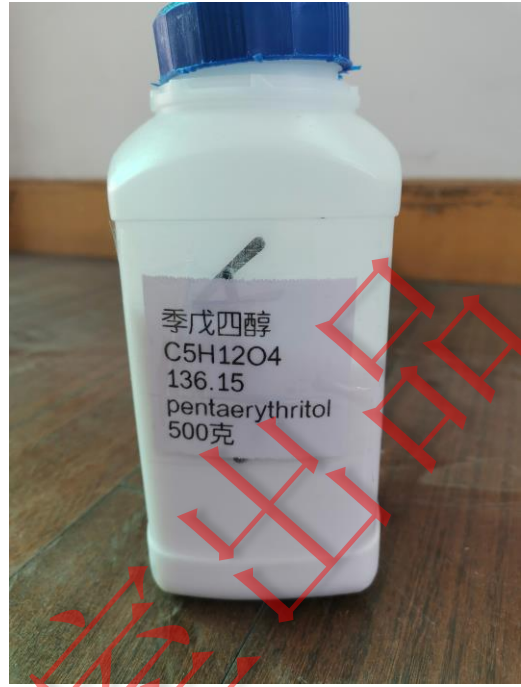
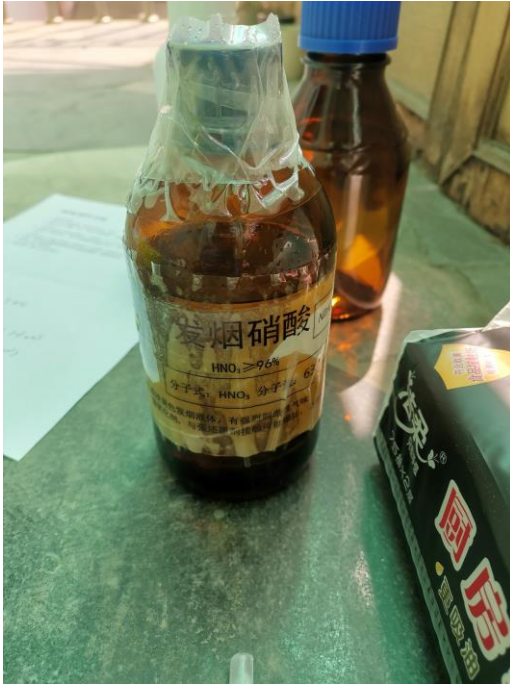
1、原理

制造 PETN 的原理较为简单，季戊四醇与硝酸发生酯化反应，生成季戊四醇四硝酸酯。在制造时，硝酸的浓度需较大才能使酯化反应进行完全，因此必须采用发烟硝酸（98%）。反应的化学方程式如下：

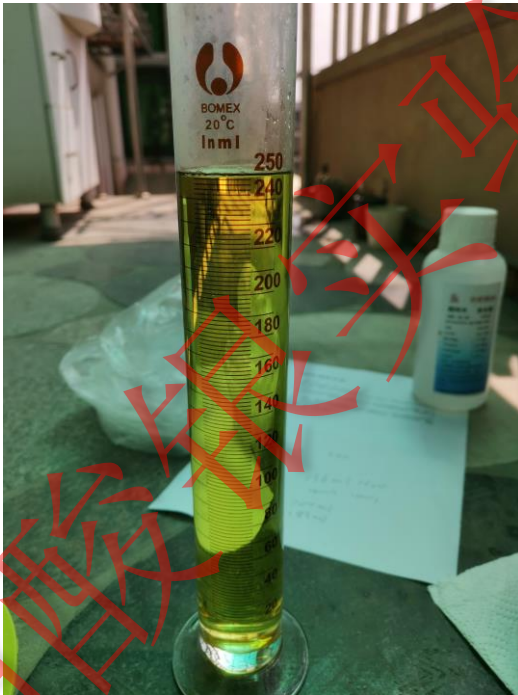


2、准备试剂

本实验需要用到发烟硝酸和季戊四醇。季戊四醇应当纯度尽量高，防止杂质二季戊四醇（六羟甲基乙烷）参与反应生成二季戊四醇六硝酸酯，降低产率。此外，还需要无水碳酸钠作为洗涤剂。实验前需准备好充足的冰块，以提供充分冷浴并防止意外发生。



3、量取 250mL 发烟硝酸，置于 500mL 锥形瓶中，塞上塞子，放在冰水浴中冷却。



4、称取 70g 季戊四醇，放在小烧杯中，备用。



- 5、把锥形瓶连同冰水浴一起放在磁力搅拌器上，开搅拌，通过加料漏斗（也可以不用，但是容易撒出来）像锥形瓶中缓慢加入季戊四醇，并用温度计监测溶液温度。控制加料速度，以一分钟 1.5g 左右为宜，控制温度不超过 20℃。最好再用另一个温度计监测水浴温度，如果水浴温度高于 15℃ 则冷却效果很差，需要更换冰块。整个加料过程持续一小时左右。



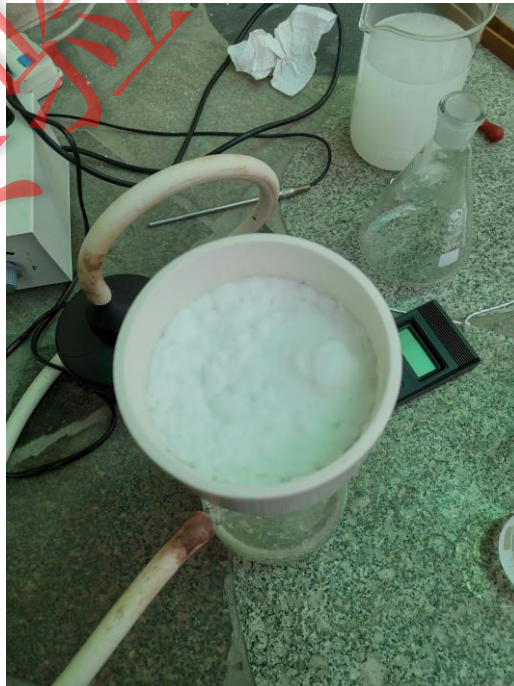
- 6、加料结束后，准备两个 500mL 烧杯，分别加入约 300mL 水，然后把锥形瓶充分振摇后将液体倒入两个烧杯中，并用蒸馏水冲洗锥形瓶壁，使锥形瓶内残留的产物也全部转移至烧杯内。静置，使产物沉淀。沉淀完毕后，倾去上层液体（此处注意减少损失）。

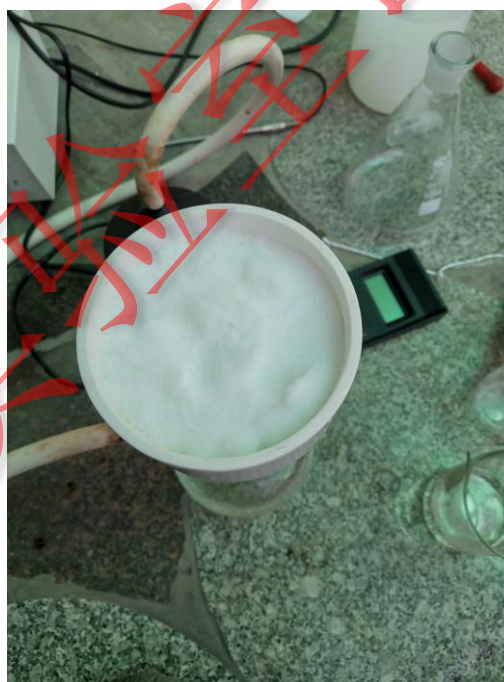
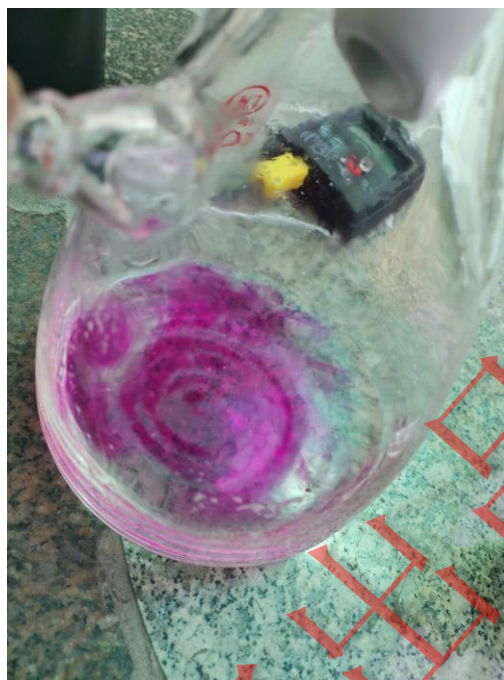


- 7、配置约 20%的碳酸钠溶液，加入到烧杯内的固体中，会有大量气泡冒出，反应剧烈。因此加入碳酸钠时应少量多次，必要时加水稀释。



- 8、抽滤，用稀一点的碳酸钠溶液（10%左右）再次洗涤，直至在滤液中加入酚酞变红，则残酸已经除尽。然后用冷水洗涤 2 次，最后用少量无水乙醇洗涤一次。





9、将滤饼挖出(量较大,装满了整个100mm布氏漏斗),置于A4纸上干燥。干燥后称重,第一次称重66.07g,第二次称重88.76g,第三次称重5.33g,总产量160.16g,产率98.47%。



三、反思与结论

本次实验产率极高，较为成功，方法值得推广。对比硝硫混酸法的平均产率 85-90%（数据来源：《炸药化学与制造》）具有明显优势。用此法制得的 PETN 如需精制，可用丙酮重结晶法。PETN 感度较高，储存时需加以注意。如需起爆可用 HMTD。

硝酸银实验室出品

2021-5-4