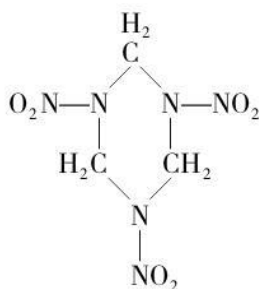


直接硝解法高产率合成 RDX

一、前言

环三亚甲基三硝胺，即 RDX，俗名黑索金、旋风炸药，系统命名法为 1,3,5-三硝基-1,3,5-三氮杂环己烷。RDX 是当代最重要的炸药之一，爆炸威力为 TNT 的 1.5 倍，仅次于奥克托金（HMX）。其结构式如下：



有关 RDX 的物理性质摘录如下：（摘自《炸药化学与制造》）

黑索金是无色、无味、无臭的晶体，属斜方晶系。晶体密度为 1.82g/cm^3 ，工业品的自由堆积密度为 $0.8 \sim 0.9\text{g/cm}^3$ ，压药密度为 1.52g/cm^3 （35MPa）、 1.60g/cm^3 （70MPa）、 1.68g/cm^3 （140MPa）及 1.70g/cm^3 （200MPa）。

黑索金实际上不吸湿（ 25°C 及饱和湿度时的吸湿量为 0.02% ），室温下不挥发，不溶于水及四氯化碳等，微溶于乙醇、乙醚、苯、甲苯、氯仿、二硫化碳和乙酸乙酯等，易溶于丙酮、二甲基甲酰胺、环己酮、环戊酮及浓硝酸。

纯品黑索金熔点为 $204 \sim 205^\circ\text{C}$ 。军品黑索金熔点随制造方法而异，直接硝解法生产则为 $202 \sim 204^\circ\text{C}$ ；醋酐法生产则因其中含有少量奥克托金，熔点为 $192 \sim 193^\circ\text{C}$ 。

爆炸性质：

黑索金密度为 1.70g/cm^3 时的爆热为 6.32MJ/kg （液态水），密度为 1.767g/cm^3 时的爆速为 8.64km/s （不同密度下的爆速可按 $D = 2.66 + 3.40\rho$ 计算），爆压为 33.8GPa ，密度为 1.80g/cm^3 时的爆温约为 3700K ，密度为 1.50g/cm^3 时的全爆容为 890L/kg ，做功能力 475cm^3 （铅锤扩孔值），猛度 24.9mm （铅柱压缩值），撞击感度 80% ，摩擦感度 $(76 \pm 8)\%$ ，爆发点 260°C （5s），起爆 0.4g 黑索金所需最小起爆药量为 0.05g 叠氮化铅，在 0.0003mF 下，使黑索金局部着火的最小电压为 15kV 。

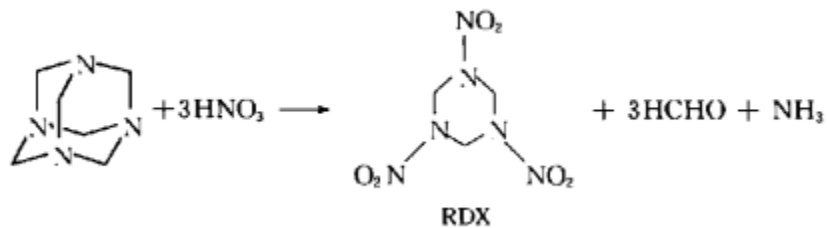
合成 RDX 有许多方法，如乌洛托品直接硝解法、K 法、巴克曼法等。作为普通能材爱好者，K 法需要用到硝酸铵，相对来说难以获得且硝酸铵有爆炸危险。巴克曼法则需用到乙酸酐，但乙酸酐属于二类易制毒化学品，受公安部门严格管制，极难获取。而直接硝解法原料简单，操作方便，是能材爱好者制取 RDX 的理想方法。

下面我将介绍乌洛托品直接硝解法合成 RDX 的详细步骤和威力试验。

二、直接硝解法合成 RDX 的详细步骤介绍

1、原理

乌洛托品用硝酸硝化，反应实际上是把乌洛托品环中的“桥”打断，同时在氮原子上发生硝化作用。其反应方程式如下：



反应时需加入大量硝酸，以破坏生成的甲醛和氨。

2、准备试剂

本实验需要用到发烟硝酸（96%以上）和乌洛托品（分析纯）。此外还需要无水乙醇作为洗涤剂。

※※安全提示：发烟硝酸有强烈挥发性和腐蚀性，能蚀穿普通丁腈手套（亲身经历！）。因此实验时需做好防护措施，戴两层手套，戴护目镜和口罩，并在通风处（最好是室外）进行实验。



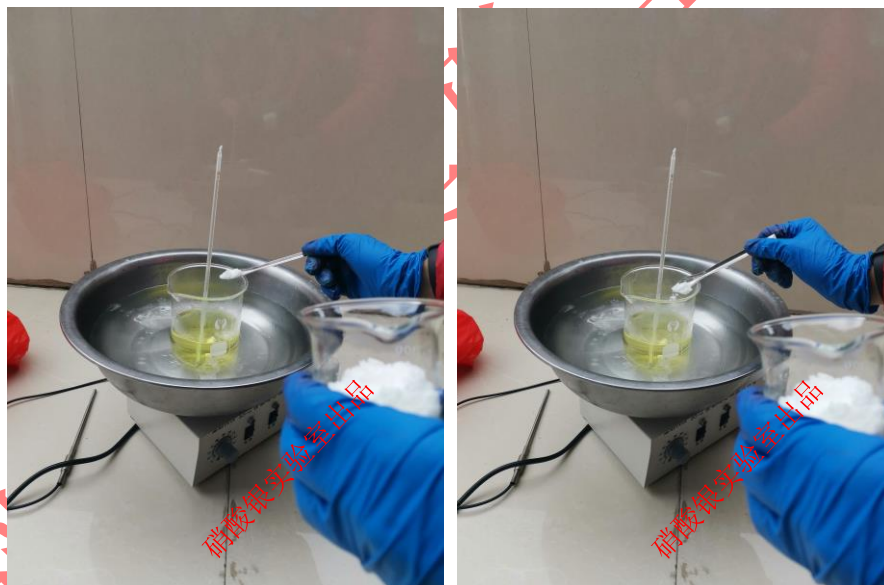
3、取乌洛托品研磨，研磨完后取出 40g，置于小烧杯中备用。



- 4、量取 290mL 发烟硝酸，置于冰水浴中(冰水浴用的容器置于磁力搅拌器上以备使用)，冷却至 10℃ 以下。



- 5、打开磁力搅拌器，缓慢加入乌洛托品，每次加入的量要少（建议每次加入 1/3-1/2 勺）。在加料过程中要保持搅拌。加料时要保持温度在 20℃ 以下，否则有喷料的危险。加料过程大约持续 30 到 40 分钟



- 6、加完乌洛托品后，可以看见硝酸的黄色退去，溶液变为无色。继续冰水浴搅拌 20 分钟。



- 7、氧化结晶：准备一个 1000mL 的大烧杯，用滴管吸取几毫升反应液加入大烧杯中，再加入等量的水。可以观察到有大量白色固体析出，但并未像文献中说的那样冒红烟。加热烧杯片刻仍未冒红烟。然后向大烧杯中继续加入反应液，再加入等量的水，直到反应液全部加完。在氧化结晶过程中大烧杯要始终放在冰水浴中。



- 8、用布氏漏斗抽滤，滤渣先用蒸馏水洗涤 2 次，再用无水乙醇洗涤两次。



9、将滤饼用药匙挖出，置于 A4 纸上干燥。

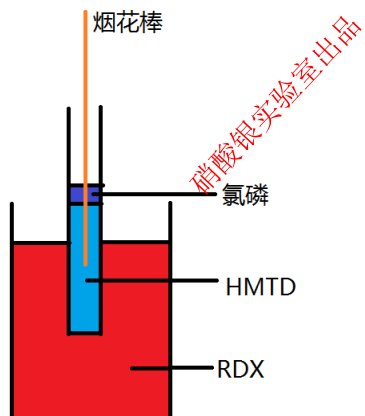


10、干燥后称重，得产物 42.40g。理论产量 63.43g，产率 66.85%。



三、威力测试

本次测试采用六亚甲基三过氧化二胺（HMTD）作为起爆药，用烟花棒引火，并加入微量氯酸钾和红磷辅助起火。炸弹结构如下图所示：



装药约 3.5g，起爆药约 0.5g。

炸弹外壳为竹筒，雷管外壳为纸质。将组装好的炸弹埋入土中，并将周围的土压实以测试其威力：



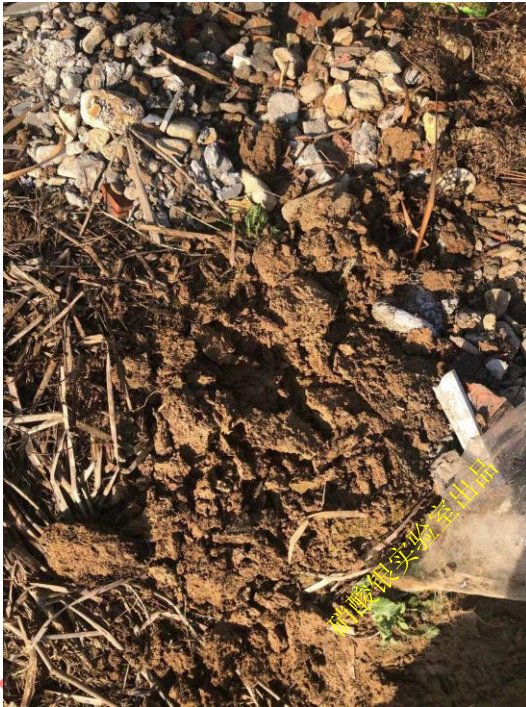
点火前，向雷管中加入微量氯酸钾和红磷：



插入烟花棒，点燃。注意插入烟花棒时不可用力挤压或摩擦，以免意外引发氯磷。点火后约 20s，RDX 发生爆轰，听见极响的“轰”声，并且可以看到扬起的土。



爆轰完后现场的土被完全炸开（可对比上面爆轰之前的图）



四、反思与结论

实验证明，用直接硝解法制得的 RDX 性能优良，且产率较高，方法值得推广。值得一提的是，本人之前还用小剂量（乌洛托品投料 10g）和相同的操作步骤合成过一次 RDX，得到产物 13.04g，产率 82.22%，明显高于大剂量投料的产率。经过思考，本人认为是由于加大的反应量而未延长反应时间的原因。因此加完乌洛托品后的反应时间可进一步延长至 30-35 分钟，以进一步提高产率。