

ФРАКЦИОННАЯ КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ОКТОГЕНА

*Р. В. Закусило, инж., В. К. Лукашев, докт. техн. наук, И. Н. Курганский, инж.
(ГосНИИХП, г. Шостка)*

Розглянуто проблеми, пов'язані з отриманням детонуючого складу до детонуючого хвилеводу. За допомогою мікроскопії і розрахунковим шляхом доведено неможливість використання в детонуючому складі неперекристалізованого октогену. Обґрунтовано необхідність використання методу фракційної перекристалізації октогену.

В процессе разработки технологии изготовления детонирующего волновода к неэлектрической системе инициирования возникла необходимость получения детонирующего состава со стабильными детонационными характеристиками [1–2]. Путем эксперимента выявлено, что использование штатных марок октогена (циклотетраметилентетранитрамина) в детонирующем составе не обеспечивает стабильности его детонационных характеристик, что влечет за собой отказы взрывов при испытаниях детонирующего волновода. Нестабильность детонационных характеристик связана с крупнодисперсностью и неоднородностью кристаллов октогена, наличием в октогене технологических примесей.

Для получения стабильных детонационных характеристик детонирующего состава авторы предлагают использовать фракционную перекристаллизацию октогена, которая широко применяется в химической, нефтехимической, коксохимической, металлургической, фармацевтической, пищевой и других отраслях промышленности для получения веществ высокой чистоты.

С помощью фракционной кристаллизации решаются следующие задачи: разделение смесей на фракции, обогащенные тем или иным компонентом; глубокая очистка веществ от примесей; выделение различных веществ из технических и природных растворов; концентрирование разбавленных растворов путем частичного отделения макрокомпонента или вымораживания растворителя.

По характеру фазового превращения фракционную кристаллизацию часто разделяют на кристаллизацию из расплавов, растворов и из паровой фазы. Во всех случаях исходная смесь содержит минимум два компонента, которые в твердом, жидком или газообразном состоянии обладают той или иной взаимной растворимостью [3]. Поскольку октоген является бризантным взрывчатым веществом, то для снижения опасности технологического процесса его получения была выбрана фракционная кристаллизация из раствора.

В качестве растворителя был использован ацетон, растворимость октогена в котором составляет 2,2 г/100 мл при температуре 20 °С [4]. Экспериментально показано растворять октоген в ацетоне в соотношении 1:60.

В качестве высаждающей жидкости использовалась дистиллированная вода. Соотношение воды и раствора октогена 3,5:1 (по объему), скорость истечения дистиллированной воды в емкость с ацетоновым раствором октогена 140 мл/мин. Фильтрация суспензии осуществлялась с помощью вакуум-воронки с фильтровальной бумагой ГОСТ 1202-76, предварительно смоченной дистиллированной водой. В вакуум-воронке с помощью вакуумного насоса создавался вакуум 0,06 МПа. Процесс осаждения 10 г октогена из суспензии проводился в течение 5 мин. Перекристаллизованный октоген промывался спиртом этиловым техническим по ГОСТ 17299-78, соотношение этилового спирта и октогена 5:1. Сушка производилась в сушильном шкафу при температуре 83–85 °С до постоянной массы (5–6 часов).

С помощью микроскопа было определено, что кристаллы октогена ОСТ 1344-76 значительно отличаются друг от друга по величине и что отдельные кристаллы имеют значительный размер (рис.1).

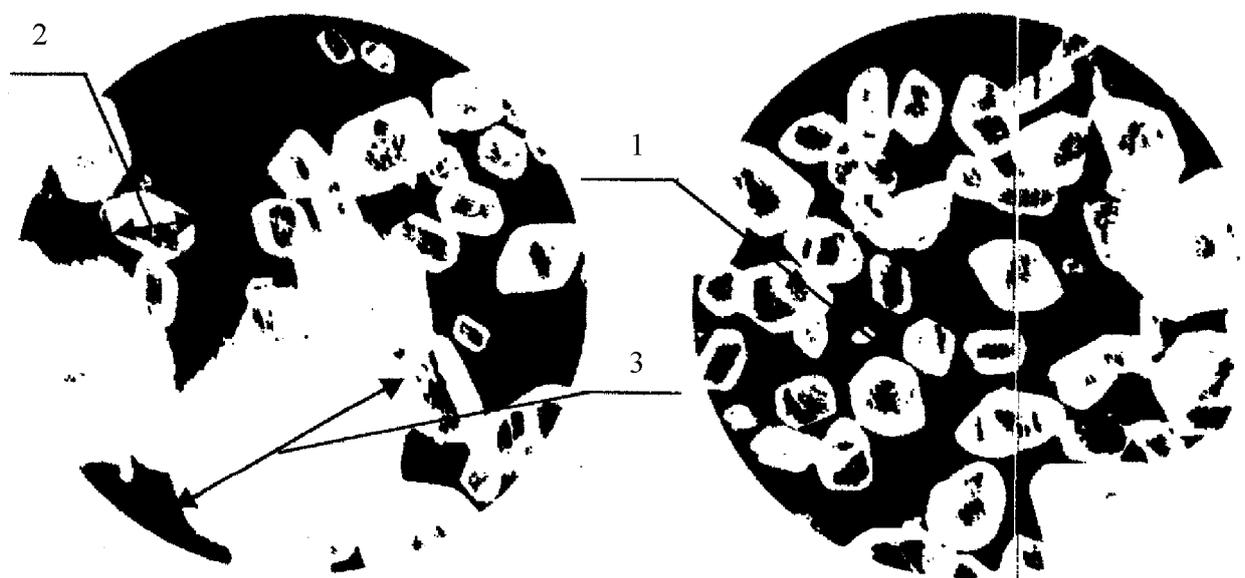


Рис. 1. Кристаллы неперекристаллизованного октогена (75-кратное увеличение): 1 – кристаллы октогена небольшого размера; 2 – кристаллы октогена среднего размера; 3 – кристаллы октогена большого размера

С помощью микроскопа при 75-кратном увеличении было определено, что кристаллы небольшого размера 1 имеют поперечное сечение ~40 мкм, кристаллы среднего размера 2 – около 160 мкм, кристаллы большого размера 3 – около 500 мкм. Плотность кристаллов октогена β -модификации 1960 кг/м³. Для простоты расчета принимаем, что кристалл имеет шарообразную форму. Следовательно, объем самых маленьких кристаллов октогена

$$V_1 = \frac{4}{3} \pi r^3 = \frac{4}{3} \cdot 3,14 (2 \cdot 10^{-5})^3 = 3,35 \cdot 10^{-14} \text{ [м}^3\text{]}.$$

Объем кристаллов октогена среднего размера равен

$$V_2 = 2,14 \cdot 10^{-12} \text{ [м}^3\text{]}.$$

Объем самых крупных кристаллов октогена:

$$V_3 = 6,54 \cdot 10^{-11} \text{ [м}^3\text{]}.$$

Следовательно, масса наименьших кристаллов октогена:

$$m_1 = V \cdot \rho = 3,35 \cdot 10^{-14} \cdot 1960 = 6,6 \cdot 10^{-11} \text{ [кг]}.$$

Масса кристаллов октогена среднего размера:

$$m_2 = 4,2 \cdot 10^{-9} \text{ [кг]}.$$

Масса самых крупных кристаллов октогена:

$$m_3 = 1,3 \cdot 10^{-7} \text{ [кг]}.$$

Таким образом, колебание размеров кристаллов октогена штатной марки составляет от 40 до 500 мкм, а колебания массы кристаллов октогена составляют 4 порядка, от 0,000066 до 0,13 мг. Использование такого октогена для детонирующего состава невозможно, поскольку в полость трубки волновода наносится 20–30 мг/м детонирующего состава, что в случае кристаллов № 3 составляет 123–184 кристаллов на метр волновода (массовая доля октогена в детонирующем составе около 80 %). Прохождение детонационного импульса в этом случае невозможно, так как среднее расстояние между ближайшими кристаллами составляет 6–8 мм.

В результате фракционной кристаллизации получены однородные кристаллы октогена, изображенные на рис. 2.

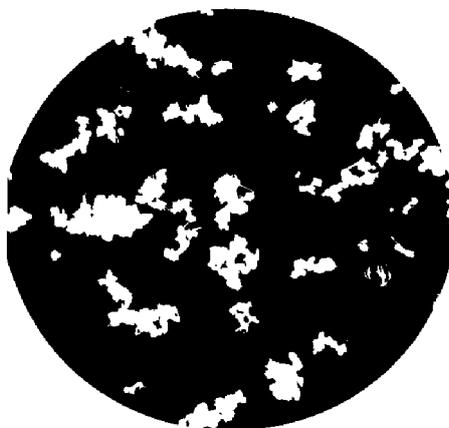


Рис. 2. Тетраэдральные кристаллы перекристаллизованного октогена

Кристаллы перекристаллизованного октогена имеют форму тетраэдра, длина грани тетраэдра колеблется от 40 до 60 мкм. Для простоты расчета принимаем, что кристалл имеет форму правильного тетраэдра (пирамиды), средняя длина грани кристалла 50 мкм. Следовательно, средний объем кристалла октогена

$$V_4 = 0,1179a^3 = 0,1179(5 \cdot 10^{-5})^3 = 1,47 \cdot 10^{-14} \text{ [м}^3\text{]}.$$

Масса кристалла октогена

$$m_4 = 2,9 \cdot 10^{-11} \text{ [кг]}.$$

Таким образом, средняя масса кристалла перекристаллизованного октогена равна 0,000029 мг. На внутреннюю поверхность трубки волновода наносится 20–30 мг/м детонирующего состава, то есть 550000–800000 кристаллов, что обеспечивает равномерное их распределение в полости волновода.

Результаты испытаний показали, что такие кристаллы имеют наибольшую чувствительность к удару и равномерно распределяются по внутренней поверхности детонирующего волновода, обеспечивая стабильность прохождения фронта детонации в полости трубки волновода.

Выводы

Для получения детонирующего состава, используемого в детонирующем волноводе к неэлектрической системе инициирования, рекомендуется использовать октоген, полученный способом фракционной кристаллизации из ацетонового раствора.

1. Создание и развитие производств для народного хозяйства эффективных и экологически чистых взрывчатых веществ и средств инициирования с использованием сырьевых ресурсов и производственной базы Украины: Отчет о НИР (заключительный) / ГосНИИХП; № ГР 0197ИО018438; Инв. № 647-0. – Шостка, 1996 – 268 с.

2. *Создание неэлектрической системы инициирования в Украине* / Б. И. Шаров, В. Н. Филимонов, В. В. Банишевский, В. К. Лукашев, И. Н. Курганский, Р. В. Закусило / Сб. научн. трудов Национальной горной академии Украины. – Вып. 11. – Т. 3. – Днепропетровск. – 2001. – С. 108–113.

3. *Гельперин Н. И., Носов Г. А. Основы техники фракционной кристаллизации.* – М.: Химия, 1986. – 304 с.

4. *Орлова Е. Ю. Химия и технология бризантных взрывчатых веществ.* – Л.: Химия, 1973. – 688 с.