

## SMANJENJE NEGATIVNOG UTICAJA NA OKOLIŠ PRIMJENOM DVOSTEPENE REAKCIJE U PROIZVODNJI 1,5-DINITROKSI-3- NITRAZA PENTANA(DINA)

Doc.dr.Suad Obradović, email: [obradovicsuad@gmail.com](mailto:obradovicsuad@gmail.com)  
Internacionalni Univerzitet Travnik u Travniku, Bosna i Hercegovina

**Sažetak:** 1,5-Dinitroksi-3-nitrza pentan (skraćeno DINA) spada u klasu aktivnih nitroplastifikatora koji u novije vrijeme, djelimično ili potpuno zamjenjuju nitroglycerin u barutnim smjesama. Ranije je bila opisana metoda za laboratorijsku sintezu DINA-e, koja je obuhvatala reakciju diethanolamina i azotne kiseline, a zatim dehidrataciju intermedijarnog 1,5-dinitroksi-3-aza pentan nitrata. Po ovom postupku urađeno je nekoliko stotina kilograma DINA-e koja je ugrađena u barutne smjese i pokazala dobre i očekivane rezultate. Do danas, DINA se proizvodila i proizvodi u svijetu na dva načina. Prvi način predstavlja jednostepeni proces gdje se, u jednoj fazi reakcije vrši nitrovanje diethanolamina i dehidratacija nagrađenog 1,5-dinitroksi-3-aza pentan nitrata u DINA-u. Ovo se postiže jednovremenim doziranjem diethanolamina i anhidrida sirčetne kiseline u azotnu kiselinsku. Drugi način jeste dvostepeni proces gdje se, u prvoj fazi, reakcijom između diethanolamine i azotne kiseline gradi so, odnosno 1,5-dinitroksi-3-aza pentan nitrat, koji se u posebnoj fazi reakcije dehidratiše u DINA-u pomoću anhidrida sirčetne kiseline, a u prisustvu pogodnih katalizatora. Kao što je već napomenuto, mi smo se odlučili na osvajanje postupka za proizvodnju DINA-e na osnovu dvostepene reakcije, odnosno na reakciju diethanolamina i azotne kiseline kao prvu fazu i dehidrataciju kao drugu fazu reakcije.

**Ključne riječi:** 1,5-dinitroksi-3-aza pentan nitrat, nitrovanje, dehidratacija, diethanolamin.

## THE REDUCTION OF THE NEGATIVE IMPACT ON THE ENVIRONMENT BY THE APPLICATION OF TWO-STEP REACTION IN THE PRODUCTION OF 1,5-DINITROXY-3-NITRATE PENTHAN (DINA)

**Abstarcet:** 1,5-Dinitroxy-3-nitrosine pentane (hereinafter: DINA) belongs to the class of active nitroplasticizers, which recently have been partially or completely replaced in the gunpowder mixtures with nitroglycerin. Previously, a method for laboratory synthesis of DINA was described, which involved the reaction of diethanolamine and nitric acid, and then dehydration of intermediate 1,5-dinitroxy-3-aza pentane nitrate. Following this procedure, several hundred kilograms of DINA were produced and incorporated into the gunpowder mixtures and showed good and expected results. Until today, DINA has been manufactured in the world in two ways. The first method is a one-stage process where, at one stage of the reaction, diethanolamine is nitrated and rewarded 1,5-dinitroxy-3-aza pentane nitrate is dehydrated into DINA. This is being achieved by simultaneous dosing of nitric acid with diethanolamine and acetic anhydride. The second method is a two step process where, in the first phase, the reaction between diethanolamine and nitric acid generates a so-called 1,5-dinitroxy-3-aza pentane which is dehydrated in a particular reaction stage into DINA with the help of acetic anhydride and the presence of suitable catalysts. As already mentioned, we decided to take the procedure for the production of DINA based on a two-stage reaction, that is, the reaction of diethanolamine and nitric acid as the first phase and dehydration as the second phase of the reaction.

**Keywords:** 1,5-dinitroxy-3-aza pentane nitrate, nitration, dehydration, diethanolamine.

## UVOD

Laboratorijska sinteza dobijanja 1,5-dinitroksi-3-nitraza pentana (DINA-e) obuhvatila je reakciju diethanolamina i azotne kiseline, a zatim dehidrataciju intermedijarnog 1,5-dinitroksi-3-aza pentan nitrata. Na osnovu prikupljenih podataka o sintezi i načinu prečišćavanja (DINA-e) uspjeli smo da definišemo i u praksi provjerimo i potvrdimo poluindustrijsku

metodu za proizvodnju DINA-e u količini od 10 kilograma na dan. Po ovom postupku urađeno je nekoliko stotina kilograma DINA-e koja je ugrađena u barutne smjese i pokazala dobre i očekivane rezultate.

## 1.EKSPERIMENTALNI DIO

U dozirni sud (1) dozira se  $5,84 \text{ dm}^3$  rastopljenog dietanolamina. Kroz omotač reaktora cirkuliše topla voda zagrijana na  $40^\circ\text{C}$ . Za to vrijeme dozira se  $7,8 \text{ dm}^3$  azotne kiseline u nitrer (2) koji se hlađi cirkulacijom smjese voda–metanol iz posebnog uređaja za hlađenje. Kada se azotna kiselina ohladi na  $0^\circ\text{C}$ , započinje se sa doziranjem dietanolamina takvom brzinom da temperatura u nitreru ne pređe  $15^\circ\text{C}$ .

Doziranje traje oko 5,5 sati. Zatim se temperatura reakcione mase podigne na  $30-35^\circ\text{C}$  i mješa još 0,5 sati. Za to vrijeme, u sud za dehidrataciju (3) dozira se  $20 \text{ dm}^3$  anhidrida sircetne kiseline i  $0,091 \text{ dm}^3$  katalizatora, i u ovu smjesu se dodaje reakcionala masa iz nitrera (2) održavajući temperaturu na  $35-40^\circ\text{C}$ . Nakon završenog doziranja reakcionala masa se mješa još 30 minuta, a zatim u tankom mlazu, dodaje u  $110 \text{ dm}^3$  hladne vode uz brzo mješanje.

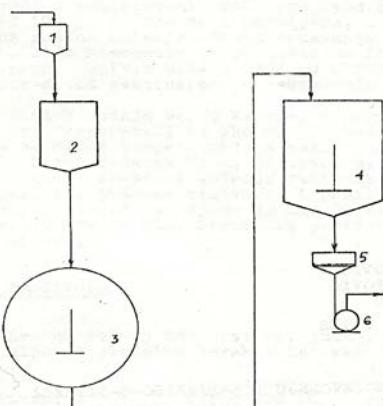
Taloži se sirovi proizvod koji se filtrira na vakum filteru (5) i ispira vodom do neutralne reakcije. Isprani proizvod se topi u vreloj vodi kojoj je dodato malo natrijumkarbonata (0,26 %), voda se oddekantuje i stopljni proizvod ratvara u acetolu (1:1). Rastvor se, nakon filtriranja, izlije u pet puta veću količinu vode uz energično mješanje. Nastali kristali se filtriraju, ispiraju vodom na filteru i pakuju bez sušenja sa oko 30 % vlage. Dobiveno je oko 11 kilograma suhog proizvoda što predstavlja prinos od 76,5 %.

## 2.KARAKTERISTIKE PROIZVODA

Nakon svih prečišćavanja proizvod ima slijedeće karakteristike:

Izgled	bijeli kristali bez vidljivih mehaničkih nečistoća
Tačkatopljenja	$50-52^\circ\text{C}$
Sadržaj DINA-e	99,5%
Abel test( $80^\circ\text{C}$ )	180 min.
Kiselost ( kao $\text{HNO}_3$ )	0,005 %

Vrlo visok sadržaj DINA-e, visok Abel test i niska kiselost garantuju bezbjednu upotrebu proizvoda u barutnim smjesama bez bojazni da će inicirati degradaciju baruta.



Šema 1. Aparativna šema za proizvodnju DINA-e

### 3. ZAKLJUČAK

Na osnovu ispitivanja laboratorijske sinteze 1,5-dinitrokisi-3-nitraza pentana (DINA-e) uspješno je ispitana i realizovana poluindustrijska proizvodnja na postrojenju u firmi „SINTEVIT“ VITEZ. Postupak je obuhvatio dvostepenu reakciju gdje, u prvoj fazi, nastaje 1,5-dinitroksi-3-aza pentan nitrat reakcijom dietanolamina i azotne kiseline, koji se, u drugoj fazi reakcije, dehidriše anhidridom sirćetne kiseline u DINA-u. Postojeće poluindustrijsko postrojenje omogućava dnevnu proizvodnju od oko 10 kilograma finalnog proizvoda koji zadovoljava sve uslove da se može bezbjedno upotrijebiti kao sastojak baruta ili eksplozivnih smjesa. Nabavkom odgovarajuće opreme ovaj kapacitet se može i povećati.

### 4.LITERATURA

- [1] Orbović, N., Novogradski, M., Sinteza dinitroksidietilnitramina, Naučno-tehnički pregled, Vol XXVI **1976**, 49
- [2] Blomquist, A.T., Fiedorek, F. T., U.S. Patent, 2,678,946, **1944**
- [3] Cason, J., U.S. Patent, 2,686,804, **1944**
- [4] Simmons, R.L., Young, H.L., U.S. Patent, 4,450,110, **1983**