

سنتز، شناسایی و دانه بندی گوانیل اوره دی نیتراآمید (FOX-12)

کاظم براتی*، کیوان نصرت زادگان، محمد فردوسی، محسن مصدق و بنیامین حسین دوست

کارشناس ارشد، سازمان صنایع دفاع
(تاریخ وصول: ۹۳/۰۶/۲۳، تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۹/۲۵)

چکیده

گوانیل اوره دی نیتراآمید (FOX-12) یکی از نمک‌های مهم دی نیتراآمید با حساسیت کم و کارایی مناسب می‌باشد. نمک‌های دی نیتراآمید مانند آمونیوم دی نیتراآمید و گوانیل اوره دی نیتراآمید قابلیت استفاده به عنوان اکسید کننده در فرمولاسیون پیشرانه‌های راکتی، تفنگی و مواد مولد گاز را دارند. استفاده از این مواد با اندازه ذرات ریزتر موجب کارایی بالاتر کامپوزیت‌ها به علت افزایش سطح می‌شود. در این تحقیق، گوانیل اوره دی نیتراآمید از نمک پتاسیم سولفامات سنتز (بازده ۴۰٪) و شناسایی شد و برای تهیه ذرات زیر ۲۰ میکرون جهت استفاده در پیشرانه‌های تفنگی از روش کریستالیزاسیون حلال - ضد حلال استفاده گردید و عوامل موثر بر اندازه و شکل ذرات آن از جمله غلظت، خلوص ضد حلال، اثر انجماد و نوع خشک کردن با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت و ذراتی با اندازه‌های ۲۰ میکرون تا ۳۰۰ نانومتر تولید شد.

واژه‌های کلیدی: گوانیل اوره دی نیتراآمید، روش حلال ضد حلال، دانه بندی

Synthesis, Characterization and Grading of Guanylurea Dinitramide (FOX-12)

K. Barati*, K. Nosratzadegan, M. Ferdosi, M. Mosadegh, B. Hossindoust

Defence Industries Organization
(Received:03/16/2013, Accepted:09/14/2014)

Abstract

Guanylureadinitramide is regarded as one of the most important dinitramide salts with low sensitivity and proper efficiency. Dinitramide salts such as ammoniumdinitramide and guanylureadinitramide can be used as oxidizing agents in rocket, guns and gas-producing propellant formulations. Usage of these materials with smaller particle size causes higher efficiency of the composites due to the increase of their surface area. In this study, guanylureadinitramide was obtained from potassium sulfamate salt (40% yield), and was characterized. For the preparation of the guanylureadinitramide with particles under 20 microns, the solvent/anti-solvent crystallization method was taken into account. Furthermore, influential factors on the size and shape of the particles (e.g., concentration, purity of anti-solvent, freezing and drying method) were investigated, and guanylureadinitramide crystals having particle size in the range of 20 microns to 300 nm were produced.

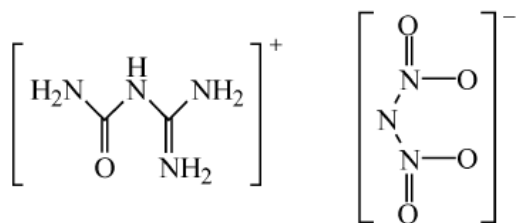
Keywords: Guanylureadinitramide, Solvent/Anti-Solvent Crystallization Method, Grading

* Corresponding Author E-mail: barati111@yahoo.com

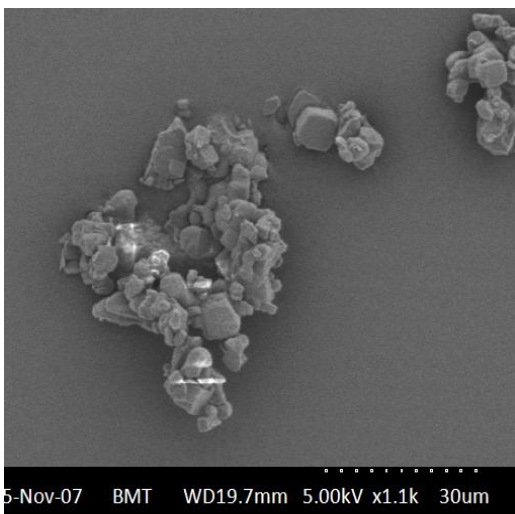
"Journal of Energetic Materials" Volume 9, No.2, Serial No.23, Autumn 2014.

۱- مقدمه

خنثی سازی اسید سولفامیک با محلول آمونیاکی بدست می آید که مخاطرات ایمنی خاص خود را به همراه خواهد داشت. با توجه به کاربردهای مختلف FOX-12 اندازه، دانه بندی و مورفولوژی آن بسیار حائز اهمیت می باشد. استین مارک و همکارانش، گوانیل اوره دی نیترآمید را در ۴ کلاس و در اندازه های ۱۰ تا ۴۰۰ میکرون جهت مصارف مختلف تولید کرده اند. شکل کریستال ها در دو کلاس زیر ۲۵ میکرون و ۲۰ تا ۵۰ میکرون جهت استفاده در پیشرانه های تفنگی، چند وجهی است (شکل ۲) [۶]. این در حالی است که هر چه شکل کریستال ها کروری تر باشد چگالی و سهولت عمل آوری فرمولاسیون ها بهتر می شود. پس در آمیزه سازی مواد، اندازه ذرات، شکل و یکنواختی ظاهری آن ها و سطح موثر ذرات پارامترهای اساسی هستند. در تحقیق، آزمایشاتی بر روی FOX-12 سنتز شده جهت ریز کردن و تغییر مورفولوژی ذرات صورت گرفت و نتایج مربوطه با میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. یکی از این روش ها روش حلال-ضدحلال می باشد که زیرمجموعه روش های تهیه نانومواد از طریق رسوبی است. در این روش ها مباحث هسته زایی و رشد بسیار با اهمیت و در رقابت با یکدیگر هستند و به تفصیل در منابع علمی در باره آن ها بحث شده است [۷ و ۸].



شکل ۱- ساختار گوانیل اوره دی نیترآمید (FOX-12).



شکل ۲- اندازه و شکل ذرات گوانیل اوره دی نیترآمید (FOX-12) تولید شده توسط شرکت URENCO Bofors [۶].

گوانیل اوره دی نیترآمید (FOX-12) یکی از نمک های مهم دی نیترآمید با حساسیت کم و کارایی مناسب می باشد که ساختار آن در شکل (۱) نشان داده شده است. نمک های دی نیترآمید مانند آمونیوم دی نیترآمید و گوانیل اوره دی نیترآمید قابلیت استفاده به عنوان اکسید کننده در فرمولاسیون پیشرانه های راکتی و تفنگی و مواد مولد گاز را دارند. آمونیوم دی نیترآمید (ADN) در پیشرانه های کامپوزیت، جایگزین آمونیوم پرکلرات و گوانیل اوره دی نیترآمید (FOX-12) در پیشرانه های تفنگی، فرمولاسیون های منفجره و همچنین ترکیبات مولد گاز استفاده می گردد [۱]. عدم حضور کلر در این مواد از نقطه نظر زیست محیطی (عدم آلودگی آن) و نظامی (کاهش دود خروجی از موتور) از جمله نقاط قوت آن است. نرخ سوزش گوانیل اوره دی نیترآمید (FOX-12) بالاتر از ترکیبات نیترآمینی همچون RDX و HMX است [۲]. بنابراین در صورت استفاده از این ترکیبات در فرمولاسیون پیشرانه های نیترآمینی نرخ سوزش افزایش یافته و اشتعال پذیری اولیه این پیشرانه ها بهبود می یابد. از طرف دیگر با توجه به حساسیت بسیار پایین این ماده، می توان از آن جهت تولید پیشرانه هایی با آسیب پذیری کم همراه با بایندر نیتروسولوز استفاده نمود. گوانیل اوره دی نیترآمید ترکیبی غنی از نیتروژن است، بنابراین محصولات گازی حاصل از احتراق آن علاوه بر اینکه هیچ گونه جامدی تولید نمی کند، دارای متوسط جرم مولکولی پایین بوده که این امر باعث بهبود کارایی پیشرانه و نهایتاً افزایش سرعت پرتابه در دهانه سلاح می گردد [۳]. مجموعه عوامل ذکر شده و عدم سمیت آن موجب شده است که این ماده کاندیدای بسیار مهمی برای استفاده در ترکیبات مولد گاز که در سیستم ایمنی خودروها نیز باشد [۴]. کاربرد دیگر این ماده در راکت های اضطراری است که در دوره های زمانی مشخص باید از رده خارج شوند و با راکت جدید جایگزین شوند. سوخت اغلب راکت های اضطراری آمیزه ای از آمونیوم پرکلرات و بایندر پلیمری است که در طی گذر زمان رطوبت جذب کرده و در فرآیند تعویض راکت قدیمی، به سازنده پس داده شده و سوخت آن سوزانده می شود. FOX-12 جاذب رطوبت نبوده و حلالیت کمی در آب سرد دارد ولی در آب نسبتاً داغ حل می شود. بنابر این، در فرآیند تعویض راکت می توان سوخت آن را در آب داغ وارد کرده و FOX-12 را پس از انحلال به صورت کریستال جدا کرده (پس از سرد کردن محلول) مجدد مورد استفاده قرار داد. روش سنتز FOX-12 توسط لانگلت و همکارانش از ماده اولیه آمونیوم دی نیترآمید (ADN) با راندمان ۸۰٪ منتشر شده [۳] ولی با توجه به قیمت بالای ماده اولیه، استفاده از این روش در مقیاس بالا مقرون به صرفه نیست. ورد و همکارانش [۵] با استفاده از نمک آمونیوم سولفامات، گوانیل اوره دی نیترآمید را بدون ذکر راندمان سنتز نمودند، این در حالی است که این ماده اولیه از

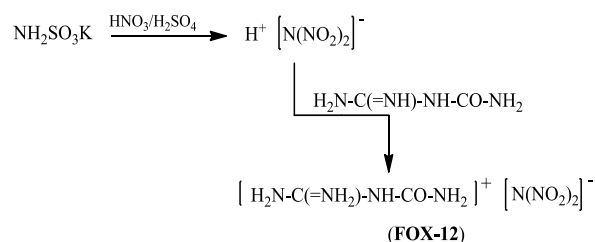
۲- بخش تجربی

۱-۲- مواد و تجهیزات

پتاسیم سولفامات، دی سیان دی آمید، دی کلرومتان، دی متیل فرامید (DMF)، کلسیم هیدرید همگی از شرکت مرک^۱ تهیه شدند. ازت مایع، اسید نیتریک ۹۸٪، اسید سولفوریک ۹۸٪، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، سانتریفیوژ، همزن، پمپ خلأ، آن، لوله آزمایشگاهی و سرنگ ۱۰ میلی لیتر.

۲-۲- سنتز گوانیل اوره دی نیترا آمید (FOX-12)

۵۵ گرم اسید نیتریک ۹۸٪ و ۲۶ گرم اسید سولفوریک ۹۸٪ با هم مخلوط گردیده و اسید مخلوط حاصل به وسیله خنک کننده سرد شد. سپس به این مخلوط ۱۲ گرم پتاسیم سولفامات اضافه گردید. افزایش به صورتی انجام گرفت که دما در محدوده ۲۵- الی ۴۰- درجه سلسیوس کنترل شود. مخلوط واکنش ۱۶ دقیقه در همین محدوده دمایی باقی ماند تا واکنش کامل گردد. در مرحله بعد ۷ گرم دی سیان دی آمید را در ۷۰ میلی لیتر آب حل نموده و به مخلوط واکنش نیتراسیون اضافه گردید. دمای واکنش بعد از این افزایش به ۷۰ درجه سلسیوس رسید. پس از کمی هم زدن دمای مخلوط به دمای محیط رسید تا کریستال های FOX-12 تشکیل شده و رسوب نمایند. رسوب حاصل فیلتر شده و با مقدار زیادی آب سرد شستشو داده شد. وزن رسوب ۷/۵ گرم و راندمان واکنش ۴۰٪ بود (شکل ۳).



شکل ۳- شمای کلی سنتز FOX-12 از پتاسیم سولفامات.

۲-۳- تهیه ذرات زیر ۲۰ میکرون گوانیل اوره دی نیترا آمید

در این مرحله دانه بندی و اندازه ذرات FOX-12، با روش حلال - ضدحلال طی آزمایشات مختلف بررسی شد.

آزمایش ۱: به علت رقت بالای محلول ها از غلظت وزنی- حجمی (۱۰۰ × (ml) حجم/ (gr) وزن) در آزمایشات استفاده گردید. محلولی از ۲۵ میلی گرم FOX-12 در ۵ میلی لیتر DMF را با سرنگ به ۵۰ میلی لیتر دی کلرومتان (آزمایشگاهی مرک) در دمای صفر درجه سلسیوس اضافه شد. در این حالت محلول سریعاً شیری رنگ شد. هم زمان با اضافه کردن محلول از هموزنایزر (۱۰۰۰ rpm) استفاده شد. سپس

نمونه به مدت ۲ دقیقه تحت فرآیند جداسازی با دستگاه سانتریفیوژ (۱۸۰۰ rpm) قرار گرفت. محلول بالایی که شامل دی کلرومتان و مقدار کمی DMF است جدا شده و سپس رسوب باقی مانده با استفاده از دستگاه خشک کن^۲، خشک گردید.

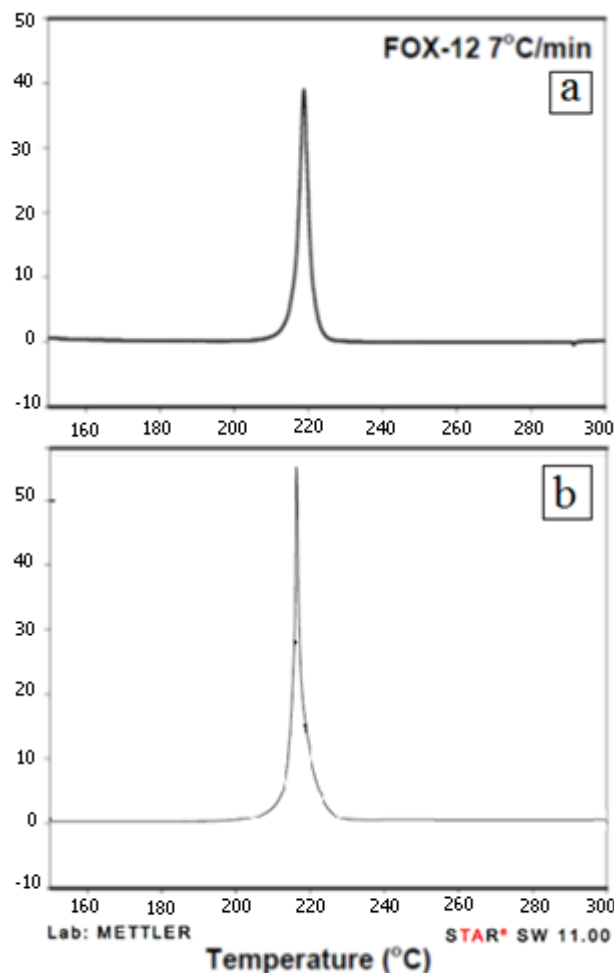
آزمایش ۲: محلولی از ۲۵ میلی گرم FOX-12 در ۵ میلی لیتر DMF را با سرنگ به ۷۵ میلی لیتر دی کلرومتان (صنعتی) در حال هم زدن اضافه گردید. برخلاف آزمایش قبلی در دقایق ابتدایی اضافه کردن محلول DMF، هیچ گونه رسوب کلونیدی و تغییر رنگی دیده نشد. بعد از گذشت حدود ۳۰ الی ۶۰ دقیقه از شروع اختلاط ذرات کلونیدی آشکار شدند. سپس با استفاده از دستگاه سانتریفیوژ (۲۰۰۰ rpm) رسوبات کلونیدی ته نشین و در ۷۰ درجه سلسیوس خشک شدند.

آزمایش ۳: محلولی از ۲۵ میلی گرم FOX-12 در ۵ میلی لیتر DMF را با سرنگ به ۵۰ میلی لیتر دی کلرومتان (صنعتی) تقطیر شده در حال هم زدن اضافه گردید. بعد از مدت ۵ دقیقه از ایجاد حالت شیری رنگ، مخلوط مذکور در لوله آزمایش ریخته شد و تحت سانتریفیوژ (۲۵۰۰ rpm) به مدت دو دقیقه قرار گرفت. بعد از این مرحله نمونه جهت خشک شدن در آن ۶۰ درجه سلسیوس به مدت ۳ ساعت قرار گرفت.

آزمایش ۴: محلولی از ۷۵ میلی گرم FOX-12 در ۵ میلی لیتر DMF را با سرنگ به ۵۰ میلی لیتر دی کلرومتان تقطیر شده در حال هم زدن اضافه گردید. بعد از مدت ۵ دقیقه از ایجاد حالت شیری رنگ، در لوله آزمایش ریخته شد و تحت سانتریفیوژ (۲۵۰۰ rpm) به مدت دو دقیقه قرار گرفت. محصول به دو قسمت تقسیم شد و قسمت اول به دستگاه خشک کن سرمایشی^۳ متصل شد (۴- الف). البته مرحله انجماد اعمال نشده و تنها از پمپ خلأ دستگاه جهت خشک کردن نمونه و تبخیر دی کلرومتان استفاده شد. قسمت دیگری از محصول در آن در دمای ۶۰ درجه سلسیوس به مدت ۳ ساعت خشک گردید (۴- ب).

آزمایش ۵: محلولی از ۲۵۰ میلی گرم FOX-12 در ۵ میلی لیتر DMF را با سرنگ به ۵۰ میلی لیتر دی کلرومتان تقطیر شده در حال هم زدن اضافه گردید. بعد از ایجاد حالت شیری رنگ، مخلوط در لوله آزمایش ریخته شد و تحت سانتریفیوژ (۲۵۰۰ rpm) به مدت دو دقیقه قرار گرفت. محصول در دو لوله آزمایش تقسیم شد. یکی از لوله ها در ازت مایع به مدت ۱ دقیقه قرار داده شد و سپس به خشک کن سرمایشی جهت خشک شدن (مدت ۶ ساعت) متصل شد (۵- الف). قسمت دیگر محصول بدون فریز کردن مستقیماً به خشک کن سرمایشی متصل شد و بعد از خشک کردن از آن SEM گرفته شد (۵- ب).

گوانیل اوره سولفات شرکت کرده و گوانیل اوره دی نیتراآمید (FOX-12) تولید می‌شود. این در حالی است که فرآیند تولید ADN بسیار پیچیده و هزینه بر است و در مراجع مختلف قیمت تولید آزمایشگاهی ADN تا ۴۰۰۰ دلار برای هر کیلوگرم برآورد شده است [۱۰]. بنابراین با توجه به میزان سهولت انجام واکنش، دسترسی به مواد اولیه، میزان عملی بودن روش کار، سمیت حد واسطها و مواد مورد استفاده، زمان واکنش و تعداد مراحل، مناسب‌ترین روش برای سنتز گوانیل اوره دی نیتراآمید (FOX-12) روش نیتراسیون پتاسیم سولفات و تولید دی نیتراآمیدیک اسید (HDN) و سپس خنثی سازی آن با گوانیل اوره سولفات است. شکل (۹) مربوط به SEM نمونه FOX-12 سنتز شده است. تصویر SEM مربوط به این نمونه نشان دهنده عدم تفکیک ذرات، پیوستگی و بزرگی ذرات است که ساختارهای لایه ای نیز دیده می‌شود.

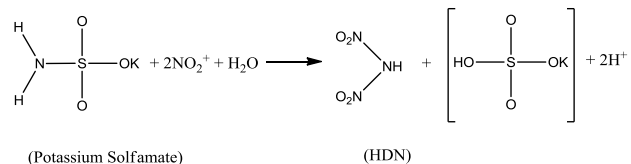
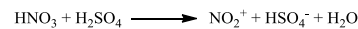


شکل ۷- (a) ترموگرام DSC گوانیل اوره دی نیتراآمید مرجع [۲] و (b) سنتز شده .

تصویر SEM گوانیل اوره دی نیتراآمید کریستاله شده بر اساس آزمایش ۱، در شکل ۱۰ نشان داده شده است. این تصویر حاکی از تفکیک مناسب ذرات و رسیدن اندازه ذرات تا محدوده ۱۰ میکرون می‌باشد.

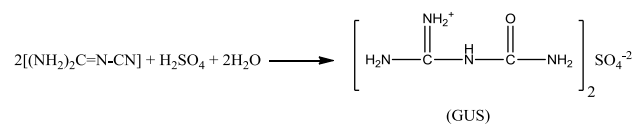
۳- نتایج و بحث

نمک پتاسیم سولفات توسط مخلوط ۷۲ به ۲۸ درصد وزنی از اسید نیتریک دود کننده با غلظت بالاتر از ۹۸٪ به عنوان عامل تولید کننده یون نیترونیوم (NO_2^+) و اسید سولفوریک با غلظت بالاتر از ۹۵٪ به عنوان کاتالیزور اسیدی، نیترو شده و دی نیتراآمیدیک اسید در محیط تولید می‌گردد (شکل ۴).



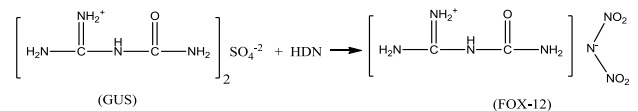
شکل ۴- سنتز دی نیتراآمیدیک اسید (HDN) از پتاسیم سولفات.

از طرفی از واکنش دی سیان دی آمید با اسیدهای معدنی در محیط آبی نمک گوانیل اوره سولفات بدست می‌آید (شکل ۵).



شکل ۵- سنتز گوانیل اوره سولفات (GUS) از دی سیان دی آمید.

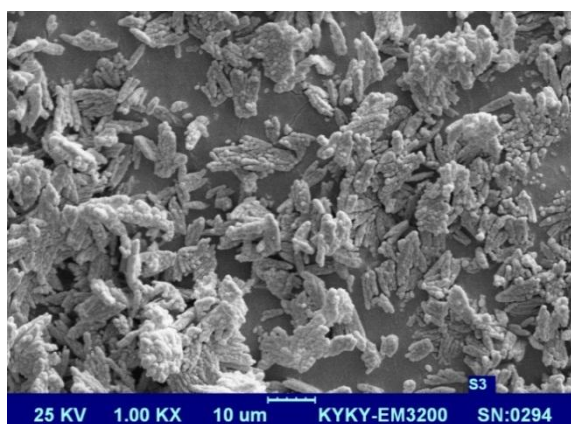
بنابراین با اضافه شدن محلول دی سیان دی آمید به مخلوط نیتراسیون، گوانیل اوره سولفات تولید و بلافاصله با HDN واکنش داده و گوانیل اوره دی نیتراآمید نامحلول در آب را تولید می‌کند (شکل ۶). حلالیت کم گوانیل اوره دی نیتراآمید در آب از جمله مزایایی است که تهیه آن را در محیط آبی تسهیل می‌نماید.



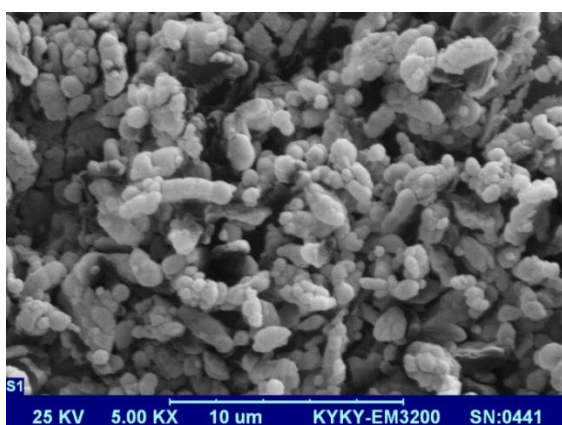
شکل ۶- سنتز گوانیل اوره دی نیتراآمید (FOX-12) از HDN.

بنا بر ترموگرام DSC تهیه شده از نمونه FOX-12 سنتزی و مقایسه آن با ترموگرام DSC مرجع (شکل ۷) می‌توان نتیجه گیری نمود که FOX-12 سنتز شده از خلوص بالایی برخوردار است. ترموگرام DSC نمونه سنتزی پیکی در ۲۱۴.۹°C و ترموگرام DSC نمونه استاندارد پیکی در ۲۱۴.۸°C از خود نشان می‌دهد [۲].

شکل (۸) نشان می‌دهد که طیف FTIR نمونه FOX-12 سنتزی منطبق بر طیف FTIR نمونه مرجع [۹] است. همان گونه که قبلاً اشاره شد آمونیوم دی نیتراآمید (ADN) در یک واکنش جایگزینی یونی با

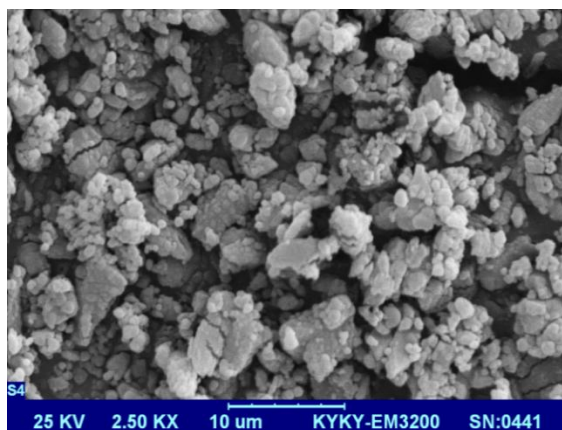


شکل ۱۰- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 کریستاله شده بر اساس آزمایش ۱.

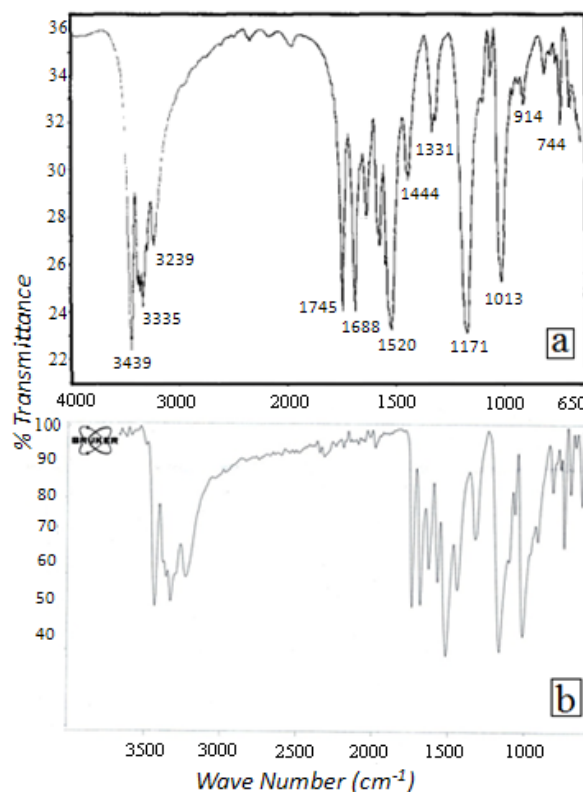


شکل ۱۱- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 کریستاله شده بر اساس آزمایش ۲.

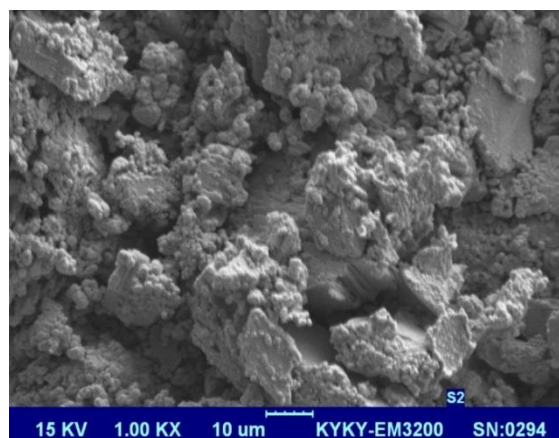
تصویر SEM گوانیل اوره دی نیتراآمید کریستاله شده بر اساس آزمایش ۳، حاکی از ایجاد ذرات با مورفولوژی غیر کروی و غیر صاف با ابعاد بین ۱۰ تا ۲۰ میکرون می باشد (شکل ۱۲).



شکل ۱۲- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 کریستاله شده بر اساس آزمایش ۳.

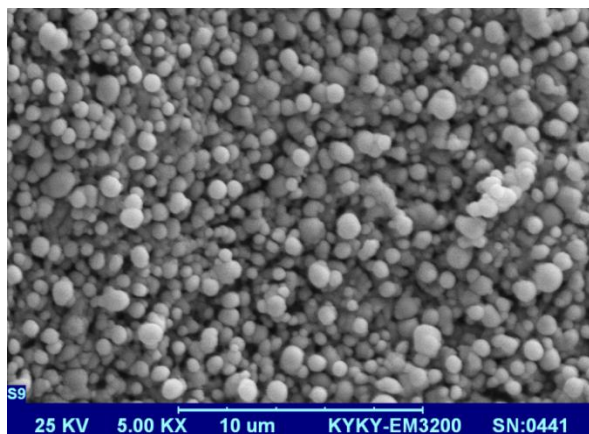


شکل ۸- (a) طیف FTIR گوانیل اوره دی نیتراآمید مرجع [۹] و (b) سنتز شده.

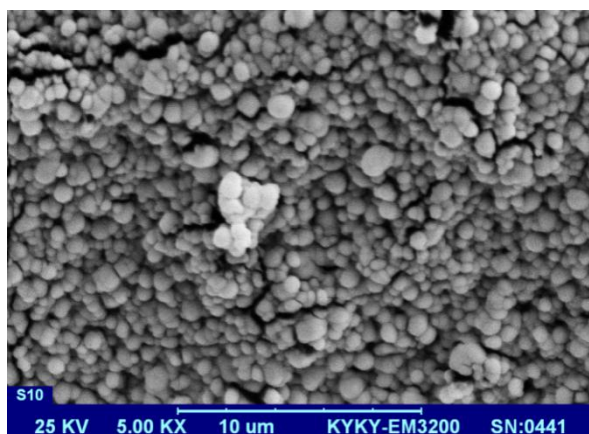


شکل ۹- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 سنتز شده قبل از کریستالیزاسیون.

دی کلرومتان صنعتی به علت داشتن مقادیری آب، باعث حل شدن FOX-12 شده و عملاً این مقدار FOX-12 از چرخه خارج می گردد و موجب کم شدن مقدار محصول کلوئیدی و تأخیر زیاد در پدیدار شدن آن می شود. تصویر SEM گوانیل اوره دی نیتراآمید کریستاله شده بر اساس آزمایش ۲ (شکل ۱۱)، نشان دهنده ذرات میله ای شکل حاصل از به هم چسبیدن ذرات کروی با اندازه ذرات زیر ۴ میکرون است.



شکل ۱۵- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 کریستاله شده بر اساس آزمایش ۵- الف.

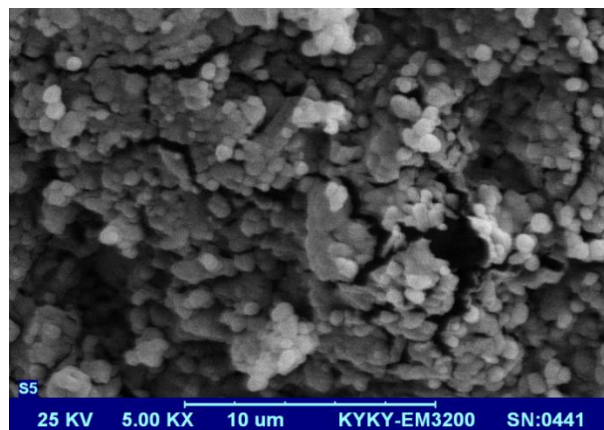


شکل ۱۶- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 کریستاله شده بر اساس آزمایش ۵- ب.

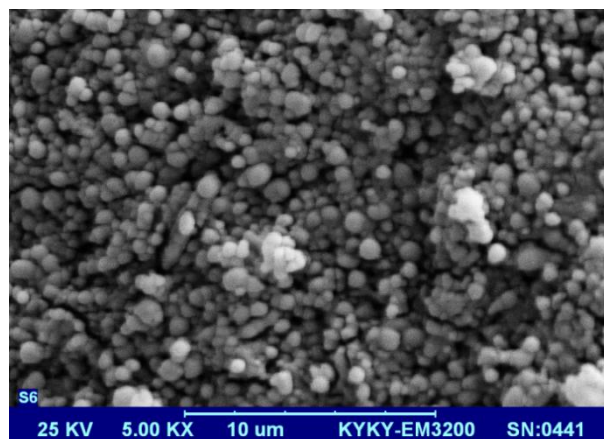
۴- نتیجه گیری

در این تحقیق ابتدا FOX-12 از طریق نیتراسیون پتاسیم سولفامات و تولید دی نیتراآمیدیک اسید (HDN) و سپس خنثی سازی آن با گوانیل اوره سولفات با راندمان ۴۰٪ سنتز شد که نسبت به روش سنتز این نمک از ماده اولیه آمونیوم دی نیتراآمید (ADN)، روشی ساده، ایمن و ارزان است. در ادامه تأثیر روش کریستالیزاسیون بر اندازه و مورفولوژی ذرات بررسی شد. روش حلال- ضد حلال جهت دستیابی به دانه بندی FOX-12 از ۲۰ میکرون تا ۳۰۰ نانومتر با مورفولوژی کروی جهت استفاده در پیشرانه های تفنگی روشی بسیار مناسب، ارزان و تا حدودی ساده می باشد. درصد وزنی/حجمی از ۰/۵ تا ۵ از FOX-12 در حلال DMF و پخش کردن آن در دی کلرومتان خشک باعث تشکیل ذرات زیر ۲۰ میکرون می شود. نسبت حجمی محلول FOX-12 نسبت به دی کلرومتان ۱ به ۱۰ مناسب تشخیص داده شد. زمان شیرینی شدن دی

در تصویر SEM گوانیل اوره دی نیتراآمید کریستاله شده بر اساس آزمایش ۴- الف (شکل ۱۳) چسبندگی و تجمع ذرات ۱ میکرونی به وضوح مشاهده می شود. همچنین ترک های ایجاد شده در شکل با بزرگنمایی ۵۰۰۰ نشان دهنده به دام افتادن حلال و سپس خروج آن از سطح است. در تصویر SEM نمونه های کریستاله شده بر اساس آزمایش ۴- ب دانه بندی بهتری با ابعاد ذرات ۳۰۰-۴۰۰ نانومتر و به هم چسبندگی ذرات و عدم یکنواختی در اشکال کروی دیده می شود (شکل ۱۴).



شکل ۱۳- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 کریستاله شده بر اساس آزمایش ۴- الف.



شکل ۱۴- تصویر میکروسکوپ نوری FOX-12 کریستاله شده بر اساس آزمایش ۴- ب.

گوانیل اوره دی نیتراآمید کریستاله شده با اساس آزمایش ۵- الف دارای ابعادی در حدود ۳۰۰ الی ۵۰۰ نانومتر و مورفولوژی کروی بسیار مناسب و یکدست می باشد (شکل ۱۵). در حالی که کریستالیزاسیون بر اساس آزمایش ۵- ب و عدم استفاده از ایت مایع منجر به ذراتی به ابعاد ۳۰۰ تا ۶۰۰ نانومتری می شود (شکل ۱۶).

- [3] Langlet, A. "Guanylurea Dinitramide, an Explosive, Propellant, Rocket Motor Charge and Gas Generator"; US Patent 6,291,711, 2001.
- [4] Sandstorm, J.; Sjoberg, P. "Insensitive High Explosive"; Nexplo Bofors AB, Sweden, 2005.
- [5] Vorde, C.; Skifs, H. "Method of Producing Salts of Dinitramidic Acid"; US patent 2008/0226533, 2008.
- [6] Stenmark, H; Östmark, H. "FOX-12 (GuDN): An IM Ingredient Candidate –Where Are We Today?"; www.imemg.org/wp-content/uploads/.../ingredients_4_Oestmark, 2010.
- [7] Polshettiwar, V.; Nadagouda, M. N.; Varma, R. S. "Microwave-Assisted Chemistry: A Rapid and Sustainable Route to Synthesis of Organics and Nanomaterials"; Aust. J. Chem. 2009, 62, 16–26.
- [8] Hyeon, T. "Synthesis of Mono-Disperse and Highly Crystalline Nano-Particles of Metals, Alloys, Metal-Oxides, and Multi-Metallic Oxides Without a Size-Selection Process"; US Patent 2004/0247503, 2004.
- [9] Vankatachalam, S.; Santhosh, G.; Ninan, K. N. "High Energy Oxidizers for Advanced Solid Propellant and Explosive"; Advances in Solid Propellant Technology, 1st International HEMSI Workshop, Ranchi, India 2002, 87-106.
- [10] "ADN Now a Viable Ingredient for Propellant and Explosive Formulation"; Navy EMTC Web site: <http://www.navsea.navy.mil/nswc/indianhead/codeCA/EMTC/mai.n.aspx>, 2010.

کلرومتان بسیار اهمیت دارد و هرچه این زمان بیشتر باشد احتمال بزرگ شدن ذرات بیشتر می‌شود. وجود آب در دی کلرومتان مانع از بالا رفتن راندمان محصول، طولانی شدن فرآیند شیری شدن و در نتیجه میله‌ای شدن محصول می‌گردد. انجماد نمونه در ازت مایع باعث منجمد شدن دی کلرومتان و سپس تصعید شدن آن تحت خلأ در سیستم خشک‌کن سرمایشی، موجب عدم چسبیدن ذرات به یکدیگر در حالت حلال یخ زده می‌باشد. زمان قرار دادن نمونه در خشک‌کن سرمایشی باید بالای ۶ ساعت باشد تا نمونه بهتر خشک شود. خشک کردن با آون باعث ایجاد چسبندگی جزئی ذرات، بدون از دست رفتن شکل کروی ذرات شد. نمونه‌های به دست آمده به خوبی در سطوح تمیز و وسیع گسترانده و در دمای ۳۰ الی ۴۰ درجه سلسیوس خشک شدند. بازده عملی فرآیند کریستالیزاسیون در این مقیاس ۹۰ تا ۹۲٪ بود.

مراجع

- [1] Feng-Qi, Z.; Pei, C.; Hong-An, Y.; Sheng-Li, G.; Rong-Zu, H.; Qi-Zhen, S. "Thermochemical Properties and Non-Isothermal Decomposition Reaction Kinetics of N-GuanylureaDinitramide (GUDN)"; Chin. J. Chem. 2004, 22, 136-141.
- [2] Ostmark, H.; Bemm, U.; Bergman, H.; Langlet, A. "N-Guanylurea Dinitramide: A New Energetic Material with Low Sensitivity for Propellants and Explosives Applications"; Thermochimica Acta 2002, 384, 253-259.

