



POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.org.tr/politeknik>



Kullanım ömrünü tamamlamış
mühimmatlardan RDX geri kazanımının
araştırılması

*Recovery studies on RDX from decommissioned
munitions*

Yazar(lar) (Author(s)): Soner ALTIN¹, Özge KÖSE¹, Ayşegül Ülkü METİN^{1,2}, Mehmet TÜRKER³

Soner ALTIN ORCID : 0000-0002-4523-2150

Özge KÖSE ORCID : 0000-0002-0272-4681

Ayşegül Ülkü METİN ORCID : 0000-0001-8494-601X

Mehmet TÜRKER ORCID : 0000-0001-7028-0587

To cite to this article: Altın S., Köse Ö., Metin A. Ü. ve Türker M., “Kullanım Ömrünü Tamamlamış Mühimmatlardan RDX Geri Kazanımının Araştırılması”, *Journal of Polytechnic*, *(*) : *, (*).

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz: Altın S., Köse Ö., Metin A. Ü. ve Türker M., “Kullanım Ömrünü Tamamlamış Mühimmatlardan RDX Geri Kazanımının Araştırılması”, *Politeknik Dergisi*, *(*) : *, (*).

Erişim linki (To link to this article): <http://dergipark.org.tr/politeknik/archive>

DOI: 10.2339/politeknik.1395745

Kullanım Ömrünü Tamamlamış Mühimmatlardan RDX Geri Kazanımının Araştırılması

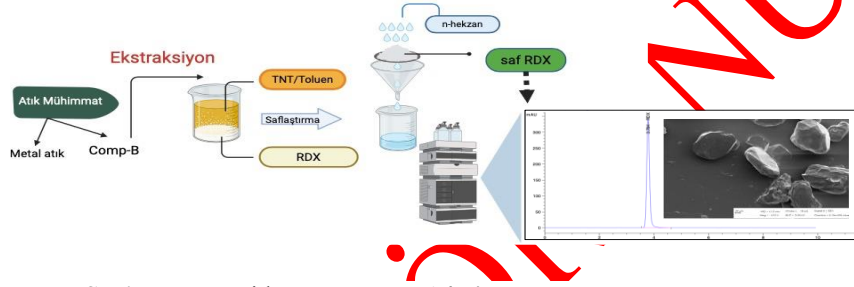
Recovery Studies on RDX from Decommissioned Munitions

Önemli noktalar (Highlights)

- ❖ Atık Comp-B mühimmatındaki ekonomik değere sahip RDX geri kazanıldı. / Economically valuable RDX recovered from waste Comp-B ammunition.
- ❖ Yüksek verimde ve saflıkta RDX sıvı ekstraksiyonu yöntemi ile elde edildi. / High yield and purity of RDX were obtained through the liquid extraction method.
- ❖ Fonksiyon testleri yöntemin başarılı olduğunu gösterdi. / The functional tests of RDX demonstrated the success of the method.

Grafik Özet (Graphical Abstract)

Bu çalışma atık Comp-B mühimmatından yüksek saflıkta RDX'in geri kazanılmasına odaklanmıştır. / This study is focused the recovery of high-purity RDX from waste Comp-B ammunition.



Şekil. RDX geri kazanım prosesi / Figure. RDX recovery process

Amaç (Aim)

Bu çalışma, kullanım ömrünü tamamlamış mühimmatlardan ekonomik ve stratejik öneme sahip olan RDX'in geri kazanımını amaçlamaktadır. / The purpose of this study is the recovery of the economically and strategically important RDX from waste munitions.

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Atık mühimmatlardan Comp-B türü patlayıcıdan solvent ekstraksiyonu ile saf RDX geri kazanılmıştır. / RDX was obtained from waste Comp-B by solvent extraction method.

Özgünlük (Originality)

Ülkemizde ilk defa yaklaşık 70 yıl yaşlanmış atık mühimattan RDX geri kazanımı üzerinde çalışılmıştır. Yüksek saflıkta elde edilen RDX'in fonksiyonel testleri yapılarak yeniden kullanılabilirliği belirlenmiştir. / It is the first time in our country that research has been conducted on the recovery of RDX from waste munitions that have aged approximately 70 years. The reusability of the high-purity RDX obtained has been determined by functional tests.

Bulgular (Findings)

Geri kazanım verimi, mekanik yöntemle elde edilen Comp-B için % 94 iken, sıcak su/buhar ile eritme yöntemi için % 77 olarak, saflaştırma işlemi sonucunda, her iki yöntem için RDX saflığı % 99'dan daha fazla olduğu belirlenmiştir. / The recovery efficiency was 94% for Comp-B obtained by the mechanical method and 77% for the hot water/steam melting method. RDX purity for both methods was determined to be more than 99%.

Sonuç (Conclusion)

Kullanım ömrü tamamlanmış Comp-B tipi patlayıcı içeren mühimmatlardan RDX geri kazanımının mümkün olduğu, saf RDX'in patlayıcı özelliğinin ve hassasiyetinin yüksek olduğu tespit edilmiştir. / It has been determined that it is possible to recover RDX from ammunition containing Comp-B type explosives at the end of their service life, and that the RDX obtained has high functionality and sensitivity.

Etik Standartların Beyanı (Declaration of Ethical Standards)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The author(s) of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

Kullanım Ömrünü Tamamlamış Mühimmatlardan RDX Geri Kazanımının Araştırılması

Araştırma Makalesi / Research Article

Soner ALTIN¹, Özge KÖSE¹, Ayşegül Ülkü METİN^{1,2}, Mehmet TÜRKER^{3*}

¹ Savunma Teknolojileri Ana Bilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale Üniversitesi, Türkiye

² Kimya Bölümü, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Kırıkkale Üniversitesi, Türkiye

³ Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Teknoloji Fakültesi, Ankara Gazi Üniversitesi, Türkiye

(Geliş/Received : 25.11.2023 ; Kabul/Accepted : 29.12.2023 ; Erken Görünüm/Early View : 08.02.2024)

ÖZ

Mühimmatlar, raf ömürlerinin dolması ve depolama veya kullanım esnasında uygun olmayan koşullarda muhafaza edilmesi sebebiyle kullanım dışı kalmaktadır. Bu çalışmada, askeri mühimmatlarda ana imla maddesi olarak en fazla kullanılan ve 2,4,6-trinitrotoluen (TNT) ve heksahidro-1,3,5-trinitro-1,3,5-triazin (RDX) karışımı olan atık Kompozisyon B (Comp-B) patlayıcısından RDX' in geri kazanımı ve saflaştırılması amaçlanmıştır. Atık Comp-B numuneleri, mühimmattan iki farklı yol ile elde edilmiş ve farklı RDX geri kazanım yüzdelerine ve saflığına ulaşılmıştır. Comp-B, hem mekanik yolla direkt mühimmat bünyesinden, hem de mühimmattan ana dolgusunun sıcak su ve buhar yöntemi ile eritildiği geri dönüşüm prosesinden elde edilmiştir. Her iki yöntem ile alınan numunelerden TNT ve RDX' in toluen içerisindeki çözünürlük farklılıklarından yararlanılarak, TNT uzaklaştırılmış ve RDX elde edilmiştir (rRDX). Geri kazanım verimi, mekanik yöntemle elde edilen Comp-B için % 94 iken, sıcak su/buhar ile eritme yöntemi için % 77 olarak hesaplanmıştır. Daha sonra uygulanan saflaştırma işlemi sonucunda, her iki yöntem için RDX saflığı % 99'dan daha fazla olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Atık mühimmat, geri dönüşüm, kompozisyon B, ekstraksiyon, RDX, TNT, patlayıcı.

Recovery Studies on RDX from Decommissioned Munitions

ABSTRACT

Munitions become obsolete due to the expiration of their shelf life, storage, or inappropriate conditions during use. In this study, it was aimed to recover and purify RDX from waste Composition-B (Comp-B) explosive, which is a mixture of 2,4,6-trinitrotoluene (TNT), hexahydro-1,3,5-trinitro-1,3,5-triazine (RDX), which is the most commonly used as the main fusing agent in military munitions. Waste Comp-B samples were obtained from the munition in two different ways, and different RDX recovery percentages and purity were achieved. Comp-B was obtained both mechanically directly from the ammunition and through the recycling process by melting the main filling of the ammunition with hot water and steam method. TNT was removed from the samples obtained by both methods by utilizing the solubility differences of TNT and RDX in Toluene and RDX was obtained (rRDX). The recovery efficiency was 94% for Comp-B obtained by the mechanical method and 77% for the hot water/steam melting method. As a result of the subsequent purification process, RDX purity for both methods was calculated and determined to be more than 99%.

Keywords: Waste ammunition, recycling, composition B, extraction, RDX, TNT, explosive.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Mühimmatlar, raf ömürlerinin dolması, uzun süre depolama veya kullanım esnasında uygun olmayan koşullarda muhafaza edilmesi ya da hasara uğraması sebebi ile gerek emniyet gereksinimlerini karşılayamaması gerekse kendisinden beklenen fonksiyonu yerine getiremeyecek olması nedeniyle hurda mühimmat haline gelmektedir. Diğer taraftan teknolojinin de sürekli gelişmesiyle birlikte birçok mühimmat çeşidi taktik gereksinimlere uyum sağlayamamakta ve kullanım dışı kalmaktadır [1].

Ayrıca, mühimmatların depolanması ve imhası uzun zaman alan maliyetli bir proses olmasının yanı sıra çevreyi de olumsuz yönde etkilemektedir.

Ömrünü tamamlayan mühimmatlar, çoğunlukla Açık Havada Patlatma Yöntemi, Açık veya Kapalı Ortamda Yakma Yöntemi, Derin Yeraltı Toprak Gömme Yöntemi ve Derin Deniz Boşaltma Yöntemi gibi geleneksel işleme yöntemleri kullanılarak bertaraf edilmektedir [2]. Bu işlemler sırasında oluşan büyük miktarda atık gaz ve katı kalıntı çevresel sorunlara neden olmaktadır. Çevre koruma ve kaynak geri dönüşümünün iki yönü göz önüne alındığında, kullanım dışı kalmış mühimmatların bertaraf edilmesi için çevre dostu bir yöntemin geliştirilmesi önemli ve gereklidir [2]. Mühimmattan güvenli koşullar altında ve minimum çevresel etki ile imha edilmesi, maliyeti yaklaşık 1600 USD/ton olan zahmetli bir süreç haline gelmektedir. Öte yandan, mühimmattan boşaltılan enerjik malzemenin çoğu, gaz arıtma sistemli yakma

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)
e-posta : mturker1961@gmail.com.tr

fırınlarında bertaraf edilmektedir. Ancak, bu tür birleşik eleme sistemlerinin kullanımı, mevcut kapasite, enerji gereksinimleri, işletme ve bakım maliyetleri ile sınırlıdır [3].

Mühimmat geri kazanım veya geri dönüşüm yöntemlerinde, atık patlayıcı veya sevk yakıtlarının yakılarak imha işlemlerinden ısı enerjisi geri kazanılabilirken, ayıklama sonrası elde edilen hurda metaller ise yeniden eritilip kullanılabilir veya satılabilir. Açık yakma ve açık patlatma yöntemleri, mühimmat imhası için basit ve ekonomik işlemler olarak kabul edilmekle birlikte, NO_x türü asidik gazların ve ince tozların havaya salınması hava kirliliğine, ağır metaller ise toprağın kirlenmesine neden olmaktadır [4-7]. Son yıllarda, nitro grubu taşıyan patlayıcıların azotlu gübre gibi organik maddelere ve ticari kimyasallara dönüştürülmesi konusu önemli hale gelmiştir [6]. Bu sebeple, ateşleme, sevk ve tapan sistemlerinin herhangi birinde sorun olması sebebiyle kullanım dışı kalmış mühimmatların ana imla malzemesinin atmosferik koşullar ile temas etmediği sürece kararlılığını koruması nedeniyle, geri kazanım yoluyla elde edilecek patlayıcı maddeler, yeniden ticari ve askeri patlayıcılar veya yakıt takviyeleri olarak kullanılabilir potansiyelleri sebebiyle oldukça önemlidir [6,8,9].

Kullanım ömrünü tamamlamış mühimmatlardan elde edilen patlayıcıların mühimmat bünyesinden ayrılması ve geri kazanımı için eriterek ayırma, sıvı ekstraksiyonu ve süperkritik akışkan ekstraksiyonu gibi ayırma yöntemleri kullanılmaktadır [10-12]. Bunlar arasında, sıvı ekstraksiyonu ile ayırma yönteminde, temel olarak bir çözücü içerisinde aynı sıcaklıkta, karışımı oluşturan bileşenlerin çözünürlüklerindeki farktan faydalanılmaktadır [11]. Bu yöntemin en önemli avantajı özellikle patlayıcı sistemlerinde patlama riskini azaltan düşük sıcaklıklarda çalışma olanağı sunmasıdır. Ancak, işlem sırasında fazla çözücü kullanımı hem proses maliyetini artırır hem de atık çözücünün ikincil bir kirlilik oluşturarak çevre kirliliğine neden olması dezavantaj olarak değerlendirilmektedir [13]. Süper kritik akışkan ekstraksiyonu ile ayırma yönteminde, solvent olarak süper kritik karbondioksit (CO₂) kullanılmaktadır. Yöntem, düşük toksisite ve çevresel etki sunması nedeniyle, moleküler patlayıcıların geri kazanımı için araştırmacılar tarafından önerilmiş olmakla birlikte, süperkritik CO₂ ekstraksiyonu ile geri kazanılan patlayıcıların yeniden kristalizasyonu gerekliliği önemli sorunlardan biridir [12]. Ayrıca, bazı patlayıcıların (örneğin TNT) süperkritik CO₂ içindeki çözünürlüğünün, yaygın organik çözücülerdekinden çok daha düşük olması, işletme maliyetinin ise eritme ve solvent ekstraksiyonlarına göre çok daha yüksek olması gibi dezavantajlar, atık patlayıcıların geri dönüşümü için süper kritik CO₂ ekstraksiyon yönteminin pratikte uygulanabilirliğini azaltmaktadır [13].

Chen ve arkadaşları, kaynak geri dönüşüm tekniği kullanılarak kullanım ömrünü tamamlamış TNT-RDX-AL patlayıcı karışımını eritme, solvent ekstraksiyonu ve

süperkritik CO₂ ekstraksiyonu ile ayırma yöntemlerini kullanarak ayırmış, yöntemlerin avantaj ve dezavantajlı yönlerini tartışmıştır [11]. Elde ettikleri bulgular neticesinde solvent ekstraksiyon işlemi ve eritme ayırma işleminin, geri kazanım verimliliği ve geri dönüşüm maliyetini iki açıdan dikkate alan, karışık patlayıcıların mühendislik geri dönüşüm potansiyeline sahip olduğu değerlendirmesini yapmışlardır.

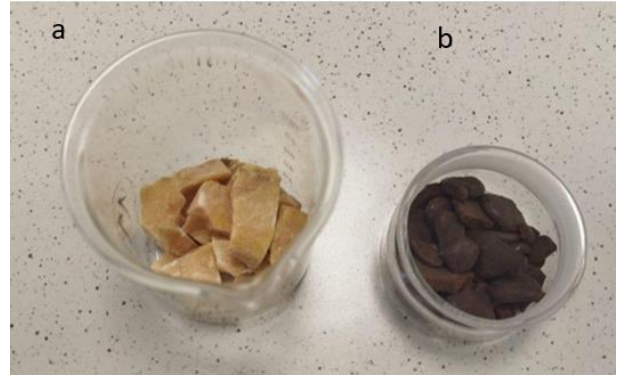
Bu çalışmada, RDX ve TNT karışımı olan Comp-B terkipli atık patlayıcının, yukarıda bahsedilen bilgiler ışığında diğer yöntemlere göre en güvenli ve maliyet etkin olduğu değerlendirilen solvent ekstraksiyonu yöntemi ile bileşenlerine ayırarak, ekonomik değeri yüksek olan RDX'in geri kazanımı hedeflenmiştir. Geri kazanılan RDX'in yeniden benzer mühimmatların veya sivil amaçlı kullanılan diğer patlayıcı bileşimlerin üretiminde kullanılabilirliğini değerlendirilmesi için özellikleri belirlenmiştir.

2. MATERYAL VE METOD (MATERIAL AND METHOD)

2.1. Kimyasal Maddeler (Chemical Materials)

Standart RDX (EMSURE; >99%), TNT (EMSURE; >99%), Asetonitril, Toluen, n-Hekzan ve Piridin HPLC saflıkta olup Merck firmasından temin edilmiştir.

Comp-B terkipli patlayıcı numuneleri, atık mühimmattan iki farklı yol izlenerek elde edilmiştir. İlk olarak, mühimmat bileşenlerine ayrılmış ve ana imla maddesi olan Comp-B mekanik yolla (Y-1, Şekil 1a), ikinci yöntemde ise, sıcak su/buhar ile patlayıcının kısmen eritilmesi sonrasında elde edilmiştir (Y-2, Şekil 1b). Şekil 1.'de verilmiştir.



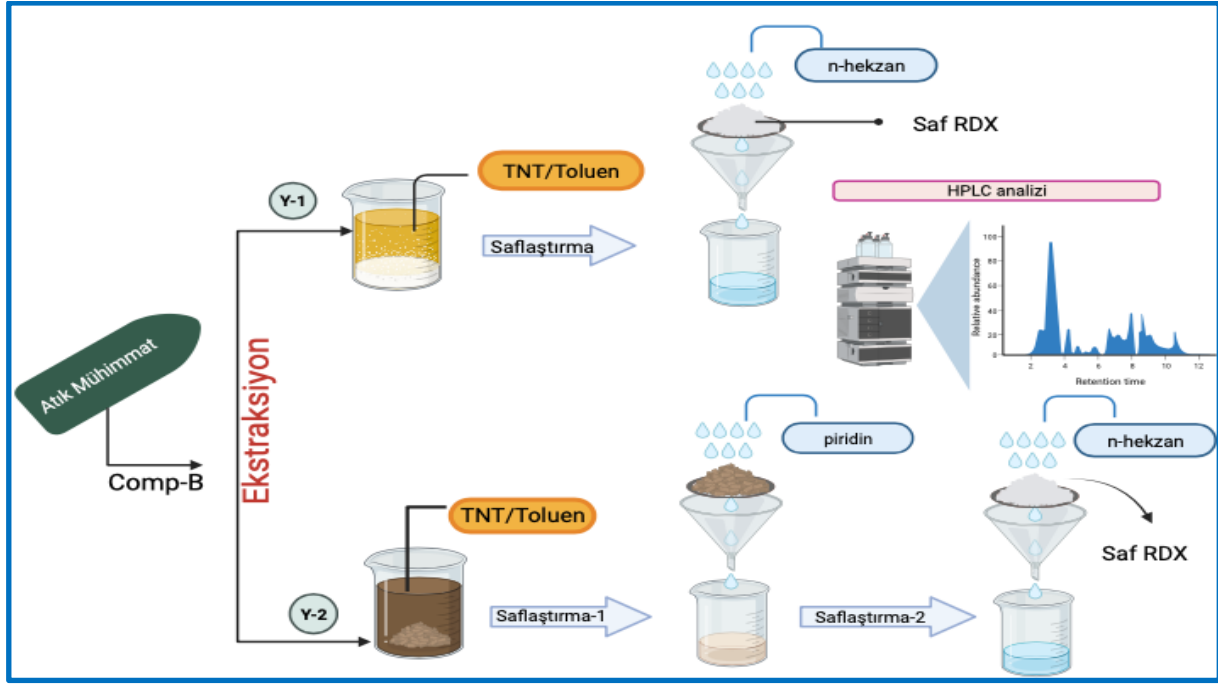
Şekil-1 Comp-B numuneleri a) Y-1 ve b) Y-2 yöntemleri ile elde edilen numunelerin dijital fotoğrafları (Comp-B samples a) Digital photographs of samples obtained by Y-1 and b) Y-2 methods).

2.2. Cihazlar (Instruments)

Comp-B, RDX ve TNT'nin karakterizasyonu için Fourier Transform Infrared Spektrometre (FTIR, Perkin Elmer Spectrum 100, ABD) ve Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM, Carl Zeiss EVO LS 15, Almanya) kullanılmıştır. RDX saflığı ve kristal yapısı sırasıyla Yüksek Basıncılı Sıvı Kromatografisi (HPLC, Agilent Tech. 1200 Series, ABD) ve X-ışını Kırınımı (XRD,

Rigaku Ultima-IV) kullanılarak belirlenmiştir. HPLC çalışma koşulları: Kolon (Zorbax SB-C18 4,6mm ID x

sonucunda patlayıcının eritilerek mühimmat gövdesinden ayrılması ile elde edilmesi (Y-2) şeklinde



Şekil 2. Ekstraksiyon işlem basamaklarının şematik gösterimi (Schematic illustration of extraction process steps)

25 cm), Kolon Sıcaklığı: 35°C; Kolon Basıncı: 90 bar; Numune Besleme Debisi:1,0 ml/dk; Detektör: UV; Taşıyıcı Faz: Asetonitril/Su (50:50) olarak belirlenmiştir. Geri kazanılan RDX'in fiziksel ve fonksiyonel özelliklerinin belirlenmesi için askeri standartlar çerçevesinde belirlenen analizler yapılmıştır. Bu amaçla, patlama hızları MIL-STD-331C standardına göre Patlatma Kabini Test Cihazı (OZM, Çek Cumhuriyeti), darbe hassasiyeti STANAG 4489 standardına göre Darbe Hassasiyeti Test cihazı (BAM-Fall Hammer, OZM BFH-10, Çekya) ve sürtünme hassasiyeti STANAG 4487 standardına göre Sürtünme Hassasiyeti Test Cihazı (BAM Friction Apparatus, OZM FSKM-10, Çekya) kullanılarak belirlenmiştir. Numunelerin erime noktalarını tespit etmek için STANAG 4515 standardına göre Diferansiyel Termal Analiz (DTA, OZM 551-Ex, Çekya) cihazı kullanılmıştır.

2.3. Yöntem (Method)

Kullanım ömrünü tamamlamış mühimmattan iki farklı yöntem ile Comp-B numunesi elde edilmiştir. İlk yöntem, mühimmatın bileşenlerine ayrılması sonucunda patlayıcı maddenin mekanik olarak elde edilmesi (Y-1), diğeri ise yine bileşenlerine ayrılmış olan mühimmatın sıcaklığı yaklaşık 90°C olan su ve buhar uygulanması

gerçekleştirilmiştir.

Her iki patlayıcı örneğinden RDX sıvı ekstraksiyonu yöntemi ile Şekil 2'de şematik olarak gösterilen işlem basamakları kullanılarak geri kazanılmıştır. Y-1 yöntemi kullanılarak geri kazanılmış RDX'e Y-1-rRDX, Y-2 yöntemi kullanılarak geri kazanılmış Y-2-rRDX olarak ifade edilmiştir.

RDX geri kazanım prosesinde çözücü olarak, TNT ve RDX'in Çizelge 1'de verilen farklı çözücülerde çözünürlük değerleri dikkate alınarak Toluen kullanılmıştır.

Ekstraksiyon işlemi, zamana bağlı olarak, yaklaşık 2 g Comp-B örneği kullanılarak 5, 10, 30 ve 60 dk. boyunca, çözücü olarak Toluen (10 ml)'nin iki basamakta kullanılması ile oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon işlemi sonunda süzülerek ortamdaki bulunan örnekler, Comp-B mühimmat karışımında bulunan vaksın uzaklaştırılması için 3 kez n-Hekzan (5 ml) ile yıkanmış, ekstraksiyon sonunda elde edilen Y-1-rRDX'in saflığı HPLC analizi ile belirlenmiştir.

Y-2 yöntemi ile elde edilen Comp-B'den RDX geri kazanım prosesinde, Comp-B numunesinde RDX, TNT ve vaks dışında safsızlık olduğu görülmüştür (Şekil 1b). Bu doğrultuda, ekstraksiyon prosesinde küçük değişiklikler yapılarak, piridin, kerosen, dizel ve

Çizelge 1. TNT ve RDX'in 20 °C'deki farklı çözücülerdeki çözünürlüğü (g/100 g solvent) (Solubility of TNT and RDX in different solvents at 20 °C (g/100 g solvent)) [14-17]

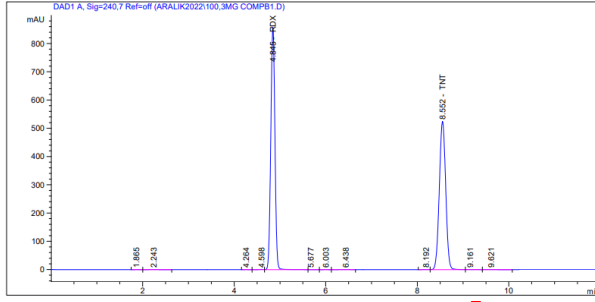
Solvent:	Aseton	Asetonitril	Su	Metanol	Etanol	Benzen	Toluen	Pridin
TNT	109	100	0,007	0,354	1,23	67	55	137
RDX	8,2	5,5	0,013	0,025	Çözünmez	0,03	0,02	2,95*

polivinilpirolidin çözeltilerinin kullanıldığı ön saflaştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Şekil 2’de belirtilen iş akış şemasına göre, 10 g kirli Y-2-rRDX örnekleri belirlenen çözücüler (10 ml) ile 30 dk. boyunca manyetik olarak karıştırılmak suretiyle numunenin rengi beyaza dönene kadar muamele edilmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

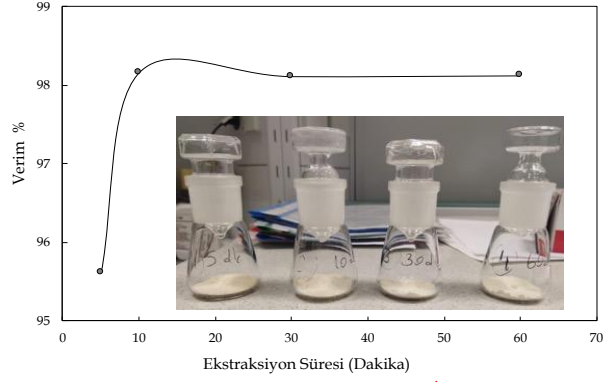
3.1. Ekstraksiyon Prosesinin Optimizasyonu ve Karakterizasyon (Optimization and Characterization of Extraction Process)

Kullanım ömrünü tamamlamış ve geri dönüşüme tabi tutulmuş 60 mm Geri Tepmesiz Top mühimmatından elde edilen Comp-B patlayıcısının içeriği HPLC analiz ile belirlenerek elde edilen kromatogram Şekil 3’te gösterilmiştir. RDX ve TNT’nin alıkonma zamanı sırasıyla 4,845 ve 8,552 dakika olarak belirlenmiştir. Kalibrasyon eğrisi kullanılarak Y-1 yöntemi ile elde edilen Comp-B örneğinin kütlece % 62,60 RDX ve % 35,76 TNT’den oluştuğu, geriye kalan % 1,64’lük kısmın ise vaks ve diğer safsızlıkların oluşturduğu tespit edilmiştir.



Şekil 3. Y-1 yöntemi ile elde edilen Comp-B’nin HPLC kromatogramı (HPLC chromatogram of Comp-B obtained by Y-1)

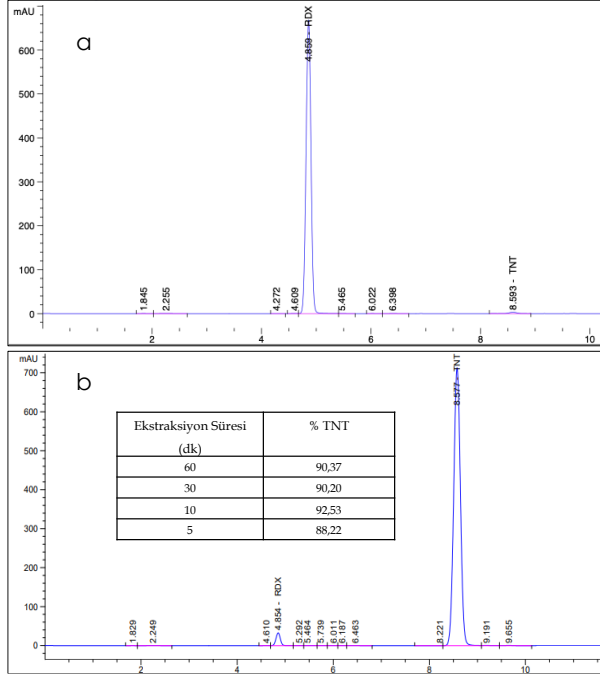
Ekstraksiyon işleminin etkinliği, zaman ve ekstraksiyon basamak sayısı parametreleri çalışılarak belirlendi. Şekil 4 ekstraksiyon etkinliğinin zamanla değişimini göstermektedir. Ekstraksiyonun zamanla arttığı, özellikle 10 dk. ve üzeri ekstraksiyon sürelerinde verimin %98’in üzerinde olduğu ve bundan sonra zamanın önemli bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir. Y-1 numunesi ile optimum süre olarak belirlenen 10 dakika diğer numune türü için de optimum olarak kabul edilerek Y-2 örneğinden ekstraksiyon ile RDX geri kazanımı çalışılmıştır.



Şekil 4. RDX geri kazanımına ekstraksiyon süresinin etkisi (Numune: Y-1) (The effect of extraction time on RDX recovery)

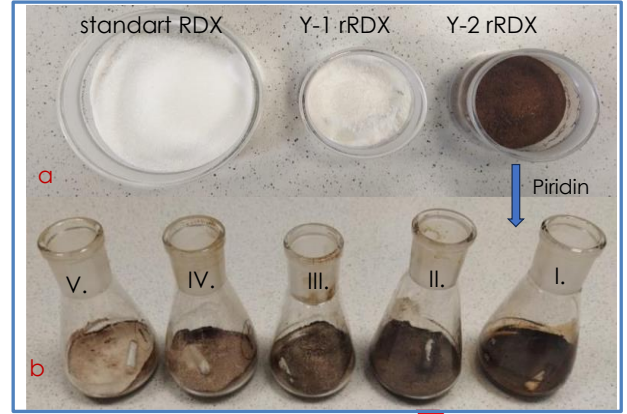
Ekstraksiyon veriminin ekstraksiyon basamağı sayısına bağlılığını tespit etmek için bir ve iki basamaklı ekstraksiyon işlemi yapıldı. RDX geri kazanım verimi, Y-1 ile elde edilen Comp-B numunesi için tek basamaklı ekstraksiyonda % 94,79, iki basamaklı ekstraksiyon da % 98,19 olarak belirlendi. Y-1 yönteminde elde edilen veriler değerlendirilerek, Y-2 numunesine iki basamaklı ekstraksiyon işlemi uygulanarak verimin % 71,05 olduğu belirlendi. Y-2 yönteminde verimin Y-1 yöntemine göre düşük olmasının nedeni, su buharı/sıcak su ile eritme süreci sırasında mühimmatın mekanik aksamı ile mühimmat arasında bulunan ve zift/asfalt olduğu düşünülen yağlı organik bileşiğin ekstraksiyonu güçleştirilmesi, bununla birlikte söz konusu bileşiğin yapıdan uzaklaştırılması amacıyla yapılan temizleme işlem basamaklarında az da olsa çözünerek uzaklaşan RDX’den kaynaklandığı düşünülmektedir.

Şekil 5a, Y-1-rRDX’e ait kromatogramı göstermektedir. Kromatogramdan da açıkça görülebileceği gibi, iki basamaklı ekstraksiyon işleminin sonunda geri kazanılan RDX’in saflığının yüksek olduğu belirlenmiş ve pik yüksekliği kullanılarak saflık % 99,6 olarak hesaplanmıştır. Öte yandan, ekstraksiyon işlemi sonunda toluen ile uzaklaştırılan TNT miktarı da analiz edilmiş, TNT miktarının zamanla toluen fazı içinde arttığı, ancak 10 dk.’dan sonra zamanın TNT miktarına etkisinin olmadığı, bununla birlikte TNT fazının, RDX’in az da olsa çözünürlüğünden dolayı Toluen fazı içine varlığı görülmektedir (Şekil 5b).



Şekil 5. Y-1-rRDX'e ait HPLC kromatogramı (a) TNT fazına ait HPLC kromatogramı ve ekstraksiyon süresinin etkisi (b) (HPLC chromatogram of Y-1-rRDX (a) HPLC chromatogram of TNT phase and the effect of extraction time (b))

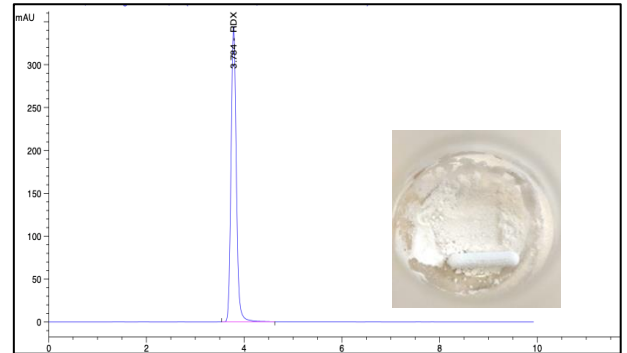
Y-2 yöntemi ile elde edilen Comp-B örneğine, Y-1 örneğinde optimize edilen ekstraksiyon prosesi uygulanmış ancak geri kazanılan RDX örneğinin, standart RDX örneğinden uzak bir fiziksel görüntüye sahip olduğu belirlenmiştir (Y-2-rRDX) (Şekil 6a). Bu doğrultuda, Y-2-rRDX'den zift/asfalt safsızlığının uzaklaştırılması için, kerosen, motorin, piridin, polivinilpirolidin gibi, zift/asfalt çözünürlüğünün yüksek olabileceği çözücü ve çözelti sistemleri kullanılmıştır. Ön saflaştırma deneylerinde aynı miktarda Comp-B numunesi ile aynı miktarda çözücü ve çözeltiler eşit sürelerde muamele edilmiş, kerosen, motorin, polivinilpirolidin, zift/asfalt uzaklaştırmada başarısız olduğu (sonuçlar gösterilmemiştir), piridin ise daha başarılı olduğu belirlenmiştir.



Şekil 6. Y-1 ve Y-2 Comp-B numunelerinden elde edilen rRDX dijital fotoğrafları (a) Y-2-rRDX'in piridin ile saflaştırma işlemi sonucu örneklerin dijital fotoğrafları (Y-2-rRDX₁) (b) (Digital photographs of rRDX obtained from Y-1 and Y-2 Comp-B samples (a) Digital photographs of samples after pyridine purification of Y-2-rRDX (Y-2-rRDX₁) (b).)

Bundan sonraki çalışmalarda piridin kullanılarak zift/asfalt kirliliği uzaklaştırmaya çalışılmış ve toluen ekstraksiyonundan sonra piridin ile 5 kez yıkama sonrasında, ziftin yüksek oranda uzaklaştırılabileceği ve elde edilen Y-2-rRDX₁'in % 98,58 saflığa sahip olduğu belirlenmiştir (Şekil 6b). Bununla birlikte, ara basamaklardaki örneklerin analizi yapıda hala yüksek oranda bulunan ziftin kolonu tıkaması sebebiyle belirlenememiştir.

Yapılan deneysel çalışmalar sırasında, piridin ziftin/asfaltın yanı sıra TNT çözünürlüğünün yüksek olduğu ve RDX'i az da olsa çözdüğü belirlenmiştir (Çizelge 1.). Bu nedenle, Y-2 ile elde edilen Comp-B numunesine uygulanan ekstraksiyon yönteminde, toluen ekstraksiyon basamakları atlanarak, sadece piridin ile RDX geri kazanımına çalışılmış ve daha önce belirlenen optimum koşullar kullanılarak (Çözücü hacmi: 10 ml, ekstraksiyon süresi: 10 dk., ekstraksiyon basamağı: 5) piridin ile ekstraksiyon yapılmış ve % 77 verimle, %99,9 saflıkta RDX elde edilmiştir (Y-2-rRDX₂) (Şekil 7).

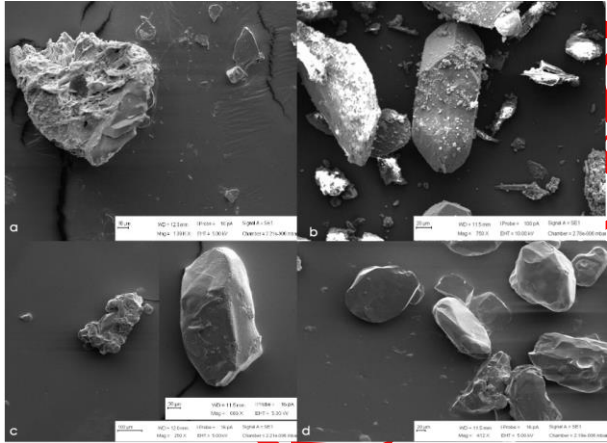


Şekil 7. Y-2-rRDX₂ HPLC kromatogramı (Y-2-rRDX₂ HPLC chromatogram)

Bundan sonraki çalışmalarda, geri dönüşüm proseslerinde mühimmatlardan patlayıcı enerjik

malzemeleri ayıklamak için yaygın olarak kullanılan Y-2 yöntemi ile elde edilen atık Comp-B'den geri kazanılan Y-2-rRDX₁ ve Y-2-rRDX₂ örneklerinin yapısal ve fonksiyonel özelliklerinin aydınlatılmasına yoğunlaşmıştır.

Y-2 ile elde edilen Comp-B patlayıcısından temiz RDX elde edilinceye kadar geçen ara proseslerden elde edilen ürünlerin morfolojik özelliklerini belirlemek için SEM görüntüleri elde edilmiştir (Şekil 8). SEM fotoğraflarından Comp-B numunesinin yüzeyindeki kirlilikler açıkça görülmektedir (Şekil 8a). Toluen ile ekstraksiyon sonrasında ise asfalt/ziftin tamamen olmasa da hala patlayıcı yüzeyinde bulunduğunu açıkça görülmektedir (Şekil 8b). Ayrıca, bu aşamada uygulanan ekstraksiyon işlemi ile partikül çapının da küçüldüğü söylenebilir. Piridin ile yapılan saflaştırma sonucunda kirliliğin giderildiği ve beyaz renge dönüşen Y-2-rRDX₁ kristallerinin yüzeylerinin temizlendiği Şekil 8c'de görülmektedir. Öte yandan, Y-2-rRDX₂ partiküllerinin ise HPLC analizi ile uyumlu olarak (Şekil 7) tüm safsızlıkların uzaklaştırıldığı ve elipsoid benzeri bir geometriye ve pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu (Şekil 8d), ancak kristal morfolojisinin düzensiz ve partikül iç bükeyliğine sahip olduğu değerlendirilmiştir [18,28].

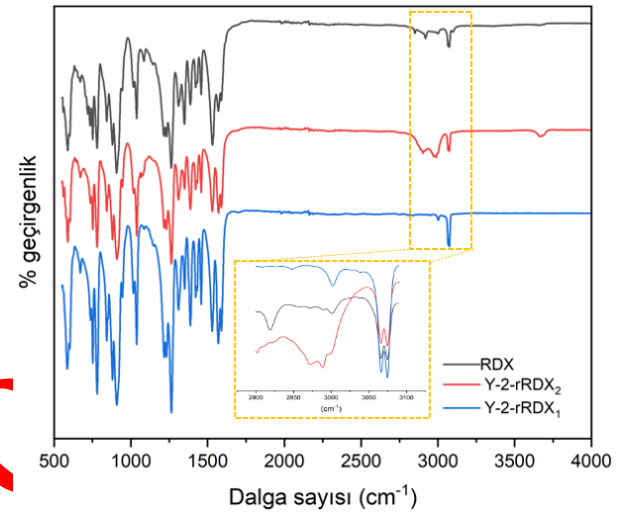


Şekil 8. SEM mikrografları: Y-2 Comp-B (a), Y-2-rRDX (b), Y-2-rRDX₁ (c) Y-2-rRDX₂ (d). (SEM micrographs: Y-2 Comp-B (a), Y-2-rRDX (b), Y-2-rRDX₁ (c) Y-2-rRDX₂ (d))

Ekstraksiyon sonucunda elde edilen geri kazanılmış RDX partiküllerinin fonksiyonel gruplarının varlığı FTIR spektroskopisi ile belirlenmiş ve ticari RDX ile karşılaştırılmıştır (Şekil 9). Ticari RDX örneğinde 2900-3080 cm⁻¹ arasında -CH asimetrik gerilimine ait bantlar görülmektedir [19,20]. Bu bantlar standart RDX'e göre küçük kaymalar gösterse de Y-2-rRDX₂'de de açıkça görülmektedir. Ayrıca, tüm FTIR spektrumlarında 1592 cm⁻¹, 1570 cm⁻¹ ve 1380 cm⁻¹'de RDX'in -NO₂ grubuna ait asimetrik gerilme piklerine [21-23] ve 1264 cm⁻¹ de gözlenen bant nitramin grubuna atfedilebilir [19]. Öte yandan, Y-2-rRDX₂'in FTIR spektrumundan görülebileceği gibi, 3500 cm⁻¹ civarında belirgin bir germe titreşim piki vardır. Bu pikin ekstraksiyon da

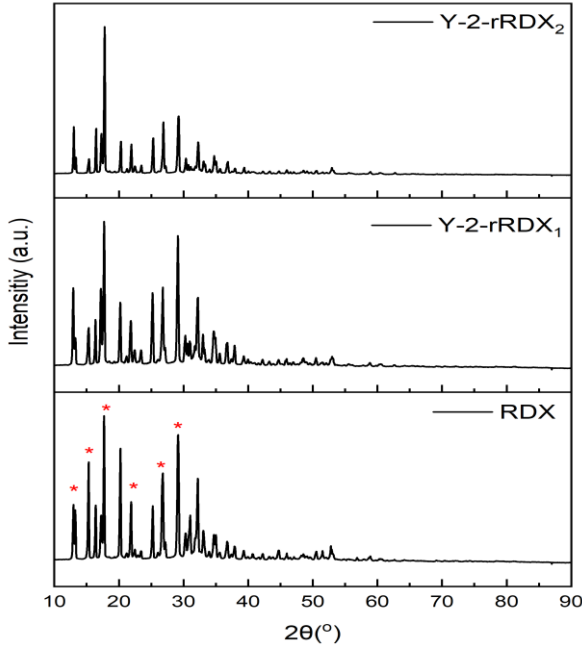
ullanılan ve kurutma prosesi sırasında yeterince uzaklaştırılmadığı muhtemel olan piridinin N-H grubuna ait olabileceği değerlendirilmektedir.

Y-2-rRDX₂'in FTIR spektrumunda gözlenen bantların standart RDX ile benzer olduğu ve ekstraksiyon işleminin RDX fonksiyonel yapısında önemli bir değişikliğe sebep olmadığı değerlendirilmektedir. Bununla birlikte, Y-2-rRDX₁ örneğinin FTIR spektrumunda yaklaşık 1000-1100 cm⁻¹ arasında gözlenen, Y-2-rRDX₂ ve standart RDX'in FTIR spektrumunda gözlenmeyen absorpsiyon bantlarının ise, zift/asfalten yapısındaki RSO₃H ve RSO₃⁻ gruplarından kaynaklanan sülfonil grubuna ait olduğu değerlendirilmektedir [24].



Şekil 9. Y-2-rRDX₁, Y-2-rRDX₂ ve standart RDX'in FTIR spektrumları (FTIR spectra of Y-2-rRDX₁, Y-2-rRDX₂ and standard RDX)

Y-2-rRDX₁ ve Y-2-rRDX₂ örneklerinin kristal özellikleri XRD kullanılarak belirlendi ve ticari RDX ile karşılaştırıldı (Şekil 10). Y-2-rRDX₂ ve Y-2-rRDX₁'in kırınım deseni, numunelerin kristal yapısını gösteren çok sayıda farklı pikin varlığını göstermektedir. Daha önce yayınlanmış bir çalışmada, RDX'in α , β , γ , δ , ve ϵ olmak üzere en az 5 farklı polimorfu içeren bir kristal yapıya sahip olduğu bildirilmiştir [25]. Bunlar arasında β fazı, oda sıcaklığında en kararlı formu olarak tanımlanmaktadır [25-27]. Hem Y-2-rRDX₂ hem de Y-2-rRDX₁ örneklerinde, standart RDX'in kırınım desenine benzer olarak $2\theta = 13.3^\circ, 18.1^\circ, 22.2^\circ$ ve $15.2^\circ, 28.2^\circ$ değerlerinde karakteristik kırınım pikleri olduğu belirlenmiştir [28].



Şekil 10. rRDX örneklerinin XRD kırınım deseni (XRD diffraction patterns of rRDX samples)

Y-2-rRDX₁ ve Y-2-rRDX₂ partiküllerinin standart RDX'e benzer bir kırınım deseni göstermesi, solvent ekstraksiyonu ile geri kazanım prosesinde uygulanan çözücü etkileşimi gibi deneysel değişkenlerin numunelerinin kristalinitesi üzerinde herhangi bir etki olmadığı söylenebilir.

3.2. Fonksiyonel Karakterizasyon (Functional Characterization)

Yapısal karakterizasyon çalışmaları sonucunda Y-2-rRDX₂ örneğinin, yüksek saflığa sahip olduğu belirlenmiş ve fonksiyonel testler sadece piridin ekstraksiyonu ile elde edilmiş Y-2-rRDX₂ numunelerine uygulanmış ve standart RDX ile karşılaştırılmıştır. Fonksiyonel özellikler askeri standartlar çerçevesinde patlama hızı, darbe ve sürtünme hassasiyeti ile erime noktası gibi testler aracılığıyla değerlendirilmiştir.

Detonasyon Hızı: İkincil yüksek patlayıcılar (HE) iki büyük gruba ayrılmaktadır [29]. TNT, RDX gibi güçlü monomoleküler patlayıcıları içeren birinci tip HE patlayıcıların patlama özellikleri, yoğunluk ve gözeneklilik gibi özelliklerden etkilenir. Örneğin, HE yoğunluğunun artması ile sabit patlamanın kritik çapı azalır. Buna karşılık, amonyum nitrat, amonyum perklorat, amonyum nitrat-fuel oil, emülsiyon patlayıcılar, vb. ikinci tip HE patlayıcıları için kritik çap, gözenekliliğinin azalmasıyla birlikte artar [29].

Y-2-rRDX₂ örneğinin patlama özelliği, detonasyon hızı ölçülerek 7200 m/s ($d=1.1 \text{ g/cm}^3$) olarak belirlendi. Y-2-rRDX₂'in detonasyon hızı, literatürde verilen farklı yoğunluktaki RDX örnekleri ile kıyaslandığında detonasyon hızının literatür ile uyumlu olduğu, bununla beraber patlayıcı yoğunluğunun detonasyon hızı ile doğrudan ilişkili olduğu görülmektedir.

Çizelge 2. rRDX detonasyon hızının karşılaştırılması (Comparison of rRDX detonation velocity)

Patlayıcı Türü	Yoğunluk (g/cm ³)	Detonasyon Hızı (m/s)	Kaynak
Y-2-rRDX ₂	1,1	7200	Bu çalışma
RDX	1,5	7650	17
	1,71	8400	
	1,76	8750	

Erime Noktası: Y-2-rRDX₂ 'in erime noktası termal analiz yöntemi ile 204,8°C olarak belirlenmiştir. Literatürde saf RDX'in erime noktasının ise 204,5°C olarak kaydedilmiş [19]. Y-2-rRDX₂ örneğinin erime sıcaklığının saf RDX ile uyumlu olduğu görülmüştür. Buna göre, Y-2-rRDX₂ örneğinin XRD analizleri ile desteklendiği gibi saf RDX ile benzer kristal yapıya sahip olduğu söylenebilir.

Darbe ve Sürtünme Hassasiyeti: Y-2-rRDX₂ numunesinin darbe ve sürtünme hassasiyeti, askeri standartlar çerçevesinde belirlenmiş ve ticari RDX ile karşılaştırılmıştır (Çizelge 3). Geri kazanılan RDX patlayıcısının hem darbe hassasiyetinin hem de sürtünme hassasiyetinin arttığı belirlendi. Buna sebep olarak, geri dönüşüme giren mühimmatlarda duyarsızlaştırıcı olarak kullanılan maddelerin zamanla derişiminin azalması sonucu patlayıcılarda meydana gelen yaşlanma olduğu söylenebilir. Bu nedenle, geri kazanılmış RDX'in darbe ve sürtünme hassasiyetinde sırasıyla yaklaşık 2,5 ve 2 kat artış olduğu değerlendirilmiştir. Ayrıca, patlayıcıların morfolojik özellikleri güvenlik performansı yani sürtünme ve darbe gibi mekanik hassasiyetleri etkilemesi açısından çok önemlidir [28]. Dışarıdan uyarıldığında, düzensiz parçacıkların köşelerinde kolaylıkla sıcak noktalar oluşur ve mekanik uyarıların etkisiyle detonasyon olasılığı yükselir. Küresel benzeri kristal yapıda olan, kenarları ve açılı olmayan pürüzsüz bir yüzeye sahip patlayıcılar da ise, sıcak noktaların daha az birikmesi nedeniyle mekanik hassasiyet daha azdır [28]. Geri kazanılan RDX numunelerinin morfolojik görüntülerine bakıldığında, elipsoid benzeri köşeli ve düzenli olmayan bir geometriye sahip olmalarının mekanik hassasiyetlerini arttırdığı söylenebilir. Öte yandan, Y-2-rRDX₂ örneğinin hem darbe hem de sürtünme hassasiyetinin yüksek olması sorununun, geri kazanılan RDX'in mühimmatlarda kullanılmak istendiği zaman duyarsızlaştırma işlemleri uygulanması ile giderilebileceği değerlendirilmektedir.

Çizelge 3. RDX numunelerinin darbe ve sürtünme hassasiyet değerleri [30] (Impact and friction sensitivity values of RDX samples)

Numune Türü	Darbe Hassasiyeti (J)	Sürtünme Hassasiyeti (N)
RDX	7,5	>300
Y-2-rRDX ₂	2,87	150,9

4. SONUÇ (RESULT)

Mühimmatlar, raf ömürlerinin dolması, depolama veya kullanım esnasında uygun olmayan koşullarda muhafaza edilmesi sebebiyle kullanım dışı kalmaktadır. Bu çalışmada, askeri mühimmatlarda ana imla maddesi olarak en fazla kullanılan TNT, RDX karışımı olan atık Comp-B patlayıcısından RDX'in geri kazanımı ve saflaştırılması amaçlanmıştır. Atık Comp-B numuneleri mühimmattan iki farklı yol ile elde edilmiş TNT ve RDX'in toluen içerisindeki çözünürlük farklılıklarından yararlanılarak TNT uzaklaştırılmış ve RDX elde edilmiştir. Geri kazanım verimi, mekanik yöntemle elde edilen Comp-B için % 94 iken, sıcak su/buhar ile eritme yöntemi ile elde edilen Y-2-rRDX₁ ve Y-2-rRDX₂ numuneleri için sırasıyla % 71 ve % 77 olarak hesaplanmıştır. Daha sonra uygulanan saflaştırma işlemi sonucunda, her iki yöntem için RDX saflığı % 99'dan daha fazla olduğu belirlenmiştir. Geri kazanılan RDX'in yapısal ve fonksiyonel karakterizasyonu sonucunda, standart RDX'e benzer özellikler gösterdiği, ekstraksiyon prosesinin RDX'in yapısal özelliklerini olumsuz etkilemediği belirlenmiştir. Fonksiyonel testler sonucunda, detonasyon hızının literatürde yer alan RDX'e düşük yoğunluğa rağmen kabul edilebilir bir değerde olduğu, bununla birlikte darbe ve sürtünme hassasiyetinin azaldığı belirlenmiştir.

Ekstraksiyon ile elde edilen RDX'in yeniden mühimmat ve patlayıcı üretiminde duyarsızlaştırma işlemi uygulanarak kullanılabilirliği, bununla birlikte, atık mühimmatlardan RDX ve yanında TNT geri kazanımının hem ülke ekonomisine büyük katkı sağlayacağı hem de mühimmatların bertaraf edilmesi sırasında oluşan çevre kirliliğinin azaltılabileceği değerlendirilmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

TEZ çalışmalarına vermiş oldukları destekten dolayı TSK MAAT ve MIGYEM Md.lüğüne teşekkür ederiz.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazarları çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

Soner ALTIN: Ekstraksiyon deneylerinin ve elde edilen numunelerinin analizlerini yapmıştır. / Analyzed the extraction experiments and the samples obtained

Özge KÖSE: Patlayıcı Numune elde edilmesi ve elde edilen numunelerinin analizlerini yapmıştır. / Obtaining of explosive from decommissioned munitions and analyzed the samples obtained.

Ayşegül Ülkü METİN: Sonuçların değerlendirilmesi ve makalenin yazımını sağlamıştır. / Evaluated the results and wrote the manuscript.

Mehmet TÜRKER: Makalenin yazımını ve dilbilgisi açısından kontrolünü sağlamıştır. / Ensured the manuscript written and grammatically checked.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur. / There is no conflict of interest in this study.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Wang J., Wang Y. and Lei J. , "The Principle Research of Ammunition Weapon Scrap Destruction" *3rd International Conference on Mechanical Engineering and Intelligent Systems* 191-195 (2015).
- [2] Agard Conference Proceedings 559, "Environmental Aspects of Rocket and Gun Propulsion, *North Atlantic Treaty Organization*, Papers presented at the Propulsion and Energetics Panel (PEP)" (1994)
- [3] TR-AVT-115 "ETO (Research and Technology Organization). Environmental Impact of Munition and Propellant Disposal"(2010)
- [4] Hloch S., Tozan H., Yağimli M., Valíček J., Rokosz K., Teh. Vjesn. 18 267, (2011)
- [5] Liang Xiao Z., S-qí Hu, X.qing Wu, etc. "Safety and Environmental Protection Technology of Explosive" [M]. Beijing: *Beijing University of Science and Technology Press*, (2006).
- [6] Kmeč J., Hreha P., Kubena V., Knapčíková L., Macej T., Hlaváček P., Zelenák M., Harničáro v a M., Duspara M., Cumin J., Teh. Vjesn. 17 383, (2010)
- [7] Ferreira C., Ribeiro J., Mendes R., Freire F., "Life-Cycle Assessment of Ammunition Demilitarization in a Static Kiln" *Propellants Explos. Pyrotech.* 38: 296-302, (2013)
- [8] Arcuri K.B., Goetsch D.A., Schmit S.J., Smith R.M., Miller P., US 7423187B1[P] 9-9, (2008)
- [9] Myler C.A., Bradshaw W.M., Cosmos M.G., "Use Of Waste Energetic Materials as a Fuel Supplement in Utility Boilers" *Journal of Hazardous Materials*, 26: 333-342, (1991)
- [10] Wu Y., Ding Y.K., Liu G.Q., Wang H.D., Zhen J.W., "Separation Status of Discarded or Obsolete TNT/RDX/Al Explosive Based on Material Properties" *Advanced Materials Research, Trans Tech Publications*, 1046: 68-71, (2014)
- [11] Chen S., Ding Y., "Resource recycling technique of abandoned TNT-RDX-AL mixed explosive" *AIP Conference Proceedings* 1864: 020113-7, (2017).
- [12] Li Zhang, Ye Wu, etc. "The Principle and Application of Supercritical Fluid Extraction Technology Research Briefly" [J]. *Journal of Fujian Analysis Test*, 18 (2): 45-49, (2009)
- [13] Kang H., Kim H., Lee C.H., Ahn I.S., Lee K. D., "Extraction-based recovery of RDX from obsolete Composition B." *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 3540: 1-5, (2017)
- [14] Meyer R., Köhler J., Homburg A, "Explosives", Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, Germany, 1, 68-69, (2002).
- [15] Sitzmann M.E., Foti S., Misener C.C., "*Solubilities Of High -Explosives: Removal Of High Explosive Fillers*

- From Munitions By Chemical Dissolution*" No. NOLTR-73-186, Naval Ordnance Lab, White Oak MD (1973).
- [16] Taylor C.A., Rinckenbach Wm. H., "The Solubility Of Trinitrotoluene In Organic Solvents" *The Explosives Laboratory Chemical Division Of The Pittsburgh Experiment Station*, US Bureau Of Mines, Texas, (1922).
- [17] Ekermen N. "Patlayıcı ve Yüksek Patlayıcı Maddelerin Özellikleri, Sınıflandırılması ve Patlama Etkileri" Kimya Mühendisleri Odası. 9 Ağustos 2020 tarihinde kaynağından arşivlendi (PDF). Erişim tarihi: 18 Ağustos (2023).
- [18] Jia X., Cao Q., Guo W., Li C., Shen J., Geng X., Wang J., Hou C., "Synthesis, Thermolysis, and Solid Spherical Of RDX/PMMA Energetic Composite Materials", *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 30: 20166-20173, (2019)
- [19] Wu H., Jiang A., Li M., Wang Y., Zhao F., Li Y., "Preparation of Core-Shell-Structured RDX@PVDF Microspheres with Improved Thermal Stability and Decreased Mechanical Sensitivity", 4262: 1-11, (2022)
- [20] Ma X. L., Chen S. S., Chen K., Li L. J., Zhao J. J., Yang X. B., Shang F. Q., Lv X. J. And Shu Q.H., "A Novel Energetic Composite With A Special Sandwich Microstructure: RDX/Expanded Graphite Intercalation Composite", *Journal of Physics* 1507: 1-14, (2020)
- [21] Holman J.P., "Experimental Methods for Engineers" McGraw-Hill Book Company, Singapore, (1994).
- [22] Mattos E. C., Moreira E.D., Diniz M. F., Dutra R. C. L., Silva G., Iha K., Teipel U., "Characterization of Polymer-Coated RDX and HMX Particles". *University of Applied Sciences, Particle Technology*, 33: 44-50, (2008)
- [23] Zhang J, Liu Y, Zhang X, Fan Y, Xu J, Wang R, Wang Y and Zhang J. *J. Therm. Anal. Calorim.* 129 (2) 733-41, (2017).
- [24] Andriamitantoa R. S., Wang J., Dong W., Gao H. and Wang G., "SO₃H-Functionalized Metal Organic Frameworks: An Efficient Heterogeneous Catalyst For The Synthesis Of Quinoxaline And Derivatives", 6: 35135-35143 (2016).
- [25] Kumar R., Sirl P. F., Soni P., "Preparation of Nano-RDX by Evaporation Assisted Solvent-Antisolvent Interaction" *Propellants Explos. Pyrotech.* 39: 383-389, (2014)
- [26] Dreger Z. A., Gupta Y. M., "Raman Spectroscopy of High-Pressure High-Temperature Polymorph of Hexahydro-1,3,5-trinitro-1,3,5-triazine (e-RDX)", *J. Phys. Chem. A*. 114: 7038-7047 (2010).
- [27] Dreger Z. A., Gupta Y. M., "Phase Diagram of Hexahydro-1,3,5- trinitro 1,3,5-triazine Crystals at High Pressures and Temperatures", *J. Phys. Chem. A* 114: 8099-8105 (2010).
- [28] Yu J, Jiang H, Xu S, Li H, Wang Y, Yao E, Pei Q, Li M, Zhang Y and Zhao F. "Preparation and Properties of RDX@FOX-7 Composites by Microfluidic Technology", *Science and Technology on Combustion and Explosion Laboratory, Xi'an Modern Chemistry Research Institute*, 13: 167 (2023).
- [29] Sil'vestrov, V.V. "Density Dependence of Detonation Velocity For Some Explosives" 42: 472-479 (2006).
- [30] Pant A., Nandi A.K., "Preparation and Characterization of Ultrafine RDX", *Central European Journal of Energetic Materials*, 10: 393-407 (2013).