

doi:10.3969/j.issn.1001-8352.2012.06.002

# 响应面法分析干燥条件对 TNT 静态干燥的影响<sup>\*</sup>

张路遥<sup>①②</sup> 张么玄<sup>①</sup> 杨毅<sup>②③</sup> 陈腾<sup>①③</sup> 陈厚和<sup>①</sup>

①南京理工大学化工学院(江苏南京,210094)

②甘肃银光化工集团有限公司(甘肃银光,730900)

③西安近代化学研究所(陕西西安,710065)

[摘 要] 通过单因素实验和响应面分析法(RSM),对影响 TNT(梯恩梯)干燥过程的主要因素及其影响显著性进行了研究,得到干燥 TNT 的最佳干燥条件。结果表明:含水量(干基, $r_m$ )、真空度( $p$ )、温度( $T$ )对 TNT 干燥过程有重要影响,它们都是影响 RDX 干燥过程的显著性因素,影响显著性顺序为:真空度影响最大,其次是温度,含水量影响最小,建议 TNT 的适宜干燥条件是:真空度 0.03MPa,温度 70℃,含水量 8%。

[关键词] TNT 响应面分析 含水量 真空度 温度

[分类号] TD235.2<sup>+</sup>2 TQ563

## 引言

TNT 炸药具有较好的安定性,机械感度低,爆炸性能优越,装药工艺性能好,适合采用多种装药方法装填炮弹,被广泛用于装填各种炮弹,并应用于迫击炮弹的螺旋装药中<sup>[1]</sup>,而杂质是影响装药质量的重要因素,其中,多数炸药或多或少含有一定量的水分,而水分是炸药中普遍常见的无机杂质,它的存在一方面降低了装药的成型性和密实度,同时对炸药中酸性杂质与炸药的反应起正催化作用,加速炸药的腐蚀和变质,影响炸药的装药质量和安全性能。TNT 在制造、存贮、运输过程中受到外界环境的热作用和比较剧烈的机械刺激,极易快速升温产生点火现象。为保障公共安全,减少存贮和运输的安全隐患,成品 TNT 通常以一定量的含水量进行贮存和运输<sup>[2]</sup>,因此,精制而得的 TNT 在使用前必须进行干燥,除去多余水分以达到使用标准。

在 TNT 的干燥过程中,影响干燥过程的因素很多<sup>[3]</sup>,其中含水量、真空度、温度是主要影响因素,同时由于 TNT 感度高,易燃易爆,干燥过程通常不对其进行搅拌,否则容易产生静电,增加安全隐患。因此,本试验选定含水量、真空度、温度作为主要影响因素,采用静态干燥法干燥 TNT,研究它们对 TNT 干燥过程的影响,并采用响应面法对主要影响因素进行分析,从而得到最佳干燥条件。

## 1 试验部分

### 1.1 试验仪器与试剂

仪器:DZF—2001 型真空干燥箱,电子天平等;

试剂:工业 TNT。

### 1.2 单因素实验设计

以含水量、真空度、温度为影响因子,以干燥速率为指标进行单因素实验,各因素及水平设计见表 1。

表 1 单因素实验的各因素及水平设计

因素	水平				
	1	2	3	4	5
含水量 $A/\%$	2	4	6	8	10
真空度 $B/\text{MPa}$	0	0.03	0.05	0.07	—
温度 $C/^\circ\text{C}$	60	70	80	—	—

### 1.3 响应面分析实验设计<sup>[4-6]</sup>

在单因素实验的基础上运用 Design-Expert 软件,采用三因素三水平的响应面分析法,寻求 TNT 的最佳干燥条件,二次回归正交组合设计的因素水平见表 2。

表 2 二次回归正交组合设计的因素水平

因素	编码水平		
	-1	0	1
含水量 $A/\%$	4	6	8
真空度 $B/\text{MPa}$	0	0.03	0.05
温度 $C/^\circ\text{C}$	60	70	80

## 2 结果与讨论

### 2.1 单因素实验分析<sup>[7-8]</sup>

图 1、图 2、图 3 分别表示干燥过程中干燥速率随含水量、真空度和温度的变化情况。可以看出,干

<sup>\*</sup> 收稿日期:2012-08-14  
基金项目:国家自然科学基金委——中国工程物理研究院联合基金资助项目(10276018,10776012)  
作者简介:张路遥(1964~),男,博士,高级工程师,主要从事火炸药的研究所。E-mail:mhxccj@163.com

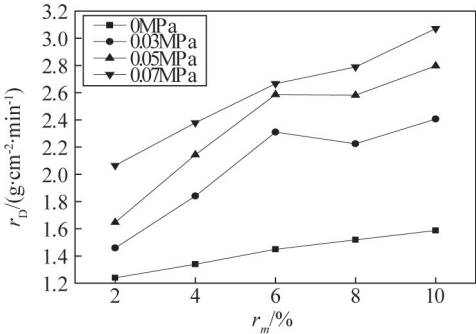


图 1 70℃、不同真空度时干燥速率( $r_d$ )随含水量( $r_m$ )的变化曲线

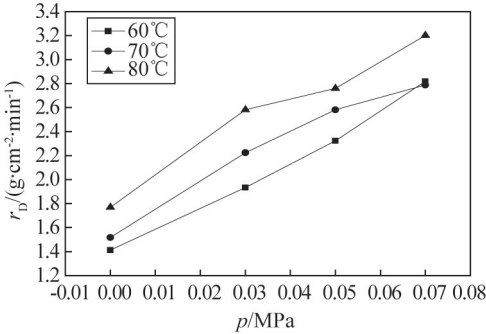


图 2 含水量 8%、不同温度时干燥速率( $r_d$ )随真空度( $p$ )的变化曲线

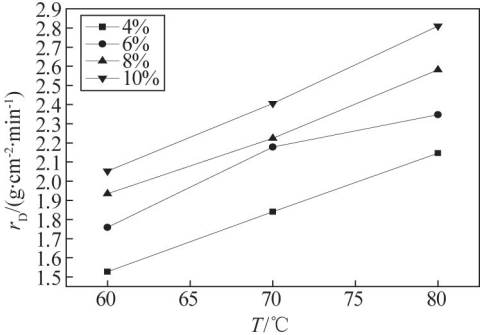


图 3 0.03MPa、不同含水量时干燥速率  $r_d$  随温度( $T$ )的变化曲线

干燥速率随着含水量、真空度和温度的增加整体呈波动上升趋势,当含水量在 2% ~ 6% 的范围内,干燥速率增大较快,而在 6% ~ 10% 之间,干燥速率增幅减小;对于真空度,真空度越高,干燥速率越大,真空度在 0 ~ 0.03MPa 之间,干燥速率急剧增加,超过 0.03MPa 后,增长幅度变缓,当真空度提高到 0.05MPa 以上时,干燥速率增长速率会呈现加快趋势,但考虑到高真空度的获得是以高耗能为代价,不符合节能理念,所以真空度应控制在合理的范围;图 3 为温度和干燥速率之间的关系,随着温度的升高,干燥速率有不同程度的提高,但温度的过高会使得炸药的各种感度相应提高,同时受到 TNT 的熔点较低(约 81℃)的限制,容易导致 TNT 的形变和分解,提高事故发生的可能性。另外,温度升高使得 TNT 粉

尘和蒸气浓度也相应的提高,使职业病的发病率增加<sup>[9]</sup>,因此,本实验温度最好选择在 80℃ 以下。

通过以上单因素分析,从效率和安全两方面考虑,响应面实验设计的含水量选择应在 6% 左右,真空度选择在 0.03MPa 左右,温度在 70℃ 左右,具体因素水平的确定见表 2。

2.2 响应面分析与讨论<sup>[10]</sup>

响应面实验方案及结果见表 3。由表 3 可知,实验值与响应值基本一致。

表 3 响应面分析方案及其实验

实验号	编码水平			平均干燥速率	
	A	B	C	实验值	响应值
1	-1	-1	0	1.34	1.35
2	1	-1	0	1.52	1.58
3	-1	1	0	2.14	2.08
4	1	1	0	2.58	2.57
5	-1	0	-1	1.53	1.61
6	1	0	-1	1.93	1.97
7	-1	0	1	2.15	2.13
8	1	0	1	2.58	2.49
9	0	-1	-1	1.30	1.22
10	0	1	-1	2.07	2.05
11	0	-1	1	1.67	1.71
12	0	1	1	2.50	2.60
13	0	0	0	2.18	2.18
14	0	0	0	2.18	2.18
15	0	0	0	2.18	2.18

利用 Design-Expert 软件对干燥速率  $Y$  及三个因素的数值进行回归分析,得到编码回归方程,见式(1):

$$Y = 2.18 + 0.18A + 0.43B + 0.26C + 0.065AB + 0.000848AC + 0.015BC - 0.061A^2 - 0.22B^2 - 0.069C^2 \quad (1)$$

对此回归模型进行方差分析,结果见表 4。本实验所选模型是高度显著的( $P < 0.001$ ),表明实验方法可靠,实验值和响应值之间有高度的相关性,模型决定系数  $B$  和  $C$  对干燥速率影响高度显著( $P < 0.001$ ), $A$  和  $B^2$  对干燥速率影响显著( $P < 0.05$ ),也说明模型拟合度好,可以用此模型对 TNT 干燥速率进行分析和预测。

图 4、图 5、图 6 直观地给出了反映各个因子交互作用的响应面 3D 图和等高线分析图。显然,干燥速率都随含水量、真空度和温度的升高而呈现上升趋势,这与前面单因素实验的分析结果相吻合。但含水量、真空度和温度对干燥速率的影响显著性不同。由图 4 和图 5 可知,当含水量一定时,干燥速

表 4 回归模型方差分析

来源	平方和 <i>s</i>	自由度	均方	<i>F</i> 值	<i>P</i> 值	显著性
模型	2.510	9	0.280	32.34	0.0007	●●
<i>A</i>	0.270	1	0.270	30.81	0.0026	●
<i>B</i>	1.500	1	1.500	174.00	<0.0001	●●
<i>C</i>	0.530	1	0.530	61.84	0.0005	●●
<i>AB</i>	0.017	1	0.017	1.94	0.2227	—
<i>AC</i>	1.876 E-004	1	1.876 E-004	0.02	0.8886	—
<i>BC</i>	9.314 E-004	1	9.314 E-004	0.11	0.7559	—
<i>A</i> <sup>2</sup>	0.014	1	0.014	1.60	0.2612	—
<i>B</i> <sup>2</sup>	0.180	1	0.180	20.83	0.0060	●
<i>C</i> <sup>2</sup>	0.018	1	0.018	2.06	0.2107	—
失拟项	0.043	3	0.014	—	—	—
误差	0.000	2	0.000	—	—	—
总和	2.560	14	—	—	—	—

注:1)*P* 值小于 0.001,对应的因素对响应值影响高度显著,记为“●●”;2)*P* 值大于 0.001 小于 0.050,对应的因素对响应值影响显著,记为“●”。

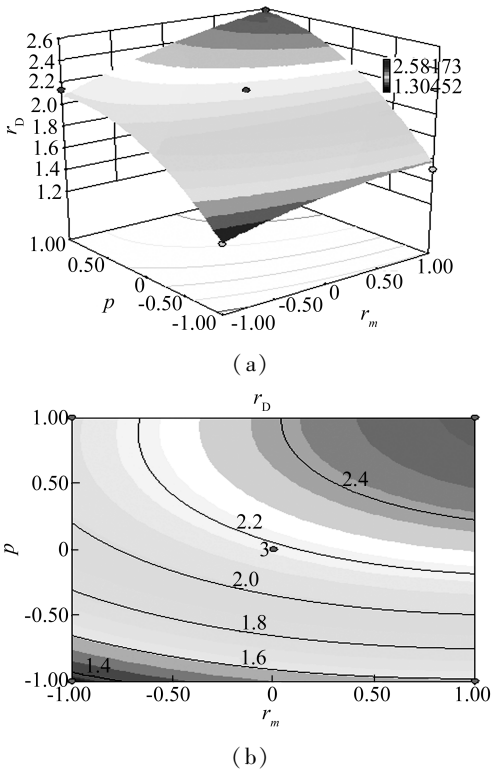


图 4  $Y=f(A,B)$  的响应面图和等高线图

率随真空度的上升幅度明显大于干燥速率随温度的上升幅度,因此真空度对干燥速率的影响大于温度对干燥速率的影响程度;同理,由图 4 和图 6 可见温度对干燥速率的影响大于含水量对干燥速率的影响程度;由图 5 和图 6 可见真空度对干燥速率的影响

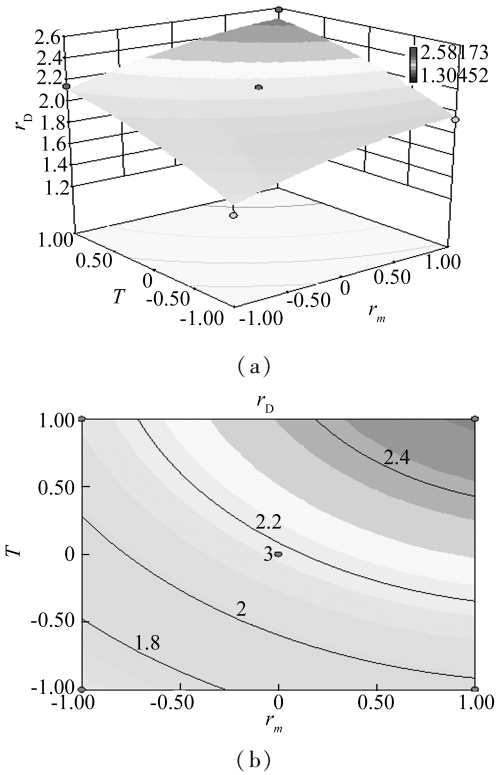


图 5  $Y=f(A,C)$  的响应面图和等高线图

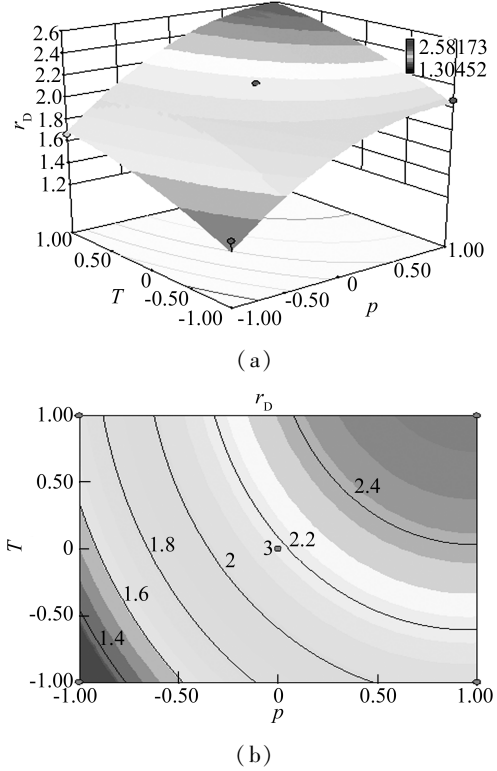


图 6  $Y=f(B,C)$  的响应面图和等高线图

大于含水量对干燥速率的影响程度。  
综上所述,真空度对干燥速率的影响最为显著,曲线较陡,等高线梯度较大;温度次之;最后是含水量,曲线较为平滑,等高线梯度较小。各因子对干燥速率的影响显著性为:真空度影响最大,其次是温

度,含水量影响最小。

### 2.3 最佳干燥条件的确定

对回归方程(1)分别求一阶偏导,并令其等于零,可以得到曲面的最大点,求解得: $A = 8\%$ ,  $B = 0.05$ ,  $C = 80$ 。但是由前面的单因素实验可知,真空度为 0.03MPa,温度为 70℃ 时都可以达到很好的干燥效果,综合考虑理论和实践情况,将干燥条件修正为真空度为 0.03MPa,温度为 70℃,含水量为 8%。对于含水量,刚生产出厂的 TNT 产品通常含水量不高,贮存 TNT 的库房环境要求通风良好、温度和湿度适宜,以避免 TNT 吸湿受潮;但在 TNT 长期的贮存过程中不可避免地受到季节更替和空气湿度的影响,导致产品受潮,使得含水量大大增加。因此,本实验在同时兼顾高效的干燥效率和满足 TNT 工业标准要求(工业 TNT 质量要求 TNT 中所含水分及挥发分含量不大于 10%,)的情况下,选择 RDX 的含水量为 8%。

### 2.4 验证试验

为验证响应面法的可靠性,采用上述选取条件(真空度为 0.03MPa,温度为 70℃,含水量取值 8%)进行干燥实验,实际测得的干燥速率约为 2.22,与理论预测值相对误差为 3.15%,由此表明,实验所设模型与实际情况相符,回归模型可靠。

### 3 结论

通过单因素实验,可知含水量、真空度和温度是影响 TNT 干燥过程的重要因素。采用 Design-Expert 软件响应面分析法研究各个因素对干燥速率的影响,并通过实验设计结果建立的回归模型具有显著性,绘出的响应面的 3D 和等高线分析图可以直观看出各个因子的交互作用及影响显著性依次是:真空度、温度、含水量。得到修正后的最佳干燥条件为:真空度为 0.03MPa,温度为 70℃,含水量为 8%。

经验证实验,实际值与预测值基本相符,从而验证了所得模型的正确性。

### 参 考 文 献

- [1] 南海,王晓峰. DADE 及其混合炸药的机械感度[J]. 火炸药学报, 2006, 29(1):23-25.
- [2] 张么玄,张秋杰,胡秀娟,等. RDX 干燥过程影响因素的综合分析[J]. 爆破器材, 2011, 40(5):15-17,21.
- [3] 陈腾. RDX、TNT 干燥特性实验与数学模拟[D]. 南京:南京理工大学,2010.
- [4] 徐向宏,何明珠. 试验设计与 Design-Expert、SPSS 应用[M]. 北京:科学出版社,2010:146-157.
- [5] Han Muxin, Li Dongmei, Feng Yujie, et al. Process Optimization of Microwave Drying Sludge with Response Surface Methodology [C]// Advances in Chemical Engineering, ICCMME 2011. Advanced Materials Research, 2011, 396-398:1269-1272.
- [6] Tang Tingfan. Optimization of Ultrasound-assisted Extraction of Malania Oleifera Chum Polysaccharides Using Response Surface Methodology and its Antioxidative Effect[C]// Remote Sensing, Environment and Transportation Engineering. 2011 International Conference, 2011:6958-6961.
- [7] 张么玄,张秋杰,胡秀娟,等. RDX 干燥过程的实验分析[J]. 火工品, 2011(3):34-37.
- [8] 郁卫飞,曾贵玉,聂福德,等. 两种炸药的微波干燥[J]. 含能材料, 2004, 12(2):101-103.
- [9] 何得昌,徐军培,柴皓,等. 添加剂对 TNT 成型性能的影响[J]. 火炸药学报, 2000, 23(3):41-42.
- [10] Zhang Yaoxuan, Zhang Luyao, Zhang Qiujie, et al. Experimental Analysis of the Main Factors Affecting RDX Static Drying[C] //Advances in Chemical Engineering; ICCMME 2011. Advanced Materials Research, 2011, 396-398:1126-1131.

### Analysis on TNT Static Drying by Response Surface Method

ZHANG Luyao<sup>①②</sup>, ZHANG Yaoxuan<sup>①</sup>, YANG Yi<sup>②③</sup>, CHEN Teng<sup>①③</sup>, CHEN Houhe<sup>①</sup>

<sup>①</sup>School of Chemical Engineering, Nanjing University of Science and Technology ( Jiangsu Nanjing, 210094)

<sup>②</sup>Gansu Yin'guang Chemistry Corporation ( Gansu Yin'guang, 730900)

<sup>③</sup>Xi'an Modern Chemistry Research Institute (Shaanxi Xi'an, 710065)

[ABSTRACT] The main factors affecting the drying process of TNT and their significance were investigated through a single factor test and a response surface method, from which the optimal drying conditions were determined. The results show that the moisture contents, vacuum, and temperatures are several important factors in controlling the drying process of TNT, and their significance is in the order of vacuum, temperature and moisture content. The optimum drying condition can be suggested as 0.03MPa for vacuum, 70℃ for temperature and 8% for moisture content.

[KEY WORDS] TNT, response surface method, moisture content, vacuum, temperature