

doi:10.3969/j.issn.1001-8352.2018.04.007

# 乳化炸药复合蜡含油量测定方法分析<sup>\*</sup>

付华勇

中国葛洲坝集团易普力股份有限公司万州分公司(重庆,404000)

[摘 要] 含油量对乳化炸药复合蜡的强度、硬度、柔软性、滴熔点等物理性质有很大影响,从而影响乳化炸药的流动性及储存性能。蜡类含油量测定有丁酮-甲苯法(石化行业标准)与丁酮法(国家标准)。采用这 2 种方法对样品蜡含油量进行测定和分析,结果表明,不同方法的测定结果差别大,测定乳化炸药复合蜡含油量推荐采用丁酮-甲苯法,丁酮-甲苯作溶剂的 NB/SH/T 0556—2010《石油蜡溶剂抽出物测定法》是最适宜的乳化炸药复合蜡含油量测定方法。

[关键词] 乳化炸药复合蜡;含油量;测定方法

[分类号] TQ560.4

## Measuring Methods of Oil Content in Compound Wax of Emulsion Explosive

FU Huayong

Wanzhou Branch, China Gezhouba Group Explosive Co., Ltd. (Chongqing, 404000)

[ABSTRACT] Oil content poses a great influence on strength, hardness, softness, drop point and other physical properties of the composite wax of emulsion explosive, thus to affect fluidity and storage performance of emulsion explosives. Two methods, butanone-toluene method (petrochemical industry standard) or butanone method (national standard), were used to determine and analyze the oil content of wax samples. The results show major inconsistency between the two methods. NB/SH/T 0556—2010 petroleum wax solvent extract method, in which butanone-toluene is used as solvent, is the superior method for the determination of oil content in compound wax of emulsion explosive and is recommended to test oil content in compound wax of emulsion explosive oil.

[KEYWORDS] compound wax of emulsion explosive; oil content; measuring method

### 引言

随着民爆行业的发展,乳化炸药得到了广泛应用,国内乳化炸药年产销量已占工业炸药总量的 65% 以上。乳化炸药用复合蜡得以同步发展,全行业年消耗乳化炸药复合蜡超过 10 万 t。但民爆行业没有制定统一的乳化炸药复合蜡产品生产与检测标准。近年来,乳化炸药复合蜡合同纠纷增加,因复合蜡的原因发生过多起乳化炸药质量事故。

乳化炸药复合蜡的生产主要来自石化行业,并且制定有石化行业标准 SH/T 0807—2008《炸药专用复合蜡》<sup>[1]</sup>,但该标准没有结合民爆行业技术发展趋势,实用性和指导意义不强。含油量是乳化炸

药复合蜡的核心指标,其测定有两个推荐性标准:即国家推荐标准 GB/T 3554—2008《石油蜡含油量测定法》(丁酮法)<sup>[2]</sup>和能源局发布的石化行业推荐标准 NB/SH/T 0556—2010《石油蜡溶剂抽出物测定法》(丁酮-甲苯法)<sup>[3]</sup>。然而乳化炸药复合蜡含油量的检测因测试方法的差异会得到截然不同的结果,对产品的验收和使用造成严重影响,为了保证结果的公正性和可靠性,需要统一乳化炸药复合蜡含油量测定方法,便于乳化炸药主要油相材料的质量控制,使标准在民爆行业内具有普遍适用性,也可避免乳化炸药复合蜡供需双方发生不必要的贸易摩擦。为了对原材料进行有效的监督管理,使用统一的检测方法可以为供需双方提供可靠的量值。基于解决检测方法不一致的问题,笔者对复合蜡含油量

<sup>\*</sup> 收稿日期:2018-03-08  
作者简介:付华勇(1970—),男,高级工程师,从事工业炸药工艺技术和安全生产管理工作。E-mail:623044785@qq.com

的两种检测方法进行了对比分析,提出了适宜的检测方法。

## 1 乳化炸药复合蜡含油量的测定

### 1.1 测定原理

乳化炸药复合蜡是由石蜡、微晶蜡、凡士林、渣油或减压馏分四线蜡下油等组分按一定比例配制的特种蜡<sup>[4]</sup>,主要成分为烃类混合物,不溶于水,加热能溶解于石油醚等非极性溶剂,在乳化炸药中构成胶体的油相体系<sup>[5]</sup>。

将试样溶解于丁酮(或丁酮-甲苯混合)溶剂中,冷却至一定温度,析出高熔点的蜡类,取定量滤液于(35±1)℃下蒸发,在上述温度下加热到质量不再改变为止(两次质量之差在0.0002 g内,即视为质量恒定,以下相同),称量残留油质量,经计算即得到试样含油的质量分数。

### 1.2 试剂与仪器

#### 1.2.1 试剂

丁酮:分析纯,蒸发残渣要求为:蒸发4 mL 剩余残渣质量不超过0.000 1 g。GB/T 3554—2008 所用溶剂为丁酮。

甲苯:符合 GB/T 684—1999《化学试剂 甲苯》要求。

丁酮-甲苯混合溶剂:按体积比1:1 配制丁酮-甲苯溶液。NB/SH/T 0556—2010《石油蜡溶剂抽出物测定法》所用溶剂为丁酮-甲苯混合溶剂。

无水硫酸钙:分析纯。按溶剂总质量的5% 加入无水硫酸钙,起破乳作用,防止在溶解蜡时产生乳化或出现絮状物,溶剂使用前需过滤。

#### 1.2.2 测试仪器

分析天平:感量0.1 mg。

滴管:能移取(1.00±0.05) g 液态试样。

移液管:(15.00±0.06) mL。

BSY-246 石油蜡含油量测定仪:其过滤装置、恒温冷却和蒸发装置及配套仪器等满足 GB/T 3554—2008 和 NB/SH/T 0556—2010 的规定,冷浴孔径为(30±5) mm,配套的盛蜡专用试管(带玻璃钩)长135~145 mm,管径为24~26 mm。测定仪见图1。

### 1.3 含油量测试方法

#### 1.3.1 试样称取

按抽样方案抽取乳化炸药复合蜡样品,从中取约1 kg于水浴或烘箱加热,在(90±5)℃ 搅拌熔化并保温待用。将试管仔细洗净后置于烘箱中,在



图1 BSY-246 型石油蜡含油量测定仪

Fig. 1 BSY-246 measuring instrument for oil content

125℃ 下烘干,放于干燥器中冷却至室温,在分析天平上准确称量,再重复置于烘箱中烘干、冷却、称量,直至质量恒定(两次质量之差在0.000 2 g内,即视为质量恒定,以下相同)。用加热后的滴管快速吸取(1.0±0.05) g 熔化的复合蜡样,滴入已预先干燥洁净的专用试管中,即得乳化炸药复合蜡试样的质量 $m_A$ (试管质量+试样质量-试管质量)。

#### 1.3.2 试样溶解

##### 1.3.2.1 丁酮法(GB/T 3554—2008)

用移液管取15 mL 丁酮于盛蜡样的专用试管中,在水浴中加热,保持试管中液面与水溶液面平齐,同时用长250 mm 的金属丝搅拌器不断搅拌,直到试样完全溶解。试样溶解过程应迅速,以防止溶剂蒸发,损失过大,溶剂的蒸发质量损失应≤1%。然后快速冷却试样,把试管插入装有冰水的800 mL 烧杯中,继续搅拌,直到蜡溶液有固态蜡析出为止。从冰水浴中取出试管,小心地取出金属丝搅拌器,擦干试管外壁称量,精确至0.1 g,即得到溶剂质量 $m_B$ (试管质量+溶剂质量+试样质量-试管质量-试样质量)。

##### 1.3.2.2 丁酮-甲苯法(NB/SH/T 0556—2010)

用移液管取15 mL 丁酮-甲苯混合溶剂(按1.2.1 方法配制)于试管中,加热溶解、冷却析蜡及称量同前述丁酮法。

#### 1.3.3 低温冷却

将盛有复合蜡-溶剂糊状混合物的专用试管放入(−34.5±1.0)℃ 的恒温冷浴内,用温度计连续搅拌,直至温度降至(−31.7±0.3)℃,从试管内取出温度计,在试管口沥净残液,然后立即插入测定仪配置的管式浸液过滤管。过滤管磨口接头密封不漏气,已洗净、干燥,并在(−34.5±1.0)℃ 冷浴环境中冷却不少于10 min。

#### 1.3.4 试样溶液过滤与滤液收集

将洗净干燥至质量恒定的锥形称量瓶(容量15~25 mL)带盖置于分析天平上,准确称量其质量。把取下瓶盖的称量瓶放在测定仪蒸发器喷嘴下,从

蒸发器干燥器上部的出气管引出压缩空气,通过管式浸液过滤管压出滤液,在称量瓶内迅速收集约 4 mL,关闭压缩空气。快速移开称量瓶,盖上瓶盖,立即准确称量。

1.3.5 溶剂蒸发与残留油称量

取下称量瓶盖,将称量瓶放在测定仪(35±1)℃蒸发器喷嘴下,确保喷嘴位于称量瓶颈部中心,喷嘴出口高于瓶内液面(15±5)mm,保持约 30 min 蒸发溶剂,然后用坩埚钳将称量瓶移至天平附近,盖上瓶盖,冷却至室温后准确称其质量,如此反复操作,每个蒸发周期 5 min,直至质量恒定,即得残留油质量  $m_c$  (称量瓶质量 + 残留油质量 - 称量瓶质量),同时也可确定所蒸发的溶剂质量  $m_d$  (称量瓶质量 + 滤液质量 - 称量瓶质量 - 残留油质量)。

1.3.6 结果计算

计算乳化炸药中复合蜡的含油量  $X$ 。

丁酮法(GB/T 3554—2008):

$$X = \frac{m_c m_B}{m_A m_D} \times 100 - 0.15; \tag{1}$$

丁酮-甲苯法(NB/SH/T 0556—2010):

$$X = \frac{m_c m_B}{m_A m_D} \times 100. \tag{2}$$

式中: $X$  为试样含油量(质量分数),%; $m_A$  为乳化炸药蜡试样的质量,g; $m_B$  为溶剂质量(GB/T 3554—2008 的溶剂为丁酮,NB/SH/T 0556—2010 的溶剂为丁酮-甲苯混合溶剂),g; $m_c$  为残留油质量,g; $m_D$  为蒸发溶剂质量,g;0.15 为蜡在 -32℃丁酮中的溶解度均值。

2 讨论

含油量是指蜡类物质中含低熔点烃类的质量,乳化炸药复合蜡含油量过高,会降低油包水型乳化膜强度,影响储存稳定性<sup>[6]</sup>;而含油量过低,会使乳化炸药复合蜡滴熔点升高,水、油两相乳化时易乳性变差,也会导致胶状乳化炸药产品流动性不良,不利于乳化炸药的装药,因此,乳化炸药复合蜡含油量要适中。目前,国内乳化炸药因生产线工艺不尽相同,所用的乳化炸药复合蜡含油量(质量分数)一般在 10%~35% 范围内。

两种含油量测定方法的区别在于溶解试样的溶剂不同,含油量结果的计算公式不同。各测定方法不同点比较,见表 1。

2.1 丁酮法(GB/T 3554—2008)

由于GB/T 3554—2008用单一的丁酮作溶剂,

表 1 各测定方法不同点比较

Tab.1 Comparison of different measuring methods

标准代号	溶剂	计算公式
GB/T 3554—2008	丁酮	扣减蜡样在 -32℃ 丁酮中溶解度均值
NB/SH/T 0556—2010	丁酮-甲苯	不扣减蜡样在 -32℃ 丁酮-甲苯中溶解度均值

将乳化炸药蜡中的丁酮可溶物提取出来,蒸发除去溶剂即得到样品的含油量。溶解构成复杂、含油质量分数超过 15% 的乳化炸药复合蜡试样较慢;比较而言,丁酮又容易挥发,为防止丁酮受热过量挥发,溶解试样的时间要求较短,造成了乳化炸药复合蜡中的低熔点烃类没有充分抽提出来,结果计算时要扣减蜡在 -32℃丁酮中的溶解度均值;并且可能存在部分蜡未完全溶解的现象。因而,测得的含油量偏低。

2.2 丁酮-甲苯法(NB/SH/T 0556—2010)

NB/SH/T 0556—2010《石油蜡溶剂抽出物测定法》标准采取体积比为 1:1 的丁酮-甲苯混合溶剂,将乳化炸药蜡中的丁酮-甲苯可溶物提取出来,蒸发除去溶剂即得到样品的含油量。混合溶剂能加快乳化炸药蜡的溶解,可以充分提取试样中的低熔点烃类,所得结果准确稳定。采用不同方法测定乳化炸药复合蜡含油量(质量分数),结果见表 2。

表 2 采用不同方法测定乳化炸药复合蜡的含油量

Tab.2 Oil content in compound wax of emulsion explosive determined by different measuring methods

试样	GB/T 3554—2008	NB/SH/T 0556—2010
1 <sup>#</sup>	20.27	31.16
2 <sup>#</sup>	17.56	29.42
3 <sup>#</sup>	15.72	27.08
4 <sup>#</sup>	12.83	21.59

3 基准蜡含油量测定验证

取 64<sup>#</sup>全精炼石蜡和 40<sup>#</sup>纯机油按 4:1 的质量比用天平称量,精确至 0.1 g,置于 250 mL 烧杯中,加热溶解,充分搅拌混合均匀,即得到含油量(质量分数)实际值约 20% 的基准复合蜡样品(见图 2,全精炼石蜡含油量很少,质量分数小于 0.8%)。与市场上的乳化炸药复合蜡的含油量接近。

分别按 2.1 丁酮法(GB/T 3554—2008)和 2.2 丁酮-甲苯法(NB/SH/T 0556—2010)的操作方法对

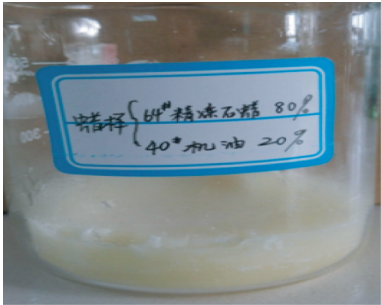


图2 复合蜡样品(含油质量分数约20%)  
Fig.2 Composite wax samples  
(oil mass fraction is about 20%)

基准蜡的含油量作了测定,基准蜡的含油量测定结果见表3。

表3 基准蜡含油量(质量分数)的测定  
Tab.3 Oil content determination of reference wax  
%

序号	GB/T 3554—2008	NB/SH/T 0556—2010
1 <sup>#</sup>	13.13	20.97
2 <sup>#</sup>	12.86	21.09
3 <sup>#</sup>	12.95	21.16

通过基准蜡的含油量测定,可以发现,采取 NB/SH/T 0556—2010《石油蜡溶剂抽出物测定法》检测得到的结果与实际值接近,误差小,更为可靠;采取国标丁酮法(GB/T 3554—2008)测定,含油量的测得值与实际值相比有较大误差。而测量过程中测量装置、环境和测量人员都没变化,误差的原因正是来自测定方法的不同。

## 4 结论

1)通过两种乳化炸药复合蜡含油量测试方法的分析和讨论,可以发现两种方法得到的测定结果悬殊很大,采用丁酮-甲苯混合溶剂法测得的乳化炸药蜡含油量更接近实际值。国家标准 GB/T 3554—

2008 用单一的丁酮作溶剂,适用于含油量(质量分数)低于 15% 的石油蜡,并且蜡类能在丁酮中完全溶解,计算结果时要扣减蜡在 -32 ℃ 丁酮中的溶解度,不适用于乳化炸药复合蜡含油量的测定。

2)乳化炸药复合蜡因其应用目的为构成乳化胶体的连续相,为确保易乳性、乳化炸药的流动性及储存稳定性,在生产乳化炸药复合蜡时,加入了一定比例的低熔点烃类,实际含油量(质量分数)往往高于 15%,用丁酮-甲苯混合溶剂更能充分提取试样中的油类,所得结果更接近实际值。因此 NB/SH/T 0556—2010《石油蜡溶剂抽出物测定法》是测定乳化炸药复合蜡含油量更适宜的方法。

## 参 考 文 献

[1] 中国石油化工股份有限公司河南油田分公司南阳石蜡精细化工厂. 炸药专用复合蜡: SH/T 0807—2008 [S]. 2008.

[2] 中国石油化工股份有限公司抚顺石油化工研究所. 石油蜡含油量测定法: GB/T 3554—2008 [S]. 2008.

[3] 中国石油化工股份有限公司抚顺石油化工研究所. 石油蜡溶剂抽出物测定法: NB/SH/T 0556—2010 [S]. 2011.

[4] 张建雨,吕全海,胡景娜,等. 植物型乳化炸药专用复合蜡的研究[J]. 石油炼制与化工, 2008, 39 (5): 59-61.  
ZHANG J Y, LÜ Q H, HU J N, et al. Study on vegetable compound wax for emulsion explosive [J]. Petroleum Processing and Petrochemicals, 2008, 39 (5): 59-61.

[5] 汪旭光. 乳化炸药[M]. 2 版. 北京: 冶金工业出版社, 2008: 75-76.  
WANG X G. Emulsion explosive [M]. 2nd Ed. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2008: 75-76.

[6] 张志银. FR 型专用复合蜡在粉状乳化炸药中的应用[J]. 爆破器材, 2016, 45 (5): 46-49.  
ZHANG Z Y. Application of FR special compound wax in preparation of powdery emulsion explosive [J]. Explosive Materials, 2016, 45 (5): 46-49.