

doi: 10.7690/bgzd.2013.01.018

## 硝酸酯溶液混合工艺技术

张亚俊, 李吉祯, 蔚红建, 樊学忠, 付小龙, 刘小刚  
(西安近代化学研究所三部, 西安 710065)

**摘要:** 硝酸酯溶液的安全使用是固体推进剂研究者多年来不懈追求的工艺发展目标之一, 也是代表工艺安全性和先进性的关键点。为提高固体推进剂制备工艺中硝酸酯处理过程的安全性, 介绍固体推进剂增塑用硝酸酯溶液的混合工艺技术, 包括机械搅拌混合技术、鼓泡搅拌混合技术和减压微沸混合技术等, 对比说明了不同混合技术的工艺原理和工艺方法, 分析各工艺技术的优缺点。分析结果表明: 减压微沸混合技术具有工艺安全可靠、设备简单易清理、便于实现完全隔离操作等特点, 更适合作为固体推进剂用于硝酸酯溶液的本质安全型混合工艺。

**关键词:** 固体推进剂; 硝酸酯; 工艺; 混合

**中图分类号:** TJ410.5 **文献标志码:** A

## Admixture Processing Techniques of Nitrate Ester Solution

Zhang Yajun, Li Jizhen, Wei Hongjian, Fan Xuezhong, Fu Xiaolong, Liu Xiaogang  
(No. 3 Department, Xi'an Modern Chemistry Research Institute, Xi'an 710065, China)

**Abstract:** The safety use of nitrate ester solution is the technology development target of solid propellant researcher for years, and it is also the key point of technology safety and advancement. For improving safety degree of nitrate ester solution mixture processing, the paper introduces admixture processing techniques of nitrate ester solution, including mechanism mixing technique, bubbling mixing technique and decompression ebullition mixing technique. The general principle, technical process and method of each mixing technique are contrasted in this work, and the advantages and disadvantages of each technique are also expounded. The analysis results show that decompression ebullition mixing technique are safe and credible with simple equipment and convenient for far-between operation, which is more adjective for making of nitrate esters solution as a entirely security technique.

**Key words:** solid propellant; nitrate esters; techniques; mixing

### 0 引言

作为改性双基推进剂、复合改性双基推进剂、NEPE 推进剂、叠氮高能推进剂等固体推进剂的主要工艺组分和能量提供来源, 硝酸酯是固体推进剂中最重要的增塑剂品种<sup>[1-2]</sup>。以硝化甘油为典型代表硝酸酯类化合物, 其化学安定性和热安定性较差(因其分子中硝酸酯 O-NO<sub>2</sub> 基团稳定性较差), 机械感度很高, 受冲击、摩擦和震动时极易发生爆炸<sup>[2]</sup>。

硝酸酯溶液的混合是固体推进剂制备过程中的重要工序之一<sup>[1]</sup>, 其主要目的是在硝酸酯(硝化甘油或硝化甘油与其他硝酸酯的混合物)中混入一定量的化学安定剂(如 II 号中定剂、2-硝基二苯胺、间苯二酚和 N-甲基对硝基苯胺等), 使高危险性的硝酸酯安定化, 同时将各种可溶于该硝酸酯的固相组分(如固体增塑剂、燃速调节剂等)、液体组分(如液体增塑剂、燃速调节剂等)混合均匀, 并除去混合液中的固体和液体杂质(如固体溶质中的不溶杂质及水分等), 混合成均匀的溶液, 以便用于推进剂的固液

混合和浇铸成型。

目前, 国内外普遍使用的硝酸酯溶液混合方法主要有机械搅拌法和鼓泡搅拌法 2 种<sup>[1-3]</sup>。笔者在分析这 2 种方法的混合原理及优缺点的基础上, 提出了减压微沸安全混合方法, 为硝酸酯的安全使用提供工艺技术支持。

### 1 机械搅拌混合技术

机械搅拌法主要靠机械搅拌器完成硝酸酯混合过程。搅拌桨搅动过程先引起部分液体流动, 流动液体又推动其周围的液体, 在容器内形成循环液流, 由此产生的液体之间的扩散称为主体对流扩散。

因硝酸酯的感度较高, 其机械搅拌速度一般比较低, 不会因高速液流与周围低速液流之间的界面上出现明显的剪切作用而形成涡流扩散; 但是, 搅拌桨在旋转时对液体仍会产生一定的剪切作用, 液体在流经器壁和安装在容器内的各种固定构件时, 也要受到剪切作用, 这些剪切作用都会引起许多局部涡流扩散。

收稿日期: 2012-09-21; 修回日期: 2012-11-13

作者简介: 张亚俊(1976—), 男, 陕西人, 工学学士, 工程师, 从事固体推进剂及含能材料研究。

搅拌引起的主体对流扩散和涡流扩散, 增加了不同液体间分子扩散的表面积, 减少了扩散距离, 从而缩短了分子扩散的时间, 且由于不同组分的流体速度存在明显的差异, 搅拌过程中各组分之间、组分层相互剪切, 从而将不同密度、状态但可很好地混溶的硝酸酯、安定剂、辅助增塑剂、工艺助剂混合、溶解并均匀分散到主液体中。

机械搅拌法用于硝酸酯的混合, 优点是可保证混合的均匀性; 缺点也很明显, 其搅拌强度难以控制, 无法实现人机隔离操作, 危险性高, 且不宜含固体组分硝酸酯溶液的混合。

## 2 鼓泡搅拌混合技术

鼓泡搅拌混合是一种向液体中通入气流以搅拌液体的方法, 一般用压缩空气, 有时亦采用二氧化碳、氮气等惰性气体; 当被搅拌的液体需加热, 且允许加入水分时, 也可通入水蒸气。

鼓泡搅拌是目前我国固体推进剂生产工厂中常用的硝酸酯混合方法之一, 主要在带有夹套的溶剂混合槽中进行。溶剂混合槽底部为斜底, 以利于排净全部溶剂, 下部有多孔的通空气的蛇管。工作时, 将压缩空气通过蛇管通入硝酸酯液体中, 在置于液体中的蛇管气孔处鼓泡从而发生搅拌作用, 使组分混合均匀并带走一部分水分和挥发分。图1为单孔气泡的形成与分裂过程情况, 图2为单孔气泡气相诱导液相的运动流场CFD模拟情况。

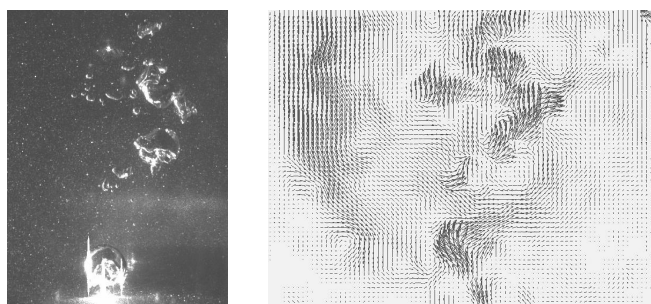


图1 单孔气泡形成与分裂过程

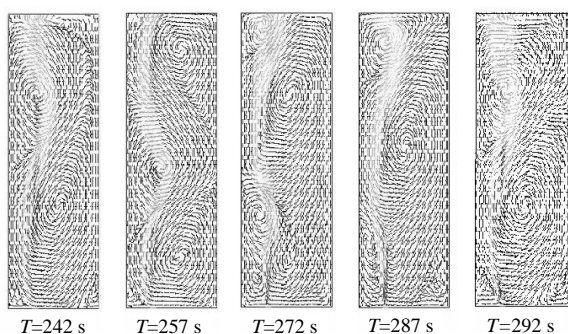


图2 CFD模拟单孔气泡气相诱导液相的运动流场

鼓泡搅拌法用于硝酸酯溶液的混合, 优点是设备简单, 无运动部件, 易于操作; 其缺点也很明显, 蛇管结构复杂、难以清理, 工艺操作步骤多, 不易实现吉纳等固体溶质在硝酸酯中的溶解、混合, 不能实现硝酸酯溶液混合过程的隔离操作。

硝酸酯溶液鼓泡搅拌法混合现行的工艺方法如下: 准确称量各固体组分; 将安定剂等固体组分在吉纳中一起加热, 保持温度 70 °C 一定时间, 使之熔化; 适当降温, 加入到准确计量的硝酸酯中; 夹套保温鼓泡混合; 真空除水; 出料。上述方法的缺点在于: 吉纳等固体溶质在高温下熔化过程危险性非常大, 且难以实现隔离操作; 危险工艺过程相对复杂, 工艺安全性差。

## 3 减压微沸混合技术

为保证在输送、提运、贮存等过程中硝化甘油等硝酸酯安全性, 硝酸酯容器中加入一定量的水, 硝酸酯和水之间有明显的分层, 但硝酸酯中仍会溶解少量的水分(硝化甘油等硝酸酯含水量为 0.3%~0.5%), 硝酸酯溶液混合过程中必须进行除水操作。

笔者借鉴机械搅拌和鼓泡搅拌方法的优点, 充分利用硝酸酯原材料中含有一定水分的特点, 结合化工常用的减压蒸馏法微沸鼓泡过程起到微搅拌混合作用的设计思路, 设计了硝酸酯的减压微沸混合方法, 采用减压微沸无机械搅拌混合技术进行硝酸酯溶液的混合处理。

该减压微沸混合方法的工作原理为: 在一定温度下(夹套恒温)对硝酸酯混合液进行真空处理, 基于减压蒸馏的原理(真空环境下液体沸点降低的原理)和特点, 充分利用硝酸酯原材料中的水分, 水杂质在较低温度、真空环境下聚拢而形成气泡, 其气泡逸出过程形成鼓泡微沸, 进而对硝酸酯混合液起到微搅拌混合作用, 同时达到了除去低沸点杂质、固体溶质溶解和混合液各组分混合均匀的目的。

减压微沸混合方法可一步完成高危险性的硝酸酯与安定剂、辅助增塑剂等固体、液体溶质的溶解、混合、除杂、钝化过程, 即硝酸酯溶液“一锅煮”混合, 便于实现硝酸酯溶液混合过程完全隔离操作, 工艺安全可靠、设备简单、易于清理。

减压微沸混合工艺技术实现了完全隔离操作, 使硝化甘油的处理危险等级由 Ax 级降至 Bx 级<sup>[4-5]</sup>, 有效降低了硝酸酯溶液混合过程的工艺危险系数, 确保操作人员的本质安全。