

# 超重力法回收火炸药厂的混合溶剂

崔磊军, 刘有智, 焦纬洲, 邢银全

(中北大学山西省超重力化工工程技术研究中心, 山西 太原 030051)

**摘 要:**为回收三元混合溶剂(丙酮、乙酸乙酯、水)对HMX转晶时挥发的部分溶剂(丙酮和乙酸乙酯),采用高效传质的旋转填料床对其进行了回收利用。考察了转速、液体流量和循环时间对吸收效果的影响。结果表明,转速和液体流量对混合溶剂的吸收有明显影响,实验的最佳操作参数为转速1000r/min,液体流量2m<sup>3</sup>/h,液体循环时间12h。旋转填料床对混合溶剂的吸收具有良好的环保和经济价值。

**关键词:**应用化学;超重力;混合溶剂;火炸药;回收

中图分类号:TJ55;TQ560.9

文献标志码:A

文章编号:1007-7812(2007)06-0051-03

## Recovery of Solvent Mixture from Propellant and Explosive Plant by High-gravity Absorption Technology

CUI Lei-jun, LIU You-zhi, JIAO Wei-zhou, XING Yin-quan

(Research Center of Shanxi Province for High Gravity Chemical Engineering and Technology, North University of China, Taiyuan 030051, China)

**Abstract:** In order to recycle part of solvent (acetone and ethyl acetate) volatilized in the process of transforming  $\alpha$ -HMX into  $\beta$ -HMX with the mixed solvent of water, acetone and ethyl acetate, the rotating packed bed with high efficiency mass transfer characteristics is used. The effect of rotating speed, fluid flow rate and fluid circulating time on the absorption effect of the mixed solvent is studied. The results show that the rotating speed and fluid flow rate have obvious effect on the absorption of the solvent. The optimum operation parameters are rotating speed, 1000r/min; fluid flow rate, 2m<sup>3</sup>/h; fluid circulating time, 12h. The absorption of the solvent with high-gravity absorption technology has favorable economic and environmental protection value.

**Key words:** applied chemistry; high-gravity; mixed solvent; explosive and propellant; recycle

## 引 言

醋酐法生产HMX是目前工业上普遍采用的方法<sup>[1]</sup>。采用丙酮、乙酸乙酯、水三元混合溶剂精制奥克托今,制得的产品晶粒美观、棱角清晰、透明度好、颗粒均匀、熔点高、无酸,且转晶过程安全可靠<sup>[2]</sup>。在HMX精制转晶的过程中,部分丙酮和乙酸乙酯从混合溶剂中挥发出来,对工人的健康造成威胁,为保证健康生产,目前工厂的做法是直接把这部分挥发的溶剂用抽气机抽出排空,不但造成了车间外空气的污染,而且造成很大一部分溶剂的浪费。由于这部分溶剂具有间歇排放、气量小等特点,故采用传统的塔设备吸收经济效益甚微。

鉴于此,山西省超重力研究中心采用超重力技术

对这些溶剂进行了回收试验研究。超重力技术的主体设备是超重力旋转填料床,其特点是传质效率高、开停车方便、且设备大小可根据处理气量合理设计,完全满足这部分挥发溶剂排放的特点。目前该技术已经在脱硫除尘<sup>[3]</sup>、吹脱氨氮废水<sup>[4]</sup>、萃取<sup>[5]</sup>等方面取得很大成果。采用超重力技术分别对火炸药厂生产过程产生的TNT红水<sup>[6]</sup>和火炸药厂排放的氮氧化物分别进行了处理和吸收,处理吸收效果明显<sup>[7]</sup>。

## 1 实验部分

### 1.1 实验对象及主体设备

以某火炸药生产企业在HMX精制转晶过程中排放的混合溶剂尾气为研究对象,其主要成分为水蒸汽、乙酸乙酯和丙酮的混合物,气体的流量大约为

250 m<sup>3</sup>/h。

主要设备: 超重机(Φ300), 除雾器, 气体涡流式流量计, 变频器, 循环泵(扬程 20 m), 循环槽(0.6 m<sup>3</sup>)。

## 1.2 实验流程

实验流程如图 1 所示。

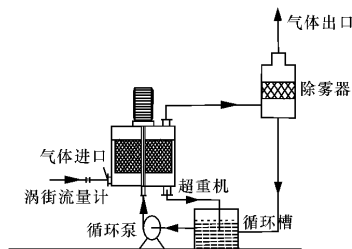


图 1 超重力法回收混合溶剂实验流程图

Fig. 1 Scheme of recovering the mixed solvent by the high-gravity method

来自循环槽的液体经液泵从旋转填料床入口进入, 经液体分布器均匀分布后打入填料内部; 同时, 经过鼓风机的混合溶剂气体经涡街流量计计量后从旋转填料床气体入口进入, 气液经错流接触吸收后, 液体回到循环槽, 气体经过除雾器后排空。

## 1.3 吸收剂的选择

如果采用有机溶剂作为吸收剂, 将会给后续的分选操作带来很大的投入, 为降低生产成本, 回收的混合溶剂需要继续重复利用。由于混合三元溶剂中, 其中之一是水, 故采用清水作吸收剂只需在回收的混合溶剂中按比例添加丙酮和乙酸乙酯, 可以直接再应用到 HMX 的转晶过程中。综合考虑, 采用清水作为混合溶剂的吸收剂较合适。

## 1.4 检测方法

每 4 h 取 50 mL 循环槽中的液体, 采用滴定法检测液相中乙酸乙酯和丙酮的质量浓度。当丙酮和乙酸乙酯的质量浓度达到一定值后, 重新更换清水循环。吸收液按比例经过补加乙酸乙酯和丙酮后重新应用于 HMX 的转晶。

# 2 结果与分析

## 2.1 填料床转速对丙酮和乙酸乙酯含量的影响

保持循环槽中液体总量为 0.3 m<sup>3</sup>, 调节液体流量为 1 m<sup>3</sup>/h, 考察填料床转速为 800、1000 和 1200 r/min 对丙酮和乙酸乙酯含量的影响。结果如图 2(a) 和图 2(b) 所示。

从图 2(a) 可以看出, 随着填料床转速的增大, 吸

收剂中丙酮的含量不断增大。这是由于转速越大, 液体在填料中被分割的液膜越薄, 液丝越细, 大大增加了液体和丙酮的接触面积, 从而提高丙酮的溶解速率。从图中还可以看出, 转速为 1000 r/min 和 1200 r/min 时丙酮含量差别不是很大, 考虑到设备的动力消耗, 选择 1000 r/min 为宜。图 2(b) 中转速对乙酸乙酯的影响与丙酮类同。所不同的是, 理论上丙酮在水中的溶解度为无限大, 而乙酸乙酯在水中的溶解度很小。所以乙酸乙酯含量随转速的增加比较平缓。

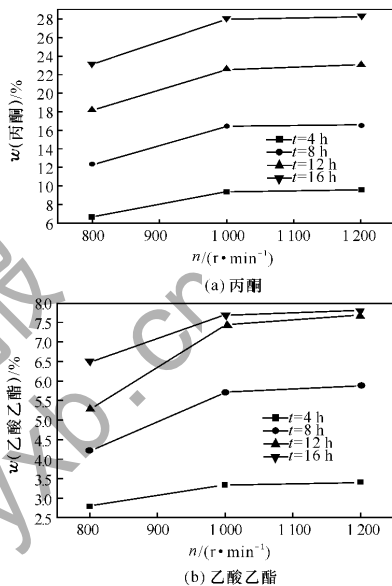


图 2 填料床转速对丙酮(a)和乙酸乙酯(b)含量的影响

Fig. 2 Effect of rotating speed on the content of acetone(a) and ethyl acetate(b)

## 2.2 液体流量对丙酮和乙酸乙酯含量的影响

固定气体流量为 250 m<sup>3</sup>/h, 调节填料床转速为 1000 r/min, 分别考察液体流量( $L$ )为 0.5、1.0、1.5 m<sup>3</sup>/h 时对丙酮和乙酸乙酯的吸收效果, 分别见图 3(a) 和图 3(b)。

从图 3 可以看出, 丙酮和乙酸乙酯的含量随液量的增大而增大, 这是因为, 随着液体流量的增加, 填料的持液量也增加, 形成液膜和液滴的数量也增加, 所以吸收的丙酮和乙酸乙酯也增多。而且随着液量的增加, 液体的更新速度也会越来越快, 这也有利于丙酮和乙酸乙酯的吸收。从图 3(b) 还可以看到, 当液量在 1.5 m<sup>3</sup>/h 和 2 m<sup>3</sup>/h 时, 液量对液相乙酸乙酯含量的影响已经比较接近, 因增加液量势必带来更大的动力消耗, 故选择 2 m<sup>3</sup>/h 为最佳的液体流量。

### 2.3 循环时间的确定

从图2和图3可以看出,丙酮和乙酸乙酯的含量随循环时间的增加而增大,理论上如果继续循环,丙酮的含量还会增大,但由于乙酸乙酯25℃时在水中的溶解度为8.08%,故无限增加循环时间并不利于乙酸乙酯的吸收。从图3(b)可看出,循环12h和16h后,乙酸乙酯的含量几乎没有区别。综合考虑,选择12h为最佳的循环时间。

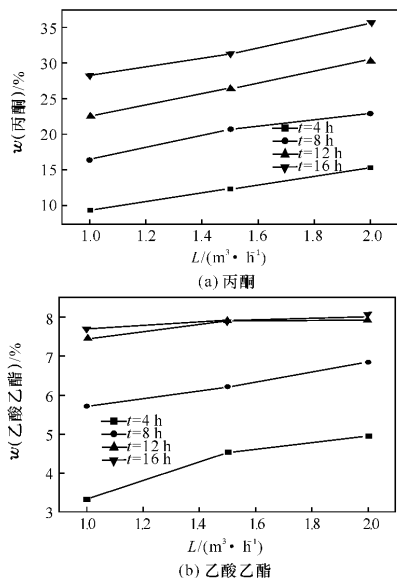


图3 液体流量对丙酮和乙酸乙酯含量的影响

Fig. 3 Effect of fluid flow rate on the content of acetone(a) and ethyl acetate(b)

## 3 结论

(1) 随填料床转速的增大,吸收液中丙酮和乙酸乙酯的含量增加,适宜的填料床转速为1000 r/min。

(2) 增加液体流量可以增加丙酮和乙酸乙酯的回收,最佳液体流量为 $2 \text{ m}^3/\text{h}$ ,最佳液体循环时间为12h。

### 参考文献:

- [1] 欧育湘. 炸药学[M]. 北京:北京理工大学出版社, 2006.  
OU Yu-xiang. Dynamite Knowledge [M]. Beijing: Beijing Institute of Technology Press, 2006.
- [2] 王友仁. 混合溶剂法精制奥克托今的研究[J]. 火炸药学报, 1982(5):20-24.  
WANG You-ren. Research on the refining of octogen with mixing solvent [J]. Chinese Journal of Explosive and Propellants, 1982(5):20-24.
- [3] 张艳辉,柳来栓,刘有智. 超重力旋转填料床用于烟气除尘的实验研究[J]. 环境工程, 2003, 21(6):42-45.  
ZHANG Yan-hui, LIU Lai-shuan, LIU You-zhi. Experimental study on flue gas dedusting by hypergravity rotary bed [J]. Environmental Engineering, 2003, 21(6):42-45.
- [4] 柳来栓,谢国勇,刘有智. 旋转填料床处理含氨氮废水实验研究[J]. 华北工学院学报, 2002, 23(3):222-225.  
LIU Lai-shuan, XIE Guo-yong, LIU You-zhi. Experimental study on treatment of ammoniac nitrogen wastewater with rotating packed bed [J]. Journal of North China Institute of Technology, 2002, 23(3):222-225.
- [5] 刘有智,祁贵生,杨利锐. 撞击流-旋转填料床萃取器传质性能研究[J]. 化工进展, 2003, 22(10):1108-1111.  
LIU You-zhi, Qi Gui-sheng, YANG Li-rui. Study on the mass transfer characteristics in impinging stream-rotating packed bed extractor [J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2003, 22(10):1108-1111.
- [6] 刘有智,刁金祥,王贺,等. 超重力-臭氧法处理TNT红水的试验研究[J]. 火炸药学报, 2006, 29(6):41-44.  
LIU You-zhi, DIAO Jin-xiang, WANG He, et al. Experimental research on high-gravity ozone oxidative treatment of TNT red-water [J]. Chinese Journal of Explosives and Propellants, 2006, 29(6):41-44.
- [7] 李鹏,刘有智,李裕,等. 用旋转填料床治理火炸药厂的氮氧化物尾气[J]. 火炸药学报, 2007, 30(1):67-70.  
LI Peng, LIU You-zhi, LI Yu, et al. Treatment of nitrogen oxides in explosive industry by rotating packed bed [J]. Chinese Journal of Explosives and Propellants, 2007, 30(1):67-70.