



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103483115 A

(43) 申请公布日 2014. 01. 01

(21) 申请号 201310473181. 5

*C08F 218/10* (2006. 01)

(22) 申请日 2013. 10. 11

(71) 申请人 葛洲坝易普力股份有限公司

地址 400023 重庆市渝北区北部新区星光五  
路 2 号土星商务中心 C1 座 1406

(72) 发明人 董云 贾紫永 赵华平 朱根华  
杜华善 周桂松 刘涛

(74) 专利代理机构 重庆为信知识产权代理事务  
所 (普通合伙) 50216

代理人 孙人鹏

(51) Int. Cl.

*C06B 23/00* (2006. 01)

*C08F 255/00* (2006. 01)

*C08F 222/06* (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于由以下制备步骤组成:  
(1) 制备共聚物:先将聚烯烃、羧酸乙烯酯和过量马来酸酐混合,并加入溶剂二甲苯,混合均匀,再加入引发剂,搅拌反应,然后通过蒸馏除去二甲苯,再除去过量的马来酸酐,冷却得到共聚物;  
(2) 合成乳化剂:将共聚物和矿物油搅拌混合,混合物在氮气保护下加热;加入醇胺,搅拌反应;加入硅藻土混合均匀,抽滤得到呈红棕色清澈油状的最终产物—乳化剂。本发明一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,乳化剂制备得到的乳化炸药的储存稳定性高,且乳化剂制备过程中反应温度均小于或等于 100℃,生产成本得到降低,生产的安全性得到提高。

1. 一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于由以下制备步骤组成:

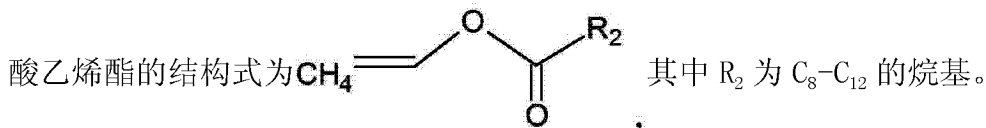
(1) 制备共聚物:按重量份数先将聚烯烃 800-950 份、羧酸乙烯酯 9.9-39.6 份和过量马来酸酐混合,并加入过量的溶剂二甲苯,于 70℃ -80℃ 温度下混合均匀,再在抽真空并补偿氮气的条件下加入 9-9.9 份的引发剂,在 70℃ -80℃ 温度下搅拌反应 10h-30h,然后通过蒸馏除去二甲苯,再在最大 200℃ /20mbar 下,除去过量的马来酸酐,冷却得到共聚物;

(2) 合成乳化剂:将共聚物和矿物油按重量份数比为 2:1 的比例搅拌混合,混合物在氮气保护下加热到 90℃ -100℃ ;加入 29.3 份醇胺,然后混合物在 90℃ -100℃ 温度下搅拌反应 5h-8h ;加入硅藻土混合均匀,在 100℃ 下抽滤得到呈红棕色清澈油状的最最终产物—乳化剂。

2. 根据权利要求 1 所述用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于:所述引发剂为过氧化二苯甲酰或过氧化苯甲酰叔丁酯。

3. 根据权利要求 1 所述用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于:所述醇胺为二乙胺基乙醇。

4. 根据权利要求 1 所述用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于:所述羧酸乙烯酯的结构式为



5. 根据权利要求 4 所述用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于:所述羧酸乙烯酯为新癸酸乙烯酯。

6. 根据权利要求 1 所述用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于:所述聚烯烃含碳量为 C<sub>40</sub> - C<sub>500</sub> ;且所述聚烯烃的端烯含量 > 85%。

7. 根据权利要求 6 所述用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其特征在于:所述聚烯烃为聚异丁烯。

## 一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于炸药技术领域,具体的说,涉及一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法。

### 背景技术

[0002] 乳化炸药运用广泛,其组成本质上是在室温下油相材料中过饱和的油包水乳液。通过乳化剂的作用使 10wt% 的油相材料将 90wt% 的无机氧化盐水溶液乳化形成油包水基质。在这种情况下,溶解的无机盐溶液是亚稳定的,趋向于结晶。如果硝酸铵结晶析出,将会对乳液(凝固,无法泵送)和雷管灵敏度产生不良影响,如乳化炸药储存稳定性差,并且拒爆。为了保持乳化炸药的稳定性,因此,乳化剂要求能适应于稳定地制备出油包水的乳液,对乳化剂的要求变得更高。

[0003] 乳化剂种类繁多,分为低分子乳化剂和高分子乳化剂两类。低分子乳化剂 Span-80 为代表,但其形成的乳化膜强度很差,基质稳定性很低。如美国专利 3,447,978 公开了一种油包水的乳化剂,其中山梨糖醇酯,脂肪酸甘油酯或磷脂被用于乳化剂中,但这种乳化剂没有长期稳定性。高分子乳化剂是近年发展起来的用于制备乳化炸药的乳化剂,主要是以聚异丁烯为主,进行改性修饰得到,能有效提高基质的储存稳定性。但是,这种乳化剂普遍存在合成上的缺点,由于潜在的烯键反应,要求其在非常高的温度(180-230℃)下合成,且反应时间长,导致其高能耗和高成本。如专利 CN101152993B, CN1158833A 等均是在 200℃ 左右下制备高分子乳化剂。

[0004] 现有技术缺点:乳化剂乳化得到的乳化基质储存稳定性差,乳化剂合成过程中的反应温度要求高,生产成本低且不安全。

### 发明内容

[0005] 为解决以上技术问题,本发明的目的在于提供一种乳化剂储存稳定性好,生产成本低,且安全的用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法。

[0006] 通常制备的乳化炸药乳化剂是一种两亲分子结构,一端为亲水基,一端为亲油基。由于聚烯烃链段较长,马来酸酐链段较短,所以其亲水性不好,导致乳化剂较难乳化,通过在聚异丁烯共聚中引入乙烯酯,羧酸乙烯酯的酯键能够增加分子的亲水性,可以使乳化剂乳化更加容易,而且使其与马来酸酐、聚烯烃共聚反应中的反应温度,同时也降低了后续的反应合成温度。

[0007] 本发明的目的是这样实现的:一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法,其关键在于由以下制备步骤组成:

[0008] (1) 制备共聚物:按重量份数先将聚烯烃 800-950 份、羧酸乙烯酯 9.9-39.6 份和过量马来酸酐混合,并加入过量的溶剂二甲苯,于 70℃ -80℃ 温度下混合均匀,再在抽真空并补偿氮气的条件下加入 9-9.9 份的引发剂,在 70℃ -80℃ 温度下搅拌反应 10h-30h,然后通过蒸馏除去二甲苯,再在最大 200℃ /20mbar 下,除去过量的马来酸酐,冷却得到共聚物;

[0009] (2)合成乳化剂:将共聚物和矿物油按重量份数比为 2:1 的比例搅拌混合,混合物在氮气保护下加热到 90°C -100°C ;加入 29.3 份醇胺,然后混合物在 90°C -100°C 温度下搅拌反应 5h-8h ;加入硅藻土混合均匀,在 100°C 下抽滤得到呈红棕色清澈油状的最最终产物—乳化剂。

[0010] 上述引发剂为过氧化二苯甲酰或过氧化苯甲酰叔丁酯。

[0011] 上述醇胺为二乙胺基乙醇。

[0012] 上述羧酸乙烯酯的结构式为  $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{R}_2$ , 其中  $\text{R}_2$  为  $\text{C}_8-\text{C}_{12}$  的烷基。

[0013] 上述羧酸乙烯酯为新癸酸乙烯酯。

[0014] 上述聚烯烃含碳量为  $\text{C}_{40} - \text{C}_{500}$  ;且所述聚烯烃的端烯含量 > 85%。

[0015] 上述聚烯烃为聚异丁烯。

[0016] 一、常规乳化剂与本发明乳化剂性能比较 :

[0017] 1、乳化基质水溶值和粘度的比较如表 1 所示 :

[0018] 表 1 乳化基质水溶值和粘度的检测

试剂	乳化剂用量 (g)	乳化基质水溶值(%)	乳化基质粘度(Pa.s)
乳化剂 A	1	3.90	36.2
乳化剂 B	1	2.40	13.8

[0020] 其中乳化剂 A 的醇胺试剂为三乙醇胺,且未加羧酸乙烯酯 ;

[0021] 乳化剂 B 为本发明所得乳化剂。

[0022] 比较结果 :通过表 1 比较发现乳化剂 B 得到的乳化基质水溶值和粘度均小于乳化剂 A,而水溶值越低乳化基质的稳定性越高。

[0023] 2、乳化炸药储存稳定性检测如表 2 所示 :

[0024] 表 2 乳化炸药高低温循环后的检测

测试项目	乳化剂 A 制备的乳化炸药 A	乳化剂 B 制备的乳化炸药 B
5 个高低温循环后爆速(m/s)	拒爆	2727
室温储存 7 天后爆速(m/s)	没有雷管感度	3119

[0026] 其中乳化剂 A 的醇胺试剂为三乙醇胺,且未加羧酸乙烯酯 ;

[0027] 乳化剂 B 为本发明所得乳化剂。

[0028] 比较结果 :通过表 2 比较发现通过乳化炸药 B 的储存稳定性高于乳化炸药 A。

[0029] 二、综上所述 :通过比较发现,本发明乳化剂制备得到的乳化炸药的储存稳定性更高。

[0030] 有益效果 :

[0031] 本发明一种用于制备乳化炸药的乳化剂的制备方法, 乳化剂制备得到的乳化炸药的储存稳定性高, 且乳化剂制备过程中反应温度均小于或等于 100℃, 生产成本得到降低, 生产的安全性得到提高。

### 具体实施方式

[0032] 下面结合实施例对本发明作进一步说明:

[0033] 实施例 1:

[0034] (1) 制备共聚物: 在 2L 的带搅拌的四口烧瓶中, 先将端烯含量 > 85% 的聚异丁烯 800g、新癸酸乙烯酯 39.6g 和过量的马来酸酐混合, 并加入过量的溶剂二甲苯, 于 80℃ 温度下混合均匀, 系统抽真空 3 次到 100mbar 并且每次充氮气补偿, 在 80℃ 温度下, 加入 9.9g 的过氧化二苯甲酰, 在 80℃ 温度下搅拌反应 20h, 然后通过蒸馏除去二甲苯, 再在最大 200℃ /20mbar 下, 除去过量的马来酸酐, 冷却得到 952g 共聚物;

[0035] (2) 合成乳化剂: 将 207g 共聚物和 103.5g 矿物油搅拌混合, 混合物在氮气保护下加热到 90℃; 加入 29.3g 二乙胺基乙醇, 然后混合物在 100℃ 温度下搅拌反应 5h; 加入硅藻土混合均匀, 在 100℃ 下抽滤得到 271g 呈红棕色清澈油状的最终产物—乳化剂; 该乳化剂酸值为 28.0mg KOH/g; 氮含量为 0.91%。

[0036] 实施例 2:

[0037] (1) 制备共聚物: 在 2L 的带搅拌的四口烧瓶中, 先将端烯含量 > 85% 的聚异丁烯 810g、新癸酸乙烯酯 17.8g 和过量的马来酸酐混合, 并加入过量的溶剂二甲苯, 于 70℃ 温度下混合均匀, 系统抽真空 3 次到 100mbar 并且每次充氮气补偿, 在 75℃ 温度下, 加入 9.6g 的过氧化苯甲酰叔丁酯, 在 70℃ 温度下搅拌反应 20h, 然后通过蒸馏除去二甲苯, 再在最大 200℃ /20mbar 下, 除去过量的马来酸酐, 冷却得到 928g 共聚物;

[0038] (2) 合成乳化剂: 将 227g 共聚物和 113.5g 矿物油搅拌混合, 混合物在氮气保护下加热到 100℃; 加入 29.3g 二乙胺基乙醇, 然后混合物在 90℃ 温度下搅拌反应 8h; 加入硅藻土混合均匀, 在 100℃ 下抽滤得到 299g 呈红棕色清澈油状的最终产物—乳化剂; 该乳化剂酸值为 25.5mg KOH/g; 氮含量为 0.86%。

[0039] 实施例 3:

[0040] (1) 制备共聚物: 在 2L 的带搅拌的四口烧瓶中, 先将端烯含量 > 85% 的聚异丁烯 950g、新癸酸乙烯酯 9.9g 和过量的马来酸酐混合, 并加入过量的溶剂二甲苯, 于 75℃ 温度下混合均匀, 系统抽真空 3 次到 100mbar 并且每次充氮气补偿, 在 70℃ 温度下, 加入 9.0g 的过氧化苯甲酰叔丁酯, 在 75℃ 温度下搅拌反应 20h, 然后通过蒸馏除去二甲苯, 再在最大 200℃ /20mbar 下, 除去过量的马来酸酐, 冷却得到 1077g 共聚物;

[0041] (2) 合成乳化剂: 将 206g 共聚物和 103g 矿物油搅拌混合, 混合物在氮气保护下加热到 95℃; 加入 29.3g 二乙胺基乙醇, 然后混合物在 95℃ 温度下搅拌反应 7h; 加入硅藻土混合均匀, 在 100℃ 下抽滤得到 320g 呈红棕色清澈油状的最终产物—乳化剂; 该乳化剂酸值为 22.3mg KOH/g; 氮含量为 0.97%。