



中华人民共和国国家标准

GB/T 28111—2011

乳化炸药用酯类乳化剂试验方法

Test method of ester emulsifier for emulsion explosive

2011-12-30 发布

2012-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准起草单位:安徽省淮北市质量技术监督局、煤炭科学研究总院爆破技术研究所。

本标准主要起草人:翟廷海、王继文、王继峰、张广峰、宋家良、夏斌、郑振生。

乳化炸药用酯类乳化剂试验方法

1 范围

本标准规定了乳化炸药用酯类乳化剂样品制备和外观、酸值、皂化值、羟值、水分、运动黏度试验方法。

本标准适用于乳化炸药用酯类乳化剂的试验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂—钴色号)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 样品制备

将样品(必要时可温热)用不锈钢搅拌棒搅匀,从中取 500 g,搅匀后供试验用。

4 外观试验

4.1 仪器、设备

4.1.1 比色管:25 mL。

4.1.2 恒温水浴锅。

4.1.3 玻璃棒: $\phi 10$ mm。

4.2 试验程序

4.2.1 取乳化剂 20 mL,放入比色管中,置于 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴中温热 10 min。取出,擦干比色管外的水。对着自然光线目视观察,记录观察现象。

4.2.2 将玻璃棒插入乳化剂液面以下 5 cm,提起玻璃棒至液面以上 0.4 m,使乳化剂自由流下。目视观察流动状况,记录观察现象。

4.3 结果表述

报出样品所观察到的现象(是否均匀透明、无悬浮颗粒及异物,流下时是否呈均匀的细条)。

5 酸值(A)试验

5.1 滴定法

5.1.1 原理

以酚酞为指示剂,用标准氢氧化钠溶液滴定,计算出中和 1 g 乳化剂所需氢氧化钾的毫克数。
本方法适用于单一型酯类乳化剂的测定。

5.1.2 仪器、试剂

5.1.2.1 分析天平:精度 0.1 mg。

5.1.2.2 锥形瓶:250 mL。

5.1.2.3 滴定管:25 mL,碱式。

5.1.2.4 氢氧化钠标准溶液:0.1 mol/L,按 GB/T 601 的规定配制与标定。

5.1.2.5 酚酞:10 g/L 95%乙醇(体积分数)溶液。

5.1.2.6 中性乙醇:取 95%(体积分数)乙醇适量,加几滴酚酞(每 200 mL 加 4 滴)作指示剂,用氢氧化钠标准溶液(5.1.2.4)中和至粉红色。

5.1.3 试验程序

称取乳化剂试样约 10 g 至锥形瓶中,加入 100 mL 中性乙醇,摇动使试样溶解完全(必要时可温热)。加 4 滴~5 滴酚酞,用氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色。

5.1.4 结果表述

样品的酸值按式(1)计算:

$$A = \frac{V \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- A ——样品的酸值,单位为毫克每克(mg/g),以氢氧化钾计;
- V ——滴定消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——氢氧化钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 56.1 ——氢氧化钾摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留一位小数,数据处理按 GB/T 8170 要求进行,取两次试验结果的算术平均值为试验结果。

5.1.5 重复性

相同试样,同一分析者两次测定结果之差,应不大于平均值的 2.5%。

5.1.6 再现性

相同试样,在两个不同实验室中测得结果之差,应不大于平均值的 6.5%。

5.2 电位滴定法

5.2.1 原理

以 pH 电极为指示,用标准氢氧化钾异丙醇溶液滴定至终点电位,根据消耗氢氧化钾溶液的体积计

算试样的酸值。

本方法适用于复合型酯类乳化剂的测定。

5.2.2 仪器、试剂

5.2.2.1 电位滴定仪:精度不低于±10 mV。

5.2.2.2 玻璃电极。

5.2.2.3 甘汞电极。

5.2.2.4 分析天平:精度 0.1 mg。

5.2.2.5 滴定管:25 mL。

5.2.2.6 烧杯:50 mL、100 mL。

5.2.2.7 容量瓶:500 mL。

5.2.2.8 异丙醇:分析纯。

5.2.2.9 乙酸乙酯:分析纯。

5.2.2.10 乙醇:95%(体积分数)。

5.2.2.11 pH 9.18 标准缓冲溶液:称取 1.90 g 硼砂(基准试剂),用蒸馏水定容于 500 mL 容量瓶中。

5.2.2.12 氢氧化钾异丙醇溶液:0.1 mol/L。称取 3.0 g 氢氧化钾加入 500 mL 异丙醇中,煮沸 10 min,静置 48 h,取上层清液,贮存于试剂瓶中,密闭保存,按 GB/T 601 的规定标定。

5.2.3 仪器校准

仪器校准按以下步骤进行:

- a) 仪器接通电源,预热 30 min,调零;
- b) 将适量标准缓冲溶液倒入烧杯中,放入电极,开启搅拌;
- c) 温度补偿器调节至与溶液的实际温度一致,按下读数开关,调节校正器,使示值为 9.18;
- d) 再按一下读数开关,示值应回零,校正结束。

5.2.4 试验程序

试验按以下步骤进行:

- a) 仪器开机预热 30 min,调节“终点”;
- b) 称取乳化剂试样约 10 g 至锥形瓶中,加入 100 mL 乙醇,摇动使试样溶解完全(必要时可温热及加少量乙酸乙酯);
- c) 开启搅拌器进行滴定,开始时控制滴定速度为 0.2 mL/min 左右,至每滴下 0.1 mL 电位值变化 30 mV 时,将滴定速度降至 0.05 mL/min,至终点电位时,停止;
- d) 将电极用乙醇及水冲洗干净,擦干,记录滴定管的读数;
- e) 按上述程序用 100 mL 乙醇为空白,进行空白试验。

5.2.5 结果表述

样品的酸值按式(2)计算:

$$A = \frac{(V - V_0) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A ——样品的酸值(以氢氧化钾计),单位为毫克每克(mg/g);

V ——滴定消耗的氢氧化钾异丙醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₀ ——空白试验消耗的氢氧化钾异丙醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾异丙醇溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

56.1 ——氢氧化钾摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留一位小数,数据处理按 GB/T 8170 要求进行,取两次试验结果的算术平均值为试验结果。

5.2.6 重复性

相同试样,同一分析者两次测定结果之差,应不大于平均值的 8.5%。

5.2.7 再现性

相同试样,在两个不同实验室中测得结果之差,应不大于平均值的 18.9%。

6 皂化值(X)试验

6.1 原理

氢氧化钠的乙醇溶液与试样中的酯基反应,再用标准盐酸溶液中和剩余的碱,由空白与试样所消耗的盐酸体积之差计算出样品的皂化值。

6.2 仪器、试剂

6.2.1 分析天平:精度 0.1 mg。

6.2.2 架盘天平:精度 0.5 g。

6.2.3 锥形瓶:250 mL。

6.2.4 滴定管:25 mL,酸式。

6.2.5 移液管:25 mL。

6.2.6 球形冷凝管:外套管长 300 mm。

6.2.7 乙醇:95%(体积分数)。

6.2.8 氢氧化钠乙醇溶液:0.5 mol/L,称取氢氧化钠 24 g,加适量乙醇使之溶解并稀释至 1 000 mL,置于橡皮塞玻璃瓶中静置 24 h 后,倾取上层清液于玻璃瓶中,密闭保存。

6.2.9 盐酸标准溶液:分析纯,浓度 0.5 mol/L,按 GB/T 601 的规定配制与标定。

6.3 试验程序

试验按以下步骤进行:

- a) 称取试样 2.5 g(精确至 0.000 1 g)于锥形瓶中。
- b) 用移液管精确加入氢氧化钠乙醇溶液 25 mL,装上冷凝管,在恒温水浴锅上加热至微沸,回流 30 min。
- c) 用 20 mL 左右乙醇冲洗冷凝管的内壁及与锥形瓶连接部分(包括瓶塞)的下部,加酚酞 3 滴~5 滴,趁热用盐酸标准溶液滴定至粉红色刚好消失;加热至沸,如溶液又出现粉红色,再滴定至粉红色褪去。
- d) 按上述程序作一空白试验。

6.4 结果表述

样品的皂化值按式(3)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X ——样品的皂化值(以氢氧化钾计),单位为毫克每克(mg/g);

V_0 ——空白试验消耗的盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样消耗的盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

56.1 ——氢氧化钾摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留一位小数,数据处理按 GB/T 8170 要求进行,取两次试验结果的算术平均值为试验结果。

6.5 重复性

相同试样,同一分析者两次测定结果之差,应不大于平均值的 0.7%。

6.6 再现性

相同试样,在两个不同实验室中测得结果之差,应不大于平均值的 2.9%。

7 羟值(I)试验——乙酰法

7.1 原理

用乙酰吡啶溶液酯化试样中的羟基,再将过量的乙酰水解,用氢氧化钠标准溶液中中和滴定,用空白所消耗的氢氧化钠溶液体积与试样所消耗的氢氧化钠溶液体积之差计算试样的羟值。

7.2 仪器、试剂

7.2.1 分析天平:精度 0.1 mg。

7.2.2 锥形瓶:250 mL,带磨口接头,用前洗净烘干。

7.2.3 滴定管:50 mL,碱式。

7.2.4 移液管:容量 15 mL、25 mL 各一支。

7.2.5 球形冷凝管:外套管长 300 mm,带磨口接头,用前洗净烘干。

7.2.6 吡啶:沸点为 114.5 °C~115.5 °C。

7.2.7 乙酰:含量不少于 97%,分析纯。

7.2.8 乙酰吡啶溶液:冷却下将 1 体积的乙酰与 10 体积的吡啶混合,存放于具磨口塞的棕色玻璃瓶中,密闭保存。以铂—钴色号,按 GB/T 3143 测定,如溶液的颜色超过 200 Hazen 单位,则不能使用。

7.2.9 氢氧化钠溶液:0.5 mol/L,按 GB/T 601 的规定配制与标定。

7.2.10 酚酞:10 g/L,95%乙醇(体积分数)溶液。

7.3 试验程序

操作应在通风橱内进行,废弃物应达标排放。

试验按以下步骤进行:

a) 称取约 1.6 g 试样于干燥的锥形瓶中。

b) 小心地移取乙酰吡啶溶液 15 mL 加入锥形瓶中,用吡啶润湿冷凝管的接头并使之与锥形瓶连接好。旋动使瓶内物混合均匀。

- c) 在沸水浴中加热锥形瓶 1 h, 期间每隔 10 min 左右摇动混合 1 min, 瓶内物应低于水面。
- d) 将 2 mL 水经冷凝管加入锥形瓶中并摇动混合, 在沸水浴中加热 5 min。
- e) 将锥形瓶连同冷凝管一起取出, 冷却至 30 ℃ 以下。经冷凝管加入 70 mL 水, 拿掉冷凝管, 用水冲洗磨口玻璃接头。
- f) 移取 25 mL 氢氧化钠溶液加入锥形瓶中, 加 4 滴酚酞指示剂, 快速摇动下用氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色, 15 min 不褪为终点。
- g) 按上述程序, 以 2 滴~3 滴水代替试样, 作空白试验。

7.4 结果表述

样品的羟值按式(4)计算:

$$I = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56.1}{m} + A \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- I* ——样品的羟值(以氢氧化钾计), 单位为毫克每克(mg/g);
- V*₀ ——空白试验消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- V*₁ ——试样消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- c* ——氢氧化钠标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- 56.1 ——氢氧化钾摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);
- m* ——试样质量, 单位为克(g);
- A* ——试样的酸值, 单位为毫克每克(mg/g), 以氢氧化钾计。

计算结果保留一位小数, 数据处理按 GB/T 8170 要求进行, 取两次试验结果的算术平均值为试验结果。

7.5 重复性

相同试样, 同一分析者两次测定结果之差, 应不大于平均值的 1.4%。

7.6 再现性

相同试样, 在两个不同实验室中测得结果之差, 应不大于平均值的 3.7%。

8 水分(w)试验——共沸蒸馏法

8.1 原理

试样中的水分与甲苯形成共沸物而被蒸馏出来, 待油水分层后, 读出水的体积, 进而计算出水分含量。

8.2 仪器、试剂

- 8.2.1 分析天平: 精度 0.1 mg。
- 8.2.2 水分测定器: 烧瓶容积 500 mL, 冷凝管长度 250 mm~300 mm, 带磨口接头。
- 8.2.3 电热套或油浴。
- 8.2.4 甲苯: 分析纯, 用前按以下方法处理: 每 100 mL 甲苯加 2 滴水, 蒸馏, 截除馏头水与甲苯形成的共沸物, 然后收集甲苯馏分供试验用。

8.3 试验程序

操作应在通风橱内进行, 废弃物应达标排放。

试验按以下步骤进行：

- a) 称取试样约 50 g,放入烧瓶中,加入甲苯 250 mL~300 mL。
- b) 连接水分接受器及冷凝管,通冷却水。
- c) 用电热套或油浴加热烧瓶,使瓶内物回流,至接受器中甲苯馏出液变清(每秒回流 2 滴或 3 滴)而不再有水分离出来时,停止加热。
- d) 待接受器冷却至室温,接受管内的水清晰分层后读数,读准至 0.02 mL。

8.4 结果表述

试样的水分质量分数以 w 计,数值用 % 表示,按式(5)计算:

$$w = \frac{\rho \times V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- w ——样品中水的质量分数, %;
- ρ ——水的密度,取 1,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- V ——接受器中水的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留一位小数,数据处理按 GB/T 8170 要求进行,取两次试验结果的算术平均值为试验结果。

8.5 重复性

相同试样,同一分析者两次测定结果之差,应不大于平均值的 0.9%。

8.6 再现性

相同试样,在两个不同实验室中测得结果之差,应不大于平均值的 1.3%。

9 运动黏度(ν)

9.1 原理

在某一恒定的温度下,先测定样品的动力黏度,经换算得其相同温度下的运动黏度。

9.2 仪器

- 9.2.1 黏度计:测量精度不低于 $\pm 5\%$ 。
- 9.2.2 超级恒温器:控制精度 $\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 9.2.3 温度计:精度 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

9.3 试验程序

试验按以下步骤进行:

- a) 试验准备
 - 接通黏度计的电源,调零。开启恒温器,将温度恒定于规定温度。按黏度计说明书要求测定试样的动力黏度,必要时,调整量程使读数为满量程的 40%~80%,并按此条件测定试样的动力黏度。
- b) 按上述测定条件测定试样的动力黏度。
- c) 试样的密度 ρ 按 GB/T 1884 测定。

9.4 结果表述

试样的运动黏度按式(6)计算:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

ν ——样品的运动黏度,单位为平方米每秒(m^2/s);

η ——样品的动力黏度,单位为帕秒($\text{Pa} \cdot \text{s}$);

ρ ——样品的密度,单位为千克每立方米(kg/m^3)。

计算结果保留三位小数,数据处理按 GB/T 8170 要求进行,取两次试验结果的算术平均值为试验结果。

9.5 重复性

相同试样,同一分析者两次测定结果之差,应不大于平均值的 5.9%。

9.6 再现性

相同试样,在两个不同实验室中测得结果之差,应不大于平均值的 12.2%。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 鉴别样品所需的全部资料;
 - b) 采用的方法;
 - c) 所得结果及表示方法;
 - d) 试验条件;
 - e) 本标准未规定的任何操作以及会影响结果的任何情况。
-