

# 土 洋 結 合

## 年产 300 吨的土法制硫酸的 車間設備和操作

——参加北京化工联合厂土法制硫酸車間實習的工作報告——

北京市第 41 中学 黃京元

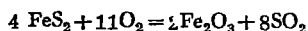
**編者按：**在全国各类学校積極貫徹党的教育方針的时候，大办硫酸厂也是極有意义的。今年 7 月間北京市西城区教育局和北京教师进修学院联合举办了理化教师暑期劳动實習，現將黃京元同志的这篇實習報告刊登于此，供讀者建厂参考。各校“勤工儉学”办公室如有同类稿件，希即推荐給我們。

### 一、化学原理

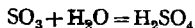
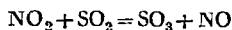
北京化工联合厂土法制硫酸基本上是采用了苏联的先进經驗“五塔式制硫酸”的原理，因地制宜，因陋就簡地將它改成七个塔。其主要优点是：設備簡單，投資少，建厂快，除爐条和抽風机以外都不用鋼材等金屬。这完全符合我国目前鋼材暂时緊張的情况和又快好省的建設方針。

所用原料是黃鉄矿、焦炭和少量硝酸。产品濃度达 78% (60°Bé)。

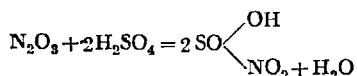
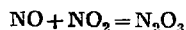
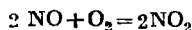
在焚矿爐中燃燒黃鉄矿。



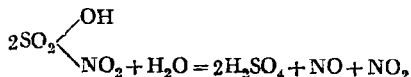
借助于氮的氧化物把  $\text{SO}_2$  氧化成  $\text{SO}_3$ ，后者溶于水生成硫酸。



反应后，廢气的主要成分是来自空气中的氮气、未曾参加反应的氧气和氮的氧化物。因为后者价值比較昂貴，所以生产中必須設法把它分离出来並使之重新回到生产过程，就是把部分  $\text{NO}$  氧化並使之溶解于硫酸中，便生成了含硝硫酸。



最后，使含硝硫酸在高溫下与水作用，使之脫硝，同时重新得到氮的氧化物，繼續生产。



其流程如下：

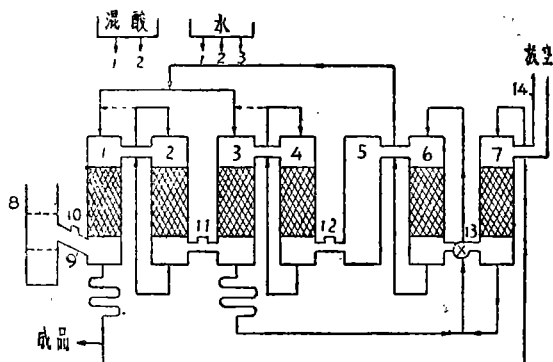


圖 1 土法制硫酸流程圖

1. 第一塔—生成塔 2. 第二塔—輔助塔 3. 第三塔—生成塔 4. 第四塔—輔助塔 5. 第五塔—氧化塔
6. 第六塔—吸收塔 7. 第七塔—吸收塔 8. 焚矿爐 9. 爐气导管 10. 11. 12. 气孔 13. 抽風机 14. 烟囱

焚矿爐的爐气 (其中含有  $\text{SO}_2$  依次通过七个塔， $\text{SO}_2$  的氧化和含硝硫酸的脫硝主要是在最初四个塔內进行的，但成品只从第一塔中取出。第五塔是氧化塔，在其中进行着  $\text{NO}$  的氧化以及  $\text{N}_2\text{O}_3$  的生成。第六塔和第七塔是吸收塔，由塔頂噴淋下来濃硫酸，吸收  $\text{N}_2\text{O}_3$ ，生成了含硝硫酸。在第六塔和第七塔之間裝有抽風机一座，廢气由烟囱放空。

### 二、設 备

#### (1) 焚矿爐

焚矿爐为深爐式塊矿爐。兩端为燃燒室，中間为除塵室。(圖 2，圖 3)。

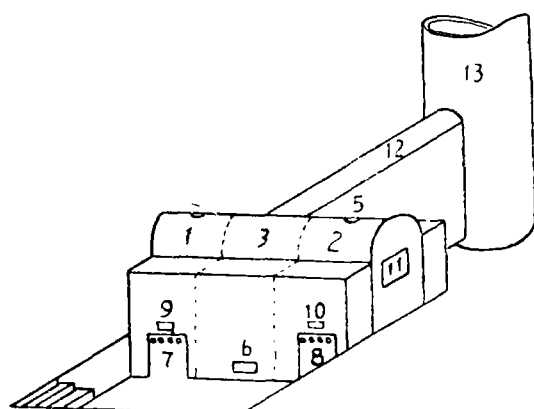


圖 2 焚矿爐的外現

1.2. 燃燒室 3. 除塵室 4.5. 出烟口 6. 出塵口  
7.8. 爐條 9.10. 出渣活門 11. 爐門—入料口 12. 爐氣導管 13. 第一塔

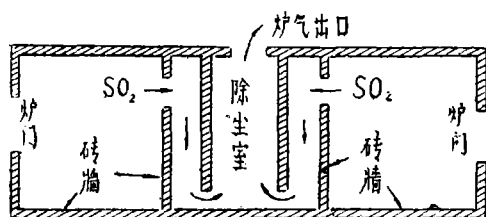


圖 3 焚矿爐的構造

四周牆厚 38 厘米，里面一層是耐火磚，外層是青磚，不能太薄，否則輻射熱容易散失，影响到爐溫不足。耐火磚和青磚之間應留 1 厘米的空隙，其目的有二：①耐火磚和青磚的膨脹系數不同，留此空隙防止發生裂縫；②其間有一層空氣，防止散熱。

每個爐膛(燃燒室)的橫斷面積是 80 厘米×80 厘米，爐膛高 110 厘米(由爐條至爐門是燃燒室的有效容積，故爐膛高度即按此範圍計算)。

爐條面積為 55 厘米×60 厘米，爐條之間的空隙應大一些，但不能超過爐條的直徑。如爐條直徑為 2 吋(6 厘米)時，空隙應為 1.7 吋(4.5 厘米)，太密則空氣不能暢通，以致燃燒不完全，有硫升華出來  $\text{FeS}_2 = \text{FeS} + \text{S}$  影响  $\text{SO}_2$  的產量。如爐條太疏則矿石和焦炭有漏出爐外的可能。

爐條離地面約 50 厘米，爐條上方各有活門一個，以便按時除去燒結的焦炭和爐渣。

每個燃燒室頂部各有出烟口一個，為焦炭未燒紅以前出烟之用，否則易使爐氣導管和酸塔堵塞。當焦炭燒紅後即用粘土封閉。

應注意的是：焚矿爐建成後，投入生產前必須用劈材以文火烘爐二日以上，才能添焦炭加強熱，因耐火磚所飽和的水蒸氣如不烘乾即行強熱，易發生裂縫。

按現在爐體尺寸，每個燃燒室每小時燃燒矿石

10.7 公斤(兩個燃燒室每天共燃矿石約 514 公斤)。

經過一定時間即應出渣一次，爐渣是紅褐色的顆粒狀物質，其主要成分是  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  並含有 1.5~2% 的硫。

除塵室由耐火磚砌成，其面積是 100 厘米×100 厘米，高 200 厘米，其中砌有磚牆兩道(圖 3)使爐氣不能直接由爐氣導管流出，因而使氣體的流速減小，塵末沉降，以免這些雜質(其中可能含有鐵的氧化物和硫化物、鈣、銅、鉛和其他金屬的硫酸鹽、二氧化矽、氧化鋁、砷的化合物等)帶入所制得的硫酸內，影响質量；並且堵塞管道致使整個系統工作紊亂。

除塵室的下方有出塵口一個，平時用青磚堵塞，塗以粘土。經一定時間將磚扒開並用小耙將塵末取出。

出氣口面積是 25 厘米×25 厘米，一端和爐氣導管相連。

## (2) 爐氣導管

由青磚砌成，內部塗有耐酸膩子(石粉、滑石粉和石棉粉按 3:1:1 的比例混和均勻，用適量的硅酸鈉調成泥狀)，也採用蛇形管道(圖 4)以增加除塵的效果。

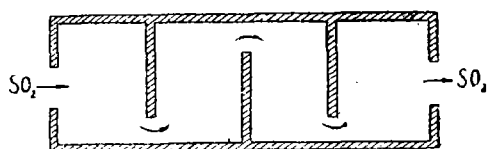


圖 4 爐氣導管

• 導管壁的上方開有小孔一個，以便補充空氣。(此孔不必堵塞，因第六塔後有抽風裝置，此處是負壓。)同時又可由此提取爐氣以檢驗其中含  $\text{SO}_2$  量。(提取爐氣時、停止抽風。)

導管下側開有出塵口一個，平時用青磚堵塞，外部塗以粘土，經一定時間將磚扒開出塵。

## (3) 酸 塔

共設酸塔七個，前四塔為第一、第二生成塔，第五塔為氧化塔，第六塔為第一吸收塔，第七塔為第二吸收塔。

七個酸塔作用雖不相同，但構造基本上是相同的，各由七節 18 吋缸管和一個豆腐缸組成的(圖 5)。最上節缸管上放有淋酸盆，各節缸管之間先用浸透硅酸鈉的石棉繩嵌好，再塗以耐酸膩子，以防漏氣。最下節缸管放在豆腐缸內，承以耐酸磚以減小缸管對豆腐缸的壓強。

每塔內徑 45 厘米(18 吋)，高 320 厘米，除第五塔外，塔內都填充焦炭，約佔全塔容積的 2/3。豆腐缸和最下一節缸管里是空的，以便減小氣體的流速並使溫度均衡。最上節缸管里也是空的。

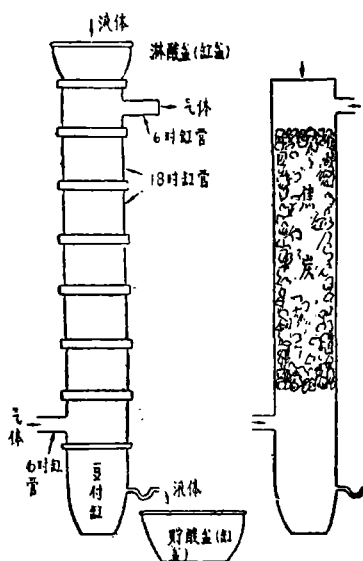


圖 5 酸塔

管的側方應鑿一圓孔以連接 6 吋缸管做為入氣或出氣之用。

鑿孔時應小心謹慎，最好在缸管壁上用粉笔画一个与应连接的缸管外径相同的圆形，先用石匠用的“冲子”将圆周上的釉子冲掉，然后在圆心处鑿穿一小洞，再逐渐将小洞扩大到所需要的圆周。冲子和缸管应有  $45\sim 60^\circ$  的角度、如垂直时，易将缸管冲裂。

6 吋缸管和所鑿之孔的连接处，也嵌以石棉繩塗以耐酸腻子。

豆腐缸的下部也鑿一小孔，接一 U 型玻璃管，制得的硫酸式或含硝硫酸即由此不断流出，用另一缸盆承接备用。

第一塔应接近焚矿爐，溫度較高，易發生裂縫，故应紮以鉛絲，纏以石棉繩並塗以耐酸腻子。

第五塔是氧化塔，其中是空的，最上端沒有淋酸盆，用一个普通缸管扣在上面，最下端的豆腐缸沒有出酸口，塔內也沒有填充物。

第一塔，第三塔和第五塔前面的导气管的上方各鑿一小孔，以便补充空气。

第七塔前安裝抽風机一座。

#### (4) 淋酸盆

淋酸盆是普通厨房用的缸盆，在盆底鑿八个以上的小孔(圖 6)每孔接一  $1/2$  吋磁管(普通电料用)。由盆內底突出約  $5\sim 6$  厘米。每一磁管上罩一玻璃試管，將淋酸盆坐在塔頂缸管內。用石棉繩和耐酸腻子膩好。磁管的突出部分都要一样平，才能使流量平均。

每个淋酸盆在工作台上各配有一个貯酸盆(也是普通缸盆，但不鑿眼。)貯酸盆和淋酸盆之間用玻璃虹吸管相連，用玻璃截門控制酸的流量。

焦炭的直徑約為  $6\sim 8$  厘米，每層焦炭的空隙的总和不得小于导气管的横断面积。焦炭的作用是减小逆流过程中气体和液体的流速以增加接触的表面积，加速反应的进行。

根据該化工厂的建議，焦炭应尽可能地改用磁环。

最上一节缸管和最下一节缸管

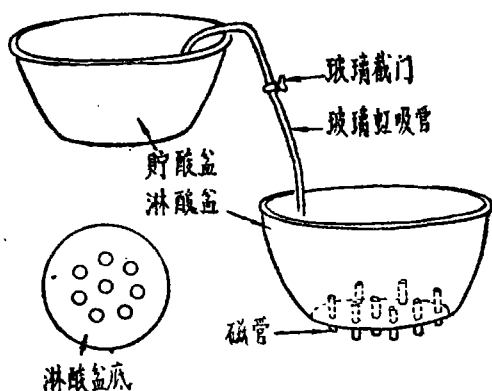


圖 6 淋酸盆

#### (5) 抽風机

在第六塔和第七塔之間，安一离心式抽風机，每小时排气量为 15 立方米。其作用是使前面六个塔和焚矿爐形成負压，有利于气体的向后流动，並能增加第七塔的气压，有利于  $N_2O_3$  的吸收。

#### (6) 沉淀冷却盆

第一塔出来的脱硝硫酸溫度較高(約  $90^\circ\text{C}$ )，不适于在第七塔用以吸收氮的氧化物(溫度应低于  $40^\circ\text{C}$ )。所以必須經過沉淀冷却，以降低溫度並濾出沉淀的雜質。其裝置如圖 7。

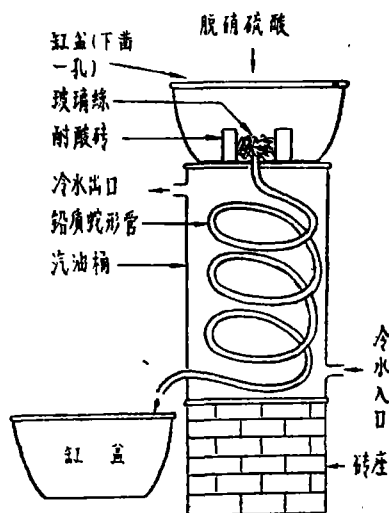


圖 7 沉淀冷却裝置

#### (7) 烟 囱

烟囱(圖 8)可用鉄皮打成圓桶狀，应尽量的高，以便將廢气送至高空而免影响周圍的生物，並能起一部分抽風作用。

烟囱下部筑一小烟灶，当烟囱內潮湿，烟上不去时，可將下部活磚取下，燃燒劈材，帮助烟的上升。活磚平时用粘土糊上。

## 三、生产前的准备

1. 配酸 因为吸收塔（第六塔和第七塔）需用 60°Bé 的浓硫酸以吸收  $N_2O_3$ ，所以正式生产开工前应先购入一部分浓硫酸稀释到 60°Bé 备用。投入生产后即可利用第一塔和第三塔流下来的脱硝硫酸或含硝量较小的硫酸。

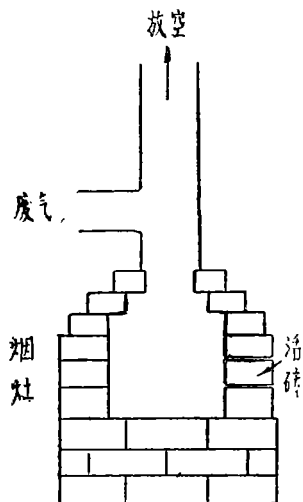


圖 8 烟灶

2. 烘爐 燃燒劈材，以文火烘燃燒室二日以上。

3. 溫塔 第一塔入氣口溫度達到 320~350°C 才開始噴淋混酸。

4. 檢查各塔的接縫是否正確和淋酸盆是否水平。

5. 檢查各塔上下的貯酸盆和流酸管是否合乎要求。

## 四、操 作

## (1) 焚 矿

黃鐵矿 ( $FeS_2$ ) 是硫酸生产的主要原料。矿石呈黄色或青灰色，具有金属光泽，在中药铺里叫做自然铜。比重约等于 5。纯  $FeS_2$  中含硫 53.46%，含铁 46.45%，但自然界中黄铁矿常含有各种不同的杂质，因而含硫量降低到 30~45%。杂质一般的是铜、锌、铅、砷、锑和硒的硫化物。

目前黄铁矿的来源较少，一般从东北或华中运来。北京市昌平区曾发现黄铁矿，含硫量相当高，但产量较少，运输不便。

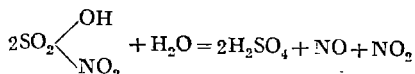
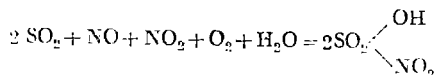
黄铁矿多半呈块状，但也有呈松散状或粉末状的，末矿不适用于这种块矿爐，因为易堵塞爐条，减少空气流入量，使硫磺燃烧不全，升华出来，影响产量。

在燃烧室中燃烧焦炭，等到焦炭烧红，耐火磚呈淡红色时，即堵塞出烟口，添入黄铁矿塊粒（6~8厘米）。

每个 80 厘米×80 厘米的燃烧室，每四小时入料一次，每次加入黄铁矿 20 公斤。

## (2) 气相运动

焚矿爐中所生成的  $SO_2$  由下方进入第一塔，入气口温度要求 320~350°C，塔内温度要求 180~200°C。从塔顶喷淋混酸（ $HNO_3$  89% 和  $H_2SO_4$  7%）和水。



开工时  $HNO_3$  的量应是正常生产时的三倍（如正常生产  $HNO_3$  流量是每分钟 100 毫升时，开工时则应为每分钟 300 毫升）。

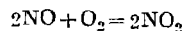
第一塔中  $SO_2$  的转化率一般为 40%，即爐气中含有  $SO_2$  7% 经过第一塔即有 2.8% 转化成  $H_2SO_4$ 。

第一塔里未經轉化的  $SO_2$  和塔里的  $NO$  和  $NO_2$  混合进入第二塔，补充混酸和水使  $SO_2$  繼續轉化。

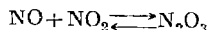
第一塔和第二塔在开工时噴入混酸，到正常生产不用混酸而淋入第六塔下来的含硝硫酸和定量的水並补充少量硝酸。补充的硝酸的量为硫酸成品的 2%。

第三塔和第四塔的作用和第一塔第二塔同，各塔的  $SO_2$  转化率都大约是 40%。

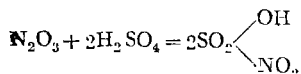
第四塔出来的气体，含  $SO_2$  很少，大部为氮气， $NO$  和  $NO_2$ ， $NO$  和  $NO_2$  的体积比大约是 3:1。混和气体由小体积的导管通入第五塔，体积骤然增大，流速减低，起缓冲的作用，塔前导管开有气孔通入空气。



經氧化后，有一部分  $NO$  轉化成  $NO_2$ ，使  $NO$  和  $NO_2$  的体积比轉成 1:1，因而易于生成  $N_2O_3$ 。



$N_2O_3$  在 40°C 以下易被濃硫酸吸收。



$N_2O_3$  在气态下，非常不稳定，几乎完全分解成  $NO$  和  $NO_2$ 。但在低温下则比单独的  $NO$  和  $NO_2$  更易溶于濃  $H_2SO_4$ ，並因  $N_2O_3$  的溶解使平衡强烈地向右移动，也就是有更多的  $NO$  和  $NO_2$  轉化成含硝硫酸。第六塔的吸收率是 90%，第七塔的吸收率是 75%。

由五塔流出的气体中一般含氮的氧化物约 3.9%，經第六塔吸收后剩下 0.4%，經第七塔再吸收了 0.3%（0.4%×75%），所以氮的氧化物几乎可以全部收回，只有 0.1% 左右放空。

## (3) 液相循环

甲、开始工作时：向第一塔里淋入正常消耗量 3 倍的  $HNO_3$  和 1/4 的水。

向第二塔里淋入正常消耗量 2 倍的  $HNO_3$  和 1/4 倍的水。

向第六塔和第七塔里淋入 60°Bé 的  $H_2SO_4$ ，自体或交叉循环，直到含硝量达到 6~7% 为止。

乙、正常生产时：第一塔下来的脱硝硫酸（60°Bé）由貯酸盆中用水舀入搪瓷鉄桶里（最好是用鉛桶）傾入沉淀冷却盆。过滤后，1/4 作为成品，装罐。3/4 仍留在搪瓷鉄桶，用滑車吊到工作台上，傾入連接第七塔的

淋酸盆的貯酸盆里,由上淋下。

第七塔下来的含硝硫酸,含硝量較低,吊到第六塔上淋下。

第六塔下来的含硝硫酸含硝量达 6~7%,一半吊到第一塔上,一半吊到第三塔上,因氮的氧化物在实际操作上略有損耗,所以应向第一塔和第三塔上端的貯酸盆中各补充相当于成品  $H_2SO_4$  量的 2% 的  $HNO_3$ 。

第三塔下来的硫酸,含硝量約 3~4%,与第七塔下来的含硝硫酸混和吊到第六塔上淋下。

第二塔和第四塔各为第一塔和第三塔的輔助塔,由上淋下含硝硫酸,下来后仍吊到本塔上淋下,自身循环直到流出液的含硝量降低到接近第一塔和第三塔要求时,吊到第一塔和第三塔上淋下,流程見前(圖 1)。

### 五、技术要求

1. 爐气中含  $SO_2$  量 5~7%, 越高越好。

2. 焚矿爐溫度要求  $500^{\circ}\sim 850^{\circ}C$ , 溫度不足时, 加强抽風, 使矿石剧烈燃燒; 溫度过高时, 用湿草帘擋住部分空气的由爐条进入爐膛。

3. 各塔溫度

第一塔入气  $320^{\circ}\sim 350^{\circ}C$

第二塔入气  $90^{\circ}\sim 100^{\circ}C$

第三塔和第四塔目前因四塔串連, 距离焚矿爐过远, 所以溫度不足, 最高只达到  $65^{\circ}C$  左右,  $SO_2$  的轉化率不好, 經化工联合厂研究后, 建議前四塔改成併連, 以提高生产率(圖 9)。

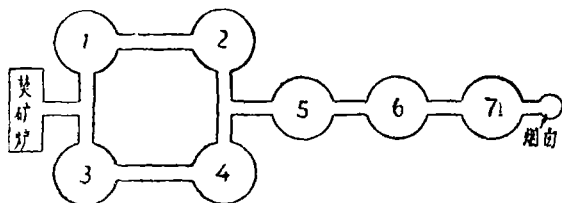


圖 9 前四塔併連的設計

第五塔塔溫  $70^{\circ}C$  以下

第六塔塔溫  $40^{\circ}C$  以下

第七塔塔溫  $30^{\circ}\sim 35^{\circ}C$  以下。

各塔的溫度利用酸液的流量来控制, 如溫度过高可开大玻璃截門加速流量, 如溫度不足, 可考虑减小流量或将塔身安裝保温设备如纏以草繩等。

4. 气相流速

各塔的气相流速約为 10 立方米每秒。

每天生产  $H_2SO_4$  一吨, 空气的补充量約为每小时 20 立方米。

5. 各塔酸液的流量

第一塔約为每分鐘 600 毫升。

第二塔約为每分鐘 550 毫升。

第三塔第四塔約为每分鐘 500 毫升。

第六塔約为每分鐘 1000 毫升。

第七塔約为每分鐘 450 毫升。

6. 生产塔的轉化率

第一塔至第四塔約为 40%。

7. 吸收塔的吸收率

第六塔 90%, 第七塔 75%。

### 六、設 計

1. 首先应考虑每天拟生产的  $H_2SO_4$  产量, 並据以設計各塔的高度。

酸塔的容积(除氧化塔外其他各塔容积的总和) 1 立方米能生产 18%  $H_2SO_4$  150~250 公斤。一般按 180 公斤計算, 生成塔的总容积应比吸收塔的总容积大  $3/4$ 。

如拟建每天生产  $H_2SO_4$  500 公斤的“七塔式”硫酸厂, 其計算如下:

設 酸塔的总容积应为  $x$ , 利用率为 80%,

則  $80\% \times x \times 180 = 500$

$$x = \frac{500}{0.8 \times 180} \approx 3.5 \text{ 立方米}$$

拟采用七塔式, 氧化塔除外,

$\therefore$  每塔的容积  $= 3.5 \div 6 \approx 0.6$  立方米

酸塔用 18 吋缸管組成。

即塔的直徑  $= 18 \times 2.54 \approx 50$  厘米

其半徑  $= 50 \div 2 = 25$  厘米

塔的横断面积  $= \pi r^2 = 3.1416 \times 25 \times 25 \approx 0.2$  平方米

$\therefore$  塔高应为  $0.6 \div 0.2 = 3$  米

实际量得七节缸管迭起共高 3.2 米

所以决定建七个塔, 每塔用七节 18 吋缸管。

2. 根据  $H_2SO_4$  产量計算黃鉄矿燃燒量。

每生产 78%  $H_2SO_4$  一公斤需燃燒含 S 量 35% 的黃鉄矿 1.2 公斤。

每日生产 500 公斤  $H_2SO_4$  应燃燒黃鉄矿 的重量为  $500 \times 1.2 = 600$  公斤。

3. 最后根据黃鉄矿的燃燒量設計爐膛面积

爐膛面积 1 平方呎每小时能燃燒矿石 1.5 公斤。

每日燃燒黃鉄矿 600 公斤, 則每个燃燒室应燃燒黃鉄矿 300 公斤。

每爐每小时应燃燒黃鉄矿  $300 \div 24 \approx 12$  公斤。

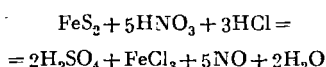
爐膛面积  $= 12 \div 1.5 = 8$  平方呎

爐膛为正方形的,  $\therefore$  爐膛每边約長  $\sqrt{8} \approx 2.7$  呎折成厘米即  $2.7 \times 30.48 \approx 80$  厘米。

### 七、檢 驗

1. 矿石含硫量的檢驗

取已知重量的黃鉄矿, 加水使之溶解。



这时可能有硫游离析出,如有,可加  $\text{KClO}_3$  使之继续氧化,同时难免有一部分  $\text{FeSO}_4$  生成,可加  $\text{NH}_4\text{OH}$  使  $\text{Fe}^{++}$  沉淀。

过滤,向滤液中加入过量的  $\text{BaCl}_2$  溶液,将  $\text{BaSO}_4$  沉淀在無灰滤纸上过滤,用水洗涤沉淀,直到滤液中不含  $\text{Cl}^-$  为止(用  $\text{AgNO}_3$  溶液作试剂)。将沉淀连同滤纸一併取下放入,已知重量的坩埚内,在酒精灯上微微加热,使滤纸碳化,然后再放入高温爐中加强热到  $500\sim 1000^\circ\text{C}$ 。取出放在干燥器中冷却后称量,反复三次,取得恒量。

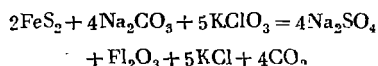
称量坩埚重量时,必須加高温並放在干燥器中冷却至少  $30\sim 40$  分鐘。含  $\text{BaSO}_4$  的坩埚的加热温度和冷却時間应与此相同。

在  $\text{BaSO}_4$  的重量中計算出 S 的重量,即可求得黄铁矿中含硫百分比。

另一方法是取一定量的黄铁矿放在已知重量坩埚中加高热到  $900^\circ\text{C}$ ,即逸出  $\text{SO}_2$ ,由損失的重量可求得含 S 量。但应注意剩余物中有  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,其中的氧来自空气,故应根据生成  $\text{SO}_2$  的量求出参加反应的  $\text{O}_2$  的量由剩余物总重中减去。

## 2. 矿渣中含硫量的檢驗

取 6 克  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、1 克  $\text{KClO}_3$  与 1 克矿渣(研細)混和,用小火微烘  $30\sim 35$  分鐘。



用水溶解、过滤、水洗、取滤液和洗液加  $4\sim 5$  毫升鹽酸和过量的  $\text{BaCl}_2$  溶液,由  $\text{BaSO}_4$  的量求含 S 量。

## 3. 爐气中含 $\text{SO}_2$ 量的檢驗

从第一塔前边爐气导管上端的气孔中,接連玻璃管,經玻璃截門通入含已知量碘溶液(如  $0.1\text{N}$  碘溶液 10 毫升)的洗气瓶中(圖 10),再通入插有溫度計的減压

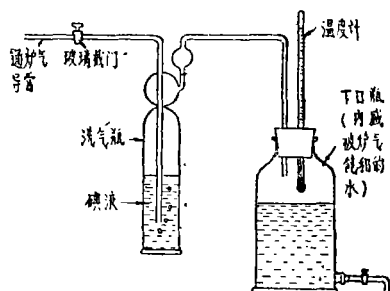
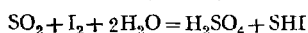


圖 10 檢驗爐气的裝置

水瓶(盛有預先被爐气飽和的水的下口瓶)中。暫時停止第六塔后的抽風,开放下口瓶下口的活塞,爐气即被抽入碘溶液中,直到碘溶液恰好褪色为止。



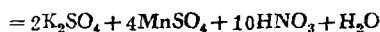
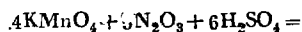
根据化学方程式計算与  $\text{I}_2$  作用的  $\text{SO}_2$  在标准情况下的体积,換算成現在的体积,加上通入減压水瓶中的气体(主要是  $\text{N}_2$ )的体积(也就是下口瓶中所流出来的水的体积),即得被檢驗的爐气的总体积,以之除  $\text{SO}_2$  的体积即得出爐气中含  $\text{SO}_2$  的百分比。

## 4. 各塔的流出液中含硝量( $\text{N}_2\text{O}_3$ )的檢驗

取各塔流出液放入滴定管中,將其滴入已知量的  $\text{KMnO}_4$  溶液(如  $0.1\text{N}$   $\text{KMnO}_4$  溶液 10 毫升稀釋到 150 毫升)中,到  $\text{KMnO}_4$  溶液恰好褪色为止。

## 北京化工联合厂年产 300 吨土法硫酸建設工程決算如下:

項 目	規 格	單位	數量	單 價	金 額	備 考
耐 火 磚	标准型	塊	1000	0.31	28.00	
耐 火 土		公斤	500		310.00	
青 磚	四 丁	塊	700	0.345	241.50	
缸 管	18"	节	42	18.50	777.00	
缸 管	6"		12	1.75	21.00	
缸 盆		个	20	7.29	145.80	
豆 腐 缸		个	7	9.55	66.85	
砂 磚		塊	120	0.40	48.00	
爐 条	2"生鉄	根	16		32.58	
爐 門	生 鉄	个	2		42.39	
閘 門	生 鉄	个	2			
鉛 絲	12 号	公斤	10		19.50	
石 粉		公斤	300		18.00	
石 棉 粉		公斤	200	0.22	44.00	
石 棉 繩		公斤	30		110.00	
硅 酸 鈉		公斤	300	0.17	51.00	
鉄 烟 筒	归	座	1		10.00	
膠 皮 板					5.00	
电 料					180.00	包括灯,开关
瓷管及弯头		个	110		6.60	
麻刀釘子		个			10.40	
木 盖		米	14		28.50	盖淋酸盆貯酸等
木 料			1		110.17	工作合用
木 板		塊	40		39.90	工作合用
玻 璃 管		个	60		16.00	
玻璃截門		个	10		17.00	
油 毡		捆	1		10.40	工作合用
篩 子		个	1		3.70	
白 灰		吨	1		32.00	
滑 車		个	1		1.50	
鋼 絲 繩		条	1		8.00	
抽 風 机		組	1		120.00	
瓦 木 工					300.60	
运 杂 費					240.00	
				合計	3194.97	



根据  $\text{KMnO}_4$  的量求出  $\text{N}_2\text{O}_3$  的量和流出液中含  $\text{N}_2\text{O}_3$  的百分比。

#### 5. 废气中含硝量的检验

最好能使用气体吸收器，但一般可观察烟囱冒烟的颜色来判断，正常烟色是淡黄色的，无色则含硝量不足，棕红色则含硝量过多。

#### 八、设备费用（表见上页）

在北京化工联合厂劳动十一天，不论在思想和业务上收获都很大，希望领导机关以后能多举办这种劳动实习。关于土法制硫酸的专业知识主要是根据北京化工联合厂于君逢技师的讲述和个人的观察与体会。由于水平所限，遗漏和错误的地方，请指正。

（北京教师进修学院理化教研室供稿）

## 土 法 制 氨 试 验 成 功

成建發 曲迺俊 倪世春 張保江

山西省化工研究所

以碳酸钠、煤粉为原料，用铁作接触剂进行氰化钠的试制工作，先后分别用煤末、木炭末作原料，用硷性氧化铁（ $\text{FeO}(\text{OH})$ ）氧化铁（ $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ）碳酸铁（ $\text{FeCO}_3$  用硷处理黑矾溶液得到）还原铁（ $\text{Fe}$ ）草酸亚铁（ $\text{FeC}_2\text{O}_4$ ）等为接触剂进行试验，在国庆节前已试验成功，转化率达 40%。硫酸氨纯度达 85.1%。用这种方法制设备简单到处可以容易推广和掌握。

**配料：**木炭末、硷末分别通过 60 筛，然后按木炭：硷：硫酸铁 = 1.1 : 1.0 : 0.66（或木炭：硷：草酸亚铁 = 1.2 : 1.0 : 1.0）混合均匀，掺水制成约 4 毫米的不规则立方体，放在烘箱内烘干后使用（也可在空气中凉干，只是凉干时间要长）。

**发生爐：**外用青砖砌成，内衬一层耐火砖和耐火泥，爐腔是橄欖型，高 1.7 米，上部直径 40 厘米，中部 80 厘米，底部 50 厘米。以陽泉塊炭作为燃料，底部用鼓风机鼓风，制造煤气时先用鼓风机吹风二十分钟得到的煤气可保持 1.5 至 2 小时，煤气成分曾在发生爐出口作测定，其成分如下：

酸性气体 5.30~17.60%（大部分为二氧化碳）。

氢气 0.45~1.75%

一氧化碳 0.60~10.05%

氮气 81.30~86.90%

**氮化爐：**氰化钠的生成是在氮化管中进行的，氮化管直径约 11~13 厘米，长 1.5~2 米的钢管。试验时把烘干后的原料加到氮化管的中部，管的两端放置焦炭进气部分的焦炭用以除掉煤气中的过剩氧，把氮化管横置加热爐中，底部用煤进行加热，加热爐为横臥式，长 1.3 米，宽约 60 厘米，高约 1 米的柱形爐，全爐用耐火砖砌成，爐篦用生铁条制成。

整个的氮化过程是先把加热爐升温至 1000~1100°C 通入煤气 2~2.5 小时，然后取下氮化管把两端用泥封住，放在露天中进行冷却，待管冷至常温把料取出，取样分析就可算得转化率。

**浸提：**把氮化后的物料放入 90°C 的水中进行水浸、分离，得到钠化合物的溶液（硫酸钠、氰化钠），把此溶液放在水解器中，周围用火爐鼓风加热，待器内压力达 15 个气压即可放出蒸气，此气体经冷凝器冷凝就得到了氨水，我們水解时得到氨水浓度最高已达 40 克/升。把氨水用硫酸中和，蒸发后就是成品——硫酸铵。

（山西省化工研究所供稿） 1958 年 10 月 9 日