

全民办化学工业参考资料

# 氯酸钾制造小型通用设计

## (年产175吨)

化学工业部化学工业设计院 编

化学工业出版社出版

全民办化学工业参考資料  
**羧酸鉀制造小型通用設計**  
(年產175吨)

化学工业部化学工业設計院 編

化学工业出版社出版 北京安定門外和平北路

北京市書刊出版业營業許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 新华书店发行

开本: 787×1092公厘<sup>1</sup>/<sub>16</sub> 1959年3月第1版

印张: 1 插頁: 6 1959年3月第1版第1次印刷

字数: 24 印数: 1—5000

定价: (10)0.24元 書号: 15063·0448

全民办化学工业参考资料

# 氯酸钾制造小型通用设计

(年产175吨)

化学工业部化学工业设计院 编

化学工业出版社

# 目 录

一、概述.....	3
二、流程叙述.....	3
三、車間組成.....	4
四、原材料的消耗定額.....	4
五、人員表.....	4
六、設備一覽表.....	5
七、因地制宜的說明.....	6
八、生产操作方法的說明.....	6
九、生产控制及分析方法.....	12
十、設備管道安裝說明.....	15
十一、劳动保护与安全措施.....	15
十二、电动发电機組安裝操作說明.....	15
十三、投資及成本估算.....	16

## 一、概 述

在全国大跃进的形势下，为了配合钢铁、农业元帅升帐需要大量的炸药（开采矿石和深翻土地用），而硝酸铵炸药的供应有限，故氯酸钾用作炸药已在很多地方推广。因此，氯酸钾遍地开花建厂的需要亦随之大大增加，为此，特编制本设计以应地方建设的需要。

1. 生产规模 年产氯酸钾175吨（折合100%氯酸钾）适合一个县建厂的规模。

2. 产品规格 氯酸钾成分：

氯酸钾	不小于	99.7%（以干燥物计）	水分	不大于	0.3%
氯化物	不大于	0.633%	碘酸盐	不大于	0.2%

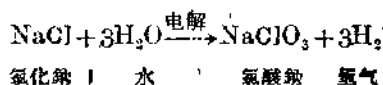
作为炸药用的氯酸钾颗粒细度只需通过60筛孔即可。但如作火柴，则必需另加粉碎，要求99%能通过120筛目。

3. 原材料规格 氯化钾成分：

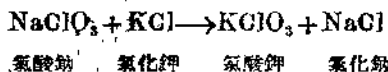
氯化钾	80%以上
氯化钠	7%以下

4. 主要生产方法 用食盐溶液直接电解得到含氯酸钠的电解液，将此电解液加入氯化钾经过复分解作用得到含氯酸钾的母液。然后再经过冷却结晶、干燥、粉碎，则得到白色粉状固体氯酸钾成品。

在电解过程中主要的化学反应如下：



在复分解过程中主要的化学反应如下：



5. 产品氯酸钾的性质和用途 氯酸钾系白色结晶，是一种极不稳定的物质，尤其是与有机物（如油、木屑等）混合后稍受冲击就极易爆炸，故氯酸钾与某些有机物如松香等混合后可用作炸药（但因氯酸钾不够稳定，使用时应加小心）。纯净的氯酸钾在高温加热时会放出氧，是一种强氧化剂，故可用作火柴。

6. 生产操作制度 每年操作350天，每天三班操作，本设计的生产流程是间断操作的。

7. 本设计只包括工艺生产车间的设计，公用系统（如变电所、供水站等）的设计不包括在内。

8. 本设计的依据是根据四川省长寿化工厂的实际生产数据。

## 二、流程叙述

将粗晶循环母液（初开工时用新配制的酸性食盐溶液）送到电解槽进行电解，至电解液中氯酸钠的浓度达到320克/立升以上时（本设计之电解槽一般需要十天左右的時間），将电解液放至电解液貯槽，用泵从此槽中将电解液送至复分解鍋，先加热至沸腾（即烧涨），在其中加入氯化钾，同时一面进行搅拌，使反应完全。然后加入盐酸以除去其中的溴，除完溴的电解液即放入一次结晶器中，进行自然冷却结晶。所得结晶用烧箕作的晶液分离器分离，分离出来的结晶送到粗晶溶解鍋并用二次结晶母液溶解，溶解后再放到二次结晶器中进行二次结晶。在前面分离出来的粗晶母液则再用泵

送到母液冷却器进行进一步的冷却结晶以降低母液中氯酸盐含量，然后再送至新电解槽使用。如电解槽使用不完时，则将一部分循环母液送蒸发锅进行蒸发（此时母液不要先除溴），蒸发所析出来的盐可用去配新盐水。蒸发完成液则用石灰乳、烧碱、纯碱及氯化钡以除去其中的硼、钙、镁、硫酸根等杂质。处理后的清液可作循环母液供电解槽使用。

二次结晶出来的结晶经分离后放在顺序五个洗涤器中用洗水逆流进行洗涤，洗涤干净的结晶用品液分离器分离，分离后的结晶即送到干燥室进行干燥，干燥好的结晶送至粉碎室用石磨碾碎，即可进行成品包装（包装用具用木箱内垫一层牛皮纸）。

分离出来的二次母液和洗水可用泵一同送至粗晶溶解锅以溶解粗晶用；也可加入到复分解锅中作添加液。如还有多余时可送到蒸发锅进行蒸发，待浓缩后再使用。

### 三、車間組成

整个氯酸钾生产过程可划分为两个工段：一为电解工段仅包括电解室厂房；一为复分解及成品包装工段，包括复分解、一次和二次结晶、蒸发、干燥、粉碎、包装等工序。

### 四、原材料的消耗定額

序号	名称	规格	单位	消耗量（以每吨100%KClO <sub>3</sub> 計算）	序号	名称	规格	单位	消耗量（以每吨100%KClO <sub>3</sub> 計算）
1	氯化钾	85%	吨	0.73	4	交流电		度	13.5
2	石墨电极		公斤	12	5	煤		吨	0.3
3	直流电		度	5600	6	水		吨	1.5

### 五、人員表

序号	操作岗位	三班人員				共計
		一班	二班	三班	替班	
	电 解 工	1	1	1	1	4
	电 解 槽 修 理 工		4			4
	复 分 解 工	2	2	2	1	7
	结 晶 洗 滌 工	2	2	2	1	7
	干 燥 工	1	1	1		
	粉 碎 工	1	1	1	1	10
	包 装 工	1	1	1		
	分 析 工		1			1
	总 計					33

注：生产管理人員另外考虑

## 六、設備一覽表

序 号	名 称	规 格	数 量	材 料	备 注
1	循环母液高位槽	直径1.2公尺, 高1公尺	2	瓦缸	
2	电解槽	电流500安培 外形尺寸 直径0.6公尺 高1公尺	80	铜、石墨、水泥	
3	电解液貯槽	方形地下槽 边长1.2公尺 深1.2公尺	2	混凝土	
4	送液泵	揚量 3 立方公尺/时 揚程10公尺,功率2.8仟瓦	1	陶瓷或鑄鉄	附电动机
5	复分解鍋	直径1.2公尺, 深0.45公尺	5	鑄鉄	
6	粗晶溶解鍋	同上	3	"	
7	蒸发鍋	同上	4	"	
8	一次結晶器	直径1.2公尺 高1公尺	18	瓦缸	
9	二次結晶器	同上	20	"	
10	循环母液冷却器	同上	10	"	
11	洗滌器	直径1公尺 高0.5公尺	5	"	
12	完成液冷却缸	直径1.2公尺 高1公尺	2	"	
13	母液处理缸	同上	2	"	
14	化盐槽	长2公尺, 地下槽 寬1公尺, 深1公尺	1	混凝土	
15	循环母液貯槽	方形地下槽 边长1.2公尺 深1.2公尺	2	"	
16	二次母液与洗水貯槽	同上	2	"	
17	干燥室(附干燥車4个)		1	磚砌,鋼板	
18	石磨	直径0.8公尺,半面厚約200公厘	1	硬青石	可用畜力、水力或风力作动力带动
19	磅秤	秤量100公斤	1		
20	安全水缸	直径1.2公尺 深1公尺	3	瓦缸	
21	备用缸	同上	8	"	
22	滤布架		2	布、木	用以过滤粗晶溶解液中污物
23	工具	木桶 鉄桶 有孔大鉄盆 长短柄鉄錘	16 2 10 10		其中一个內涂柏油瀝青加錘 酸时用
24	电动直流发电机組	Z-750型230伏 容量1.25仟瓦	1		
25	电器仪表		1		
26	成品貯缸	直径1.2公尺 高1公尺	1	瓦缸	
27	手动葫蘆(滑車)	吊重200公斤	1	木材	

## 七、因地制宜的說明

1. 本設計所采用的氯化鉀原料成分是参照井盐卤水所提取的氯化鉀而定的，因其純度低、含氯化鈉高，在生产过程中氯化鉀除补足損耗外尚有多余析出(可用于制氯酸鈉)，故如使用海水副产純度較高的氯化鉀时，則需另外补充氯化鈉的損耗，而杂质的处理則可简单些，如溴、鈣、鎂的处理時間可以延长，硼的处理可以完全省去。

2. 本設計所采用的气候条件是根据四川的情况而作的，其他地区使用时，冷却結晶的設備可相应的加以增减。

3. 如因整流設備规格不同，电解槽的数目則应随之增减(本設計电解槽电流負荷可用在300~500安培范围，如用在300安培左右时，可去掉中間四根电极)，其計算方法如下：

$$\text{电解槽数} = \frac{0.5 \times 10^6}{13.95 \times A}$$

式中：0.5——每日氯酸鉀产量，吨；

A——电解槽的負荷，安培。

4. 本設計采用的設備是以土为原则，但如有条件时，二次結晶的脫水和洗滌最好采用离心脫水机干燥室可装鼓风机粉碎用的石磨可用水力、风力甚至电力带动。如需要机械传动时，可以参考四川省长寿化工厂的传动装置。

5. 由于氯酸鈉的生产与氯酸鉀的生产过程类似，故本設計同时可用作氯酸鈉，此时只去掉复分解工序而将电解液直接拿去蒸发，然后再冷却結晶析出氯酸鈉即可。設備方面可将复分解鍋全用作蒸发鍋，故完全不需要新增加什么設備。

## 八、生产操作方法的說明

### (一)、电解工段

#### 1. 盐水的配制

1) 生产正常进行时，电解槽使用循环母液进行电解。但当初开工沒有循环母液供給时需要配制盐水，同时在平常中当母液内杂质含量过高需要新盐水补充时亦需要配制盐水。

2) 盐水的配制是首先在化盐槽内进行化盐，控制盐水浓度在300克/立升以上，或用比重計測量在1.19以上时方認為合格。

3) 化好了的清盐水用泵送至备用缸中貯放，然后在其中加入适量的盐酸和紅矾(即重鉻酸鈉)，使盐水酸度保持在0.015当量浓度左右，紅矾的含量为3~4克/立升。

需在盐水中加入的盐酸和紅矾量可由下式計算：

$$\text{应加酸量(公斤)} = \frac{\text{盐水量(立升)} \times [0.015 \pm \text{清盐水碱度}(N)] \times 1.15}{1000}$$

$$\text{应加紅矾量(公斤)} = \frac{\text{盐水容量(立升)} \times 2}{\text{紅矾純度}(\%) \times 1000}$$

注：N代表当量浓度。

4) 加入紅矾时需在外面先溶化再倒入槽中，并需同时进行搅拌，盐酸加入时亦需搅拌均匀。



5) 配制好的盐水用泵送到蒸发锅中预热至温度为  $40\sim 50^{\circ}\text{C}$  左右时, 再送入母液高位槽, 准备进行电解。

## 2. 电解槽的安装

1) 先将水泥槽盖放在安装桶上(安装桶系用废桶开孔或用木条铁条作成槽体模样, 用以观察电极是否装正), 然后先在槽盖上外圈间隔插入四只电极, 用铜片圈和螺栓固定, 调整好铜圈角度, 用小木片四块顶住铜圈支持于槽盖上, 小木片的高度需使电极底端距离槽底约50公厘为合适。

2) 继续插入电极直至装完, 用竹绒或石棉绒把电极与槽盖间的孔隙塞好, 使电极垂直。

3) 以熔化之硬柏油浇涂槽盖上并把电极封好, 铜圈与连接铜板接触处用砂布擦干净, 并涂上一层薄凡士林, 铜圈与电极接触处缝隙用桐油调炭粉敷上。

4) 装配好的电极, 即可用吊车吊至电解槽桶内使用, 槽桶边沿涂上一层橡皮使之与槽盖绝缘然后将槽盖盖上, 如此安装好的电解槽即可装注盐水, 盐水液面要求装到距槽顶边30公厘左右, 连接上氢气管, 放好加酸漏斗即可准备通电。

## 3. 电解槽的正常操作

1) 电解槽通电前后的工作: 通电前应检查各个电解槽盐水是否装满并合乎要求, 检查导电綫連結是否正确, 接头螺栓是否上紧、擦净。

通电后应检查导电綫各处有否短路或发火花。联结好氢气管, 用伏特計测定槽电压(正常情况为  $2.8\sim 3.0$  伏)。

2) 通电一天以后的电解槽, 每天需补充母液一次, 使槽内液面能保持距顶30公厘左右, 每一周补充两次固体盐, 每次  $1\sim 1.5$  公斤, (固体盐系用蒸发析出盐加入)。

3) 电解槽每隔1小时需加酸性淡盐水一次, 以保持电解液酸度pH值在  $6.3\sim 6.8$  之間, 中性淡盐水的浓度是含氯化鈉  $130\sim 180$  克/立升(用新制盐水或循环母液冲淡均可), 酸的浓度保持在  $0.5$  当量浓度左右, 往电解槽内加入酸性淡盐水的量按下面方法计算:

通电一天以后的电解槽加入盐酸量应约为  $0.025$  克当量, 以后在正常条件下, 即电解液 pH 值在  $6.3\sim 6.8$  之間时, 每天增加  $0.005$  克当量, 到电解槽放液的前一天, 酸性淡盐水加入量应约为  $0.075$  克当量, 具体每次加酸性淡盐水量计算公式如下:

$$\text{酸性淡盐水量(毫升)} = \frac{\text{当天应加入的純盐酸克当量数}}{\text{酸性淡盐水的当量浓度} \times 1000}$$

注: 盐酸的  $1$  个克当量浓度系指一立升盐酸溶液中含有  $36.5$  克氯化氢;  $1$  克当量的盐酸系等于  $36.5$  克。

如电解液酸度较大时, 加入的酸性淡盐水量可維持前一天的标准不变, 如电解液酸度不够时, 应約按规定多加入  $0.005$  克当量(按純盐酸計)。

电解液的酸度每天分組(电解槽按加放盐水的時間分成几組, 一般可把  $7\sim 8$  个电解槽分为一組)取混合样分析一次, 作为調整加酸量的依据。

4) 电解槽槽温每天測定一次, 保持电解槽温度在  $40\sim 60^{\circ}\text{C}$  之間(用槽体保温或开窗等方法調节)。

5) 当槽内电解液浓度氯化鈉含量高于  $320$  克/立升时(約需要电解  $10$  天左右的时间, 随电流大小变化有所增減), 即可放出电解液至电解液貯槽, 准备用泵送至复分解鍋进行复分解。

6) 全部电解过程中, 正常的操作指标为:

进入电解槽循环的母液浓度	NaCl	290克/立升
进入电解槽循环的紅矾含量		$3\sim 4$ 克/立升
进入电解槽的新制盐水浓度	NaCl	300克/立升

进入电解槽的新制盐水酸度  
 进入电解槽盐水或母液温度  
 槽电压  
 槽温  
 电解液维持酸度  
 放出液浓度

0.012 ~ 0.018 当量浓度  
 40 ~ 50 °C  
 2.8 ~ 3.5 伏  
 40 ~ 60 °C  
 pH值6.3 ~ 6.8 之间  
 NaClO<sub>2</sub> 320克/立升以上  
 NaCl 120 ~ 135克/立升

#### 4. 放液槽的操作

- 1) 检查吊车、闸刀开关及加放液管等工具是否准备齐全。
- 2) 将电缆闸刀开关两端铜板接头分别跨接于放液电解槽组相邻两组的阴阳极上。联结方法如左图：



- 3) 在接电缆闸刀开关前须把闸刀拉开，待两端均已和电解槽联结好后，再推上闸刀。
- 4) 将电解槽上的氢气管、玻璃漏斗移去，把隔离木板放在放液电解槽中间。
- 5) 用1½"的橡皮管把电解槽内电解液

用虹吸直接放入电解液贮槽中。

- 6) 放完一槽，即用吊钩滑轮将电解槽槽盖连同电极一起吊起(用吊板从槽中心孔插入吊起)，将电极上附着的结晶、油菌等物刷干净，并察看电极有无折断或过细者，以便检修。
- 7) 移开放液完毕的电解槽，如槽底有污品则将其移至污品储存槽(备用瓦缸)，将空槽抬到电解室外刮掉疏松里厚的锈膜，并用水冲洗，洗水贮存作他用。
- 8) 如电解槽内壁有铁锈还需用盐酸洗涤，再用碱性铬酸钠溶液洗涤，最后用清水洗净。
- 9) 放液电解槽移开后，将地面清扫干净，换上备用的已洗净的电解槽和磁瓷(绝缘子)，把空槽垫平。
- 10) 慢慢放下原来的槽盖和电极(如电极腐蚀已使槽电压超过4伏时，应安装新电极和槽盖)，细心装正后(防止石墨阳极与阴极接触)，移开吊钩滑轮。

- 11) 打开母液管活门，往槽中注入母液至离电解槽口边约50毫米时停止。
- 12) 联结好槽间的联结铜板，拉开闸刀开关，电解槽即开始新的循环操作。

#### 5. 事故处理与安全措施

- 1) 电解液自槽内溢出：应取出一部分电解液。
- 2) 电解槽漏了：小漏时可用石棉绒或其他封料堵住，大漏时用闸刀开关将漏了的电解槽断电，严重时应通知整流室停止供直流电。
- 3) 电解槽电压过高或过低：原因是：(1)电极过细；(2)电解液NaCl含量太少；(3)电极随槽桶短路；(4)槽壁锈膜太厚；(5)接触不良。  
处理办法是：(1)更换电极；(2)补充固体盐；(3)装正电极；(4)放液时刮掉一层锈膜；(5)检修接头处。

4) 发生爆炸燃烧：原因可能是漏电或氢气管堵塞或发生短路，或因室内有浸饱硝酸盐的木材干燥而自燃。处理办法是小声爆炸时，揭开槽顶中心盖子，检查氢气管堵塞；大声爆炸和燃烧时应立即用隔离板隔离发生事故的电解槽和用水灭火，事故严重时同时通知整流室停止供直流电。

### (二) 复分解和成品工段

本工段在开工和正常运转时可按下列操作程序进行操作：

## 一、复分解

1. 开工前检查管道是否畅通，各处阀门是否启闭恰当。
2. 检查送液泵是否灵活。
3. 在送液泵下端进水管灌好引水，打开电门送电解液至复分解锅。
4. 电解液送至复分解锅，使溶液装至距锅边5公分处即停止送液。
5. 电解液加好后随即点火加热，并加入需要的二次母液，继续加热至沸腾，开始加入KCl。
6. 根据化验分析的结果计算加入KCl量，其计算方法如下：

$$\text{应加KCl重量(公斤)} = \frac{74.55 \times \text{实际NaClO}_3(\text{克/磅}) \times \text{电解液容量(磅)}}{106.45 \times \text{KCl纯度} \times 1000}$$

7. 实际NaClO<sub>3</sub>量是根据分析结果扣除溶解的KClO<sub>3</sub>量

$$\text{应加入之二次母液容积(磅)} = \frac{\text{NaClO}_3 \text{浓度(克/磅)} \times 0.55 + \text{电解液放出NaCl浓度} - \text{拟配制母液含盐量}}{\frac{\text{盐量} \times \text{进入复分解锅之电解液容积} + \text{应加KCl总量} \times \text{KCl中含盐量}(\%) \times 1000}{\text{二次母液含盐量}}}$$

拟配制母液含盐量一般为280~290克/磅

式中：0.55——NaClO<sub>3</sub>转换为NaCl的系数。

开始时可以用此法计算加入量，但过一些时候即可根据经验得出经验值，如果原料和电解液成分符合本设计之要求，那么，加入二次母液量约为电解液体积的量即可。加入KCl时，应用铁铲在锅内不时搅拌，直到加新溶解为止，以防止在复分解锅内的结垢。

8. 氯化钾加完后随即加酸去溴，其过程如下：

(1) 将已称重的盐酸倒入加酸缸中，打开下面橡皮管上考克使酸流入复分解锅中，橡皮管必须伸入电解液中，至少为全部溶液高度的一半。

(2) 加盐酸时应不断搅拌。

(3) 直至冒出大量黄烟(溴气)时，即停止加盐酸，搅拌继续进行直至无黄烟为止(约半小时)。

(4) 除溴时有溴放出，因此锅上应装通风罩。

9. 搅拌停止后继续加热至沸腾才停止加热。

10. 把2吋橡皮管灌好母液或水(如灌水则在放料时应先把橡皮管内水放到地沟中，不要把水也放入结晶器)用虹吸的办法由复分解锅将清液放入一次结晶缸中。

11. 锅底混浊污渣，由人工取出单独存放等待处理，并用少量水洗滌复分解锅，洗液存在锅内。

## 二、粗结晶

1. 复分解锅放出的料液因温度很高，而一次结晶缸是冷的(特别是在冬天)很易爆裂，因此放料时不要使放料口固定的对着缸壁的某一部分，而在开始放料时要移动加料管使缸的各部分均匀受热，以后加料口对着溶液放即可，直至放满。

2. 放料完毕后进行自然冷却、结晶。在冷却过程中可间断的搅拌以帮助冷却和结晶。

3. 待缸内溶液降至室温即把结晶用有孔铁筛捞出放在烧箕上滤干，捞结晶时铁筛经过的地方放一铁盖子使母液流回缸中以免漏在地上。

4. 脱水后之粗结晶由人工送往粗晶溶解锅进行溶解，而母液由泵转入循环母液结晶器进一步冷却析出KClO<sub>3</sub>，后流入循环母液贮槽，由母液贮槽送往母液高位槽，再由高位槽流入电解槽供电解

用。

5. 母液在循环母液冷却器中，冷至比冷却水温高 $2\sim 3$ 度即可，冷却水温度越低越好，即母液经冷却后含 $KClO_3$ 越少越好。

6. 电解槽用不完的母液可送往蒸发锅进行蒸发，但此部分溶液在复分解之后不除溴即送往结晶。

### 三、粗晶溶解

1. 把合格的二次母液与洗水的混合液按需要量打入粗晶溶解锅。

2. 二次母液加好后即升火加热，并加入合格的粗结晶。

3. 加入粗结晶时用铁耙不停的搅拌，直到晶体化完为止，当溶液比重上升到1.23时，停止加粗结晶，此时溶液浓度已达到要求。

4. 把溶解锅上飘浮的渣子污泡子等捞出倒入缸中，集中处理。

5. 待溶液沸腾后(此时约 $107^{\circ}C$ )即停火加木盖，待其澄清，澄清时间约 $1\sim 1.5$ 小时。

6. 将澄清液用虹吸的办法放入二次结晶槽，锅底污液单独存放，并用少量水清洗溶解锅。

### 四、再结晶

1. 从溶解锅放出的母液经过布袋过滤器后进入二次结晶器，直至加满后进行自然冷却结晶。

2. 在冷却结晶过程间断进行搅拌。

3. 待料液冷至与当时室温很接近时，即把结晶用有孔大铁筛捞出，铁筛经过的地方应放一铁皮作的溜子以免母液漏在地上，放入洗滌缸中洗滌，洗滌的次序是：在第一个缸中洗完再捞到第二个洗滌缸去洗，依次一直到第五个洗滌缸。因为五个缸中洗水浓度依次递减，因此第五个缸中洗水最清，可把结晶洗净。当经过五次洗滌后再结晶所含 $NaCl$ 仍不能达到要求，则应换水一次，即把最浓的一缸水打到二次母液贮槽，然后稍冲洗(把此洗水倒入第二个缸)后，放入清水使第一个缸变成第五个缸，第二个变成了第一个(最浓)，依此类推循环洗滌，每缸洗水量与结晶的重量比是 $1:1$ ，即每一公斤结晶有1斤水。

4. 将洗好之结晶用有孔大铁筛捞到烧箕上滤干，铁筛经过的地方应放溜子。

5. 脱水后之结晶送去干燥，而二次母液或洗水(最浓的一缸洗水)自流入二次母液贮槽。

### 五、蒸发

1. 将欲蒸发之母液(或二次母液)打入蒸发锅至距锅边约5公分处。

2. 加热沸腾并随时在锅内搅拌以免结锅疤。

3. 在锅上置一木架上放烧箕待锅内有盐析出即随时用长柄有孔铁筛捞出倒入烧箕中。

4. 捞出的盐在烧箕上滤干水再用草袋包装貯放。

5. 蒸发完之母液放入完成液冷却缸中冷却使析出 $KClO_3$ ，把 $KClO_3$ 捞出放入粗结晶烧箕中，溶液再打回蒸发锅。

6. 当 $H_3BO_3$ 含量为12克/斤或 $SO_4^{2-}$ 含量为3克/斤时蒸发后之母液即送往母液处理缸进行处理。

### 六、母液处理

1. 处理硼酸：

(1) 把冷却缸之母液取样分析硼酸 $H_3BO_3$ 含量。

(2) 将已分析 $H_3BO_3$ 之母液打入蒸发锅并加入相当于母液量%的清水点火加热。

(3) 应加的石灰块称好放入备用缸中加入适当的清水使成石灰乳。

石灰加入量計算方法：

$$\text{应加石灰量(公斤)} = \frac{\text{母液容积(吨)} \times \text{H}_3\text{BO}_3(\text{克/吨}) \times 56.08}{\text{石灰純度}(\%) \times 123.64 \times 1000}$$

(4) 母液沸騰后加入石灰乳并不断搅拌，石灰乳加完后繼續搅拌約半小时停止加热，立即用橡皮管將溶液虹吸入母液处理缸中待其澄清，將鍋底脚渣挖出也放入处理缸中。

(5) 澄清液等待处理  $\text{Ca}^{++}$ 、 $\text{Mg}^{++}$ 。

(6) 把脚渣用清水洗三次然后把废渣扔掉，每次洗水一份脚渣三份清水即可，清液加入母液中。

2. 处理  $\text{Ca}^{++}$ 、 $\text{Mg}^{++}$ ：

(1) 由于处理  $\text{H}_3\text{BO}_3$  过程中还有大量的  $\text{OH}^-$ ，故  $\text{Mg}^{++}$  不另单独处理。

(2) 处理  $\text{Ca}^{++}$

① 將已处理  $\text{H}_3\text{BO}_3$  之澄清溶液取样分析  $\text{Ca}^{++}$  含量(同时可分析  $\text{SO}_4^{--}$ )。

② 將已分析  $\text{Ca}^{++}$  的母液用泵轉入蒸发鍋加热，但注意不要把处理  $\text{H}_3\text{BO}_3$  的脚渣及混浊液打入鍋中。

③ 加热至  $70 \sim 80^\circ\text{C}$ ，將已純碱加入鍋中同时开始搅拌。

$$\text{純碱加入量計算方法(公斤)} = \frac{106.08 \times \text{母液容积(吨)} \times \text{Ca}^{++}(\text{克/吨})}{40.08 \times \text{純碱純度}(\%) \times 1000}$$

④ 純碱加完繼續搅拌15分钟停止搅拌。立即用橡皮管用虹吸的办法放入，另一干淨的处理缸中，把鍋底脚渣用清水洗三次(洗水量为一份脚渣三份洗水)即可將废渣扔掉、清液加入母液中。

3. 处理  $\text{SO}_4^{--}$ ：

(1) 將已处理  $\text{Ca}^{++}$  的澄清液取样送車間化验室分析碱度并將清液轉入另一干淨处理缸中。

(2) 根据分析碱度計算应加入盐酸量，計算方法如下：

$$\text{应加盐酸量(公斤)} = \frac{\text{溶液容量(吨)} \times [0.025N + \text{溶液碱度}(N)] \times 1.15}{10}$$

(3) 盐酸加完后搅拌均匀，分析酸度是否够  $0.025N$ ，如不够則补加  $\text{HCl}$  至达到需要为止以減少紅矾損失。

(4) 根据分析  $\text{SO}_4^{--}$  含量的結果，計算应加  $\text{BaCl}_2$  量，計算方法如下：

$$\text{应加氯化鋇量(公斤)} = \frac{208.06 \times \text{溶液容积(吨)} \times \text{SO}_4^{--}(\text{克/吨})}{96.06 \times \text{氯化鋇純度}(\%) \times 1000}$$

(5) 应加的氯化鋇称好放入空缸中，用热水溶化后放入处理缸中，同时不停搅拌，氯化鋇溶液加完后繼續搅拌20分钟。

(6) 將清液打入复分解鍋作复分解用，但不要把脚渣和渾浊液打入鍋內，脚渣用清水洗三次即可把废渣扔掉，洗液轉入母液中(洗水量为脚渣的3倍)，处理过的各种废渣不得倒在树木下或花園內以免损坏花木，可倒入水沟冲走。

### 七、复分解和粗晶溶解鍋脚渣处理

1. 把复分解或粗晶溶解后鍋底脚渣分別取出放入备用瓦缸內冷却后将清液取出，剩下的晶体汚渣用清水淘洗几次，洗水澄清后作为二次母液用，污晶滤干水分可作为粗晶使用(循环多次后几乎全部为不溶性杂质則可扔掉)。

2. 淘洗的渣渣比重在1.04以下即可不必再淘洗。

### 八、干燥操作

(1) 把已滤干的二次结晶装入铝盘，每盘装湿晶约3公斤，放在干燥车内推入干燥室进行干燥，干燥室由炉灶直接火加热维持温度在110°C左右，在干燥过程中应将结晶翻动一次。

(2) 干燥至结晶含水0.08以下时(约需6小时)即可取出倒入成品贮缸中(物料在成品缸停留时间越短越好以免吸潮)，在倒出时用盘子顺便把结晶打碎(因干燥后往往结成大块)。

(3) 用木桶装后送往粉碎工序。

### 九、粉碎操作

(1) 把由干燥部分送来之结晶加到石磨上，用畜力带动研磨。

(2) 磨好的成品细度应相当于再制盐的细度，如磨出的颗粒太大则返回重磨。将细度合格的产品放入成品贮缸，然后装入纸袋外用木箱封好送往检验。

## 九、生产控制及分析方法

### 1. 电解液

每天分析一次从一组电解槽中取样混合后进行分析。

#### (1) 控制项目及控制指标

- ① 氯酸钠含量320克/蛭。
- ② 氯化钠含量120~135克/蛭。
- ③ 次氯酸及次氯酸钠1~1.5克/蛭。

#### (2) 分析方法

① 氯酸钠：用吸管吸取电解液5毫升放入100毫升量瓶中，加蒸馏水至刻度处摇匀，再吸出此稀溶液5毫升放入250毫升锥形瓶中，加0.1N的硫酸亚铁40毫升(硫酸亚铁液加入量常有变动系按照电解液NaClO<sub>2</sub>浓度加入约过量5毫升之亚铁液)，再取40毫升硫酸亚铁液于另一空瓶中，同时加热煮沸三分钟，冷却后用标准高锰酸钾液滴定至微现不变之浅红色为止。

$$\text{计算法: } \text{NaClO}_2(\text{克/蛭}) = \frac{(A-B) \times N_{\text{KMnO}_4} \times \frac{\text{NaClO}_2}{6000}}{\frac{5}{100} \times 5} \times 1000$$

式中：A——滴定纯亚铁液所用之KMnO<sub>4</sub>毫升数；

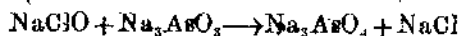
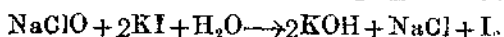
B——滴定含NaClO<sub>2</sub>样品所用KMnO<sub>4</sub>毫升数。

注：此处分析出之氯酸钠量还包括次氯酸盐及红矾量在内，应用时需减去。

② 氯化钠：吸取上项稀释好的溶液5毫升放入150毫升锥形瓶中加5% K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>指示剂10滴，用0.05N标准硝酸银溶液滴定至微呈不变之棕红色为止。

$$\text{计算法: } \text{NaCl}(\text{克/蛭}) = \frac{V_{\text{AgNO}_3}(\text{毫升}) \times N_{\text{AgNO}_3} \times \frac{\text{NaCl}}{1000}}{\frac{5}{100} \times 5} \times 1000$$

③ 次氯酸及次氯酸钠：吸取电解液5毫升放入100毫升烧杯中加水稀释成40毫升，用0.05N亚砷酸钠溶液滴定，以碘化钾淀粉试纸作外指示剂，时时以玻璃棒沾取此液接触于试纸上以试之，如所有之有效氯完全为亚砷酸还原而成氯化物时，试纸不显兰色此时为终点：



$$\text{計算法: } \text{ClO}^- (\text{克/噸}) = \frac{V_{\text{Na}_2\text{AsO}_3} (\text{毫升}) \times N_{\text{Na}_2\text{AsO}_3} \times \frac{\text{ClO}^-}{2000} \times 1000}{\text{样品毫升数}}$$

#### ④ 酸鹼度:

(i) 控制項目: 要求電解液酸度保持在pH值為6.3~6.8間。

(ii) 分析方法: 取電解液試樣先過濾使溶液清淨近於無色, 然後取二份分別置於二個燒杯內(注意放置時間不宜過長)在一個燒杯中加入甲基紅試劑數滴; 在另一燒杯中加入酚紅試劑數滴。如前一個燒杯中溶液變黃, 後一個燒杯中溶液變紅, 說明溶液酸鹼度在pH值6.3~6.8間合乎要求, 如兩杯均變為紅色時說明溶液酸度較高, 如兩杯溶液均變為黃色時說明溶液酸度不夠, 列表表示如下:

	甲基紅	酚紅
酸度適中	黃	紅
酸度過高	紅	紅
酸度不夠	黃	黃

以上分析方法由於電解液中有次氯酸根存在對試劑有漂白作用, 因而對測定準確性有些影響, 故如條件允許時最好用pH計測定, 比較準確。

## 2. 復分解液

每次復分解前分析一次。

### (1) 控制項目

- ① 氯酸鈉
- ② 氯化鈉

以控制加入的KCl量

### (2) 分析方法

將電解槽放出之電解液取樣一瓶, 置水槽中冷卻至室溫以下, 如有晶體析出則需過濾, 並記錄過濾時溶液之溫度, 用吸管吸取濾液5毫升放入100毫升量瓶中加蒸餾水至刻度處, 搖勻分析氯酸鈉、氯化鈉含量, 分析方法與電解液之分析相同。

## 3. 母液之分析

每天一次。

### (1) 控制項目與指標 進電解槽前分析。

- ① 氯化鈉: 含量大於290克/噸。
- ② 氯酸鹽(折成氯酸鈉)50~60克/噸。

### (2) 分析方法與電解液分析方法相同。

## 4. 二次母液分析

用以溶解粗晶時進行分析。

### (1) 控制項目與指標

- ① 氯化鈉: 此處氯化鈉含量應小於90克/噸。
- ② 氯酸鉀 不規定。
- ③ 溴酸鉀(除溴時可不分析) 2.5~4克/噸。

### (2) 分析方法

① 氯化鈉：吸取試樣 1 毫升放入 150 毫升錐形瓶中，用蒸餾水 5 毫升稀釋加鉻酸鉀指示劑 4 滴，用 0.05N 硝酸銀溶液滴定至微現不變之棕紅色為止。

$$\text{計算法} \quad \text{NaCl (克/份)} = \frac{V_{\text{AgNO}_3} (\text{毫升}) \times N_{\text{AgNO}_3} \times \frac{\text{NaCl}}{1000}}{\text{样品毫升数}} \times 1000$$

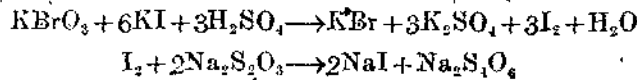
② 氯酸鉀：取試樣 5 毫升放入 100 毫升量瓶中加入蒸餾水至刻度處搖勻氯酸盐分析法与电解液同。

$$\text{計算法} \quad \text{KClO}_3 (\text{克/份}) = \frac{(A-B) \times N_{\text{KMnO}_4} \times \frac{\text{KClO}_3}{6000}}{\text{样品毫升数}} \times 1000$$

注：式中 A 与 B 的意义同前。

③ 溴酸鉀：用吸管吸取二次母液 1 毫升放入 100 毫升燒杯中用蒸餾水約 35 毫升稀釋加酒精數滴及 0.1N NaOH 數滴中和之煮沸 10 分鐘，逐滴加入 5% BaCl<sub>2</sub> 溶液 2 毫升，繼續攪動置溫暖處使鉻酸盐沉淀完全。過濾用蒸餾水洗滌沉淀，量取濾液及洗液準確稀釋至 100 毫升，冷卻至室溫加 10% 碘化鉀溶液 5 毫升，6N 盐酸 5 毫升及 3% 鉬酸鉍溶液 2 滴，即刻用 0.01N 硫代硫酸鈉溶液滴定至溶液藍色消失即達終點，溴酸盐含量折合为 KBrO<sub>3</sub> 按下式計算：

$$\text{KBrO}_3 (\text{克/份}) = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} (\text{毫升}) \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \frac{\text{KBrO}_3}{6000}}{\text{样品毫升数}} \times 1000$$



## 6. 再結晶分析

每天分析一次。

(1) 控制項目与指标

① 氯化鈉 小于 0.033%

② 溴酸盐 不大于 0.2%

(2) 分析方法

① 氯化物：称取試樣 10 克溶于热蒸餾水 200 毫升中，如溶液不清則須過濾，冷卻至 15~20°C 时加 1N 硝酸 1 毫升和 1% 亞硝基鉄氰化鈉溶液 2 毫升以 0.05N Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 溶液滴定至呈混濁，且振搖混合而不消失，同时用同量的蒸餾水、硝酸和亞硝基鉄氰化鈉作空白試驗，滴定至空白試液亦呈同样混濁为止，折合为氯化鈉之氯化物含量百分数，按下式計算：

$$\text{NaCl} (\%) = \frac{(V_1 - V_2) \times N_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2} \times \frac{\text{NaCl}}{1000}}{\text{試样重}} \times 100$$

式中：V<sub>1</sub>——滴定試驗液用去 0.05N Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 溶液之毫升数；

V<sub>2</sub>——空白試驗用去 0.05N Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 溶液之毫升数。

② 溴酸鉀分析方法同前。

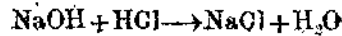
## 7. 酸性淡盐水之分析

每天分析一次。



(1) 控制項目与指标: 酸度0.5N HCl

(2) 分析方法: 用吸管吸取試样 1 毫升放入 150 毫升錐形瓶中用蒸餾水 10~15 毫升稀釋之, 加 5% 亚硝酸鈉液数滴 (0.5~1 毫升), 加甲基紅指示剂 4 滴, 以 0.1N NaOH 溶液滴定至黄色为止。



計算方法:

$$N_{\text{HCl}} = \frac{N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{HCl}} (\text{試样毫升数})}$$

## 十、設備管道安裝說明

1. 作冷却結晶用的大瓦缸安装时应將底部埋入地內少許使其容易固定。为了防止瓦缸突然爆裂, 应在瓦缸周围加竹箍或鉄箍, 以免晶液飞溅伤人。
2. 用以粉碎用的石磨, 在固定軸时应用熔融的明矾密封而不能用其他有机物质如松香粉等以免和氯酸鉀混合引起爆炸。
3. 由于本設計氯酸鉀生产过程中管道比較簡單, 故不另繪專門的管道安装图, 可根据流程图上所表示的管道安装。在安装固定的液体管道时, 最好能沿墙边和地面走, 尽量使管道不影响操作, 活門則安装在易于操作的地方。架空管道每 3 公尺左右应有管架托住或用鉄絲、繩吊于梁上固定, 沿地面走的管道每 3 公尺左右应有管托托住, 管托用砖或木块均可。
4. 活动管道在連接时应有鉄絲牢固的捆住, 以免由于液体的压力使接头松开。
5. 电解槽上的氢气管道由各个电解槽上面单独引出放空。
6. 無論固定或活动管道均需經常清洗以免阻塞。而为了保証产品质量, 二次結晶母液或洗水用的管道需和其他活动管道严格分开不能混用。

## 十一、劳动保护与安全措施

1. 氯酸鈉和氯酸鉀均是极不稳定、易燃和易爆炸的物质, 尤其是在与有机物质如油类、木屑、草屑等混合时更易燃烧爆炸。如在厂房內的木板、木屋架、操作服等時間长了以后因吸收的氯酸盐較多当干燥受热或受到摩擦时就会自燃, 因此, 对操作人員应加强这方面的安全教育, 絕對不允许在厂房內吸烟或使用明火尤其是在干燥、粉碎包装等工序操作, 更应特別注意不能使干燥的氯酸鉀与油类等接触(干燥室的温度不能超过 110°C), 以免发生爆炸危险。
2. 在电解室內, 操作人員应穿胶皮靴以避免触电危险。在拆修电解槽操作时最好能着橡皮围裙、戴綫手套及口罩。
3. 在輸送高温液体时, 因大部系采用活动胶管, 故操作时应小心注意以免烫伤。
4. 如操作人員身上衣服着火来不及脫掉时, 可使用室內外的安全水缸 (备用缸均可装满水作安全水缸用)。

## 十二、电动发电机組安裝操作說明

- 1) 安装 要求作到水平。用气泡水平仪測量, 作到两方向都在水平面上必要时用薄鉄皮墊在基座下面調整。中心要准确, 可用一根长綫悬挂三根鉛垂綫来对準軸心。安装质量高低对設備的操