

全民办化学工业参考資料

七塔式土法制造硫酸 小型設計

(年產80吨，日產240公斤)

化学工业设计院華中設計研究分院 編

化学工业出版社

全民办化学工业参考資料

七塔式土法制造硫酸 小型設計

(年产 80 吨, 日产 240 公斤)

化学工业設計院华中設計研究分院 編

化学工业出版社

目 录

前言	2
一、产品品种及规格	2
二、建厂条件	2
三、原材料供应要求	2
四、车间人员与操作班次、年工作日	2
五、生产流程说明	3
六、主要设备一览表	4
七、开工及正常操作	6
(1)烘爐及正常烧矿	6
(2)配酸	6
(3)开工流程	6
(4)正常流程	6
(5)主要操作指标	7
(6)造成故障的原因和处理办法	7
(7)停工顺序	8
(8)安全注意事项	9
八、车间分析控制	10
(1)塔式法硫酸车间分析操作主要控制点	10
(2)配酸浓度的计算方法	10
(3)比重的意义及单位换算表	10
(4)分析操作规程	11
(5)标准溶液配制方法	13
(6)附分析操作表	13
表1 SO ₂ 浓度(%)分析对照表	14
表2 含硝酸内含硝基对照表	16
表3 硫酸浓度与比重(克/厘米 ³)对照表	18
表4 硝酸的水溶液在各种温度下的比重	20
九、附录	21
(1)用土硝制取硝酸的簡要說明	21
(2)块矿爐操作時間表	22
十、施工說明	23
(1)爐子的施工	23
(2)塔的安装方法	24
(3)配管	25
(4)鼓风机	25
十一、建厂资料清单	26
十二、投資估算	28
附图:	
图8 七塔式土法硫酸生产鳥瞰图	28
图9 七塔式土法硫酸生产工艺流程图	29
图10 七塔式土法硫酸生产布置图	30
图11 块矿爐图	31
图12 块矿爐零件图	32
图13 块矿爐零件图	33
图14 制酸塔图	34
图15 鼓风机图	35
图16 鼓风机零件图	36
图17 手搖提酸器图	37

緒 言

化学工业基本产品之一——硫酸，它不仅是化学肥料的主要原料，又是冶金工业所必需，制造炸药，发展尖端科学，造纸、纺织等其它工业也需要大量硫酸，因此发展硫酸不仅是保证“元帅”，就是巩固国防，发展尖端科学和发展农业以及提高人民生活水平等都有重大意义。但在大跃进中，硫酸需用量很大。为了保证重点工业的建设，除建立必要的大型硫酸企业外，以较少的投资，极短的时间，在少用或不用金属设备和钢材来发展硫酸工业，满足国民经济各部门的需要，就显得十分重要。根据北京、洛阳、武汉等地年产80吨各硫酸试验田经验证明，这种土法硫酸厂不仅投资少设备简单，操作也简便易学，符合工、农、商、学、兵，全民办工业的要求，我们认为土法填充塔生产硫酸，具有遍地开花的条件。

一、产品品种及规格

本设计规模定为年产80吨硫酸(折合100% H_2SO_4)，待工人操作技术熟练后，产量尚可进一步提高，每天可能产酸800~1200公斤。产品浓度为76%。为了使设备简单、操作方便，因此对成品的含硝度、混浊度，以及含其他杂质等不作严格规定，一般由第一生成塔输出之成品酸含硝度可以控制在0.03~0.05% HNO_3 左右。

二、建厂条件

厂址应选择居民住宅区的下风，同时与水源电源较近，排水方便的地方。

生产硫酸的原料为硫铁矿，因此要求附近有硫铁矿供应。生产过程中所用“触媒”最好用硝酸，如果无法买到硝酸也可用土硝即硝酸钾，或硝酸铵等来代替。在当地或附近能制造陶器设备或能买到耐酸缸以及有耐火、耐酸材料的供应，具备上述条件即可办硫酸厂。

在施工期间，需要的施工人员为木匠、泥水匠。担任制作鼓风机、安装塔、砌炉子、操作台、搭台等工作。关于生产操作工人最好预先在附近硫酸车间进行一定时期学习与实习。要求生产操作工人能充分掌握硫酸、硝酸、二氧化硫、氧化氮的性质，以及安全操作规程。

三、原材料供应要求

1. 硫铁矿，要求含硫量在30%以上，制造一吨(100% H_2SO_4)硫酸，需要1184吨硫铁矿，因此每年用量为95吨硫铁矿左右(按30%含硫量计算)。

2. 硝酸或“土硝”

硝酸：制造每吨硫酸(100% H_2SO_4 计)大约要20~40公斤硝酸(100% HNO_3 计)则每年需要1600~3200公斤即1.6~3.2吨硝酸。

土硝：要求含硝酸钾在90%左右，制造每吨硫酸(100% H_2SO_4)大约要30~60公斤土硝，则每年需要2400~4800公斤即2.4~4.8吨土硝。

3. 冷却器用水量每小时为0.4立方公尺，每日用量为10立方公尺左右(按水温30°C考虑)。

四、车间人员与操作班次，年工作日

操作班次除碎矿之外，其余均为三班连续操作，每年工作日应当愈多愈好，尽量缩短检修时间，应当在300天以上。

車間人員表

工 种	班 次	班 数	一 班	二 班	三 班	小 計
碎矿工		1		1		1
罐子操作工		3	1	1	1	3
鼓风机工①		3	1	1	1	3
分析测定工		3	1	1	1	3
提酸配酸工		3	6	6	6	18
工 长		3	1	1	1	3
主 任		1		1		1
合 計			10	12	10	32
車間人員总数		32人				

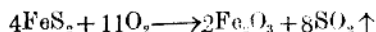
① 如鼓风机用电动机传动,可省去鼓风机工3人。

人員数量可根据工作的熟練以及輸酸采用电动等情况进行調整。

五、生产流程說明

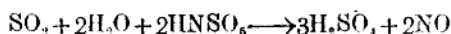
在介紹流程前,先把塔硫基本反应原理介紹一下。一般来講大致可分四个过程:

第一过程:硫铁矿在炉內燃烧生成 SO_2 气体,化学反应式如下:



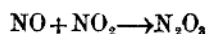
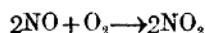
第二过程:由炉內导出高温 SO_2 炉气就进入生成塔,在生成塔塔頂淋洒含硝硫酸,这时 SO_2 遇含硝硫酸及水生成硫酸放出 NO 气体。

化学反应式如下:



要制造硫酸仅仅由上述二个反应就够了,但 NO 未被回收,这样就要补充大量硝酸,因此就要設法回收氧化氮降低硝酸消耗量。一氧化氮难溶于硫酸,而 N_2O_3 很容易被硫酸吸收。所以第三、四过程就是要回吸氧化氮气体过程。

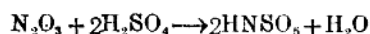
第三过程:一半的一氧化氮氧化成二氧化氮,再由未經氧化的一氧化氮与二氧化氮混合,变成三氧化二氮形成。



第四过程:

从氧化塔和旁路管出来的三氧化二氮;在吸收塔中被已脱硝却过的硫酸吸收。生成含硝硫酸,再供生成部分淋洒。

化学反应式如下:



流程介紹 运至工厂的硫块矿,可露天堆放,然后用人工将矿石打碎至25~40公厘左右,人工定时定量的加入块矿炉(1)焙烧,自块矿炉出来的炉气进入除尘室;(2)除尘降温,然后炉气以300~350°C进入第一生成塔;(3)自块矿炉出来的矿渣矿尘用人工运出。含6~7% SO_2 的炉气,进入第一生成塔(3),此塔主要作用为脱硝轉化,約有20% SO_2 在此塔轉化成硫酸,出第一生成塔

的气体依次通过第二生成塔(4)，第三生成塔(5)，到此 SO_2 已经很少(少于0.2%)，即绝大部分 SO_2 在第二生成塔和第三生成塔转化为硫酸，在 SO_2 转化为硫酸的同时，从淋洒于塔内的含硝硫酸中分解出一氧化氮气体，为了不致分解出来之一氧化氮气体损失，因此设法用硫酸来吸收，用硫酸吸收氧化氮气体的吸收速度以 $NO:NO_2=1:1$ 即以等分子混合物的状态为最快最完全，所以由第三生成塔出来气体中一氧化氮要将其中一半氧化成二氧化氮，此氧化作用就将气体通过一个中空的氧化塔(6)中进行，另外由第三生成塔到第一吸收塔有一旁路，目的是可调节出塔气体的氧化度，出氧化塔的一氧化氮气体就依次通过第一吸收塔(7)、第二吸收塔(8)、鼓风机(17)、第三吸收塔(9)，塔顶用生成塔已脱硝及冷却过的硫酸来吸收氧化氮气体，再生成含硝硫酸。由吸收塔流出之含硝硫酸再回到生成塔作为淋洒酸。吸收以后剩下的废气，其中含有微量的氧化氮，经过烟囱排入大气。

从块矿炉到烟囱的整个系统的气体运行是借助于鼓风机来克服系统的阻力，鼓风机最好用马达带动，无电地区可用人力和畜力带动。

由第一生成塔流出已脱硝硫酸经过冷却器冷却后，一部分流至成品缸(16)作为成品酸。其余送至第三吸收塔高位槽(21)，第三吸收塔流出酸至第三吸收塔循环缸(15)，一部分送至第三吸收塔高位槽与由第一生成塔送来酸混合，供淋洒第三吸收塔之用，一部分送至第一生成塔高位槽，供淋洒第一生成塔之用。

第二生成塔流出酸冷却后，送至第二、三生成塔循环缸与第三生成塔流出酸混合，一部送到第二、三生成塔高位槽，及第一生成塔高位槽，一部分送至第一、二吸收塔高位槽，供淋洒第一、二吸收塔之用。

第一吸收塔和第二吸收塔流出酸均流至第一、二吸收塔循环缸，氧化塔流出酸亦至此缸，酸混合后，全部送至二、三生成塔高位槽与由第二、三生成塔循环缸送来酸混合供淋洒第二、三生成塔之用。

生成硫酸所需要的水，由水高位槽(23)利用玻璃虹吸管分别加入第一生成塔，第二生成塔，第三生成塔内。

补充系统氧化氮损失所需硝酸由硝酸高位槽(22)利用玻璃考克控制，分别加入第一生成塔和第三生成塔内。

六、主要设备一览表

序号	设备名称	规格	单位	数量	材料	备 注
1	块矿爐	外形尺寸：长×宽×高为3495×1970×2610(公厘)内分四个燃烧室，每个爐床面积为500×500(公厘)=0.25平方公尺	座	1	青 磚 紅 磚	青磚也可用紅磚代替，紅磚耐火度要在1000℃左右，如有耐火磚更好
2	除尘室	块矿爐外形尺寸已将除尘室包括在内	座	1	青 磚	
3	第一生成塔	塔内径400公厘，高4.5公尺，用陶瓷缸管迭成，内放填料	台	1	陶 瓷	填料以35公厘陶环最好，直径×高×厚35×35×5(公厘)。若无法买到可用焦炭代替
4	第二生成塔	塔内径500公厘，高4.5公尺，用陶瓷缸管迭成，内放填料	台	1	同 上	

續表

序号	設 备 名 称	規 格	单 位	数 量	材 料	备 注
5	第三生成塔	同第二生成塔	台	1	陶 瓷	填料以35公厘陶环最好, 直径×高×厚35×35×5(公厘)。若无法买到可用焦炭代替
6	氧化塔	塔径500公厘, 高4公尺, 用陶瓷缸管迭成	台	1	同 上	
7	第一吸收塔	同第二生成塔	台	1	同 上	
8	第二吸收塔	同第二生成塔	台	1	同 上	
9	第三吸收塔	同第二生成塔	台	1	同 上	
10	第一生成塔冷却器	同大陶瓷缸套小陶瓷作成大缸规格直径400×450, 小缸规格直径300×350	套	9	陶 缸	
11	第二生成塔冷却器	同 上	套	12	陶 缸	
12	第一生成塔循环缸	直径500公厘, 高500公厘陶瓷缸	个	1	同 上	
13	第二、三生成塔循环缸	直径800公厘, 高800公厘陶瓷缸	个	1	同 上	
14	第一、二吸收塔循环缸	同 上	个	1	同 上	
15	第三吸收塔循环缸	直径500公厘, 高500公厘陶瓷缸	个	1	陶 缸	
16	成品缸	直径600公厘, 高800公厘陶瓷缸	个	1	同 上	
17	鼓风机	木制, 风叶及内部涂生漆可用电力、人力带动	台	2	木材生漆	备品一台
18	第一生成塔高位槽	直径500公厘, 高500公厘陶瓷缸	台	1	陶 缸	
19	第二、三生成塔高位槽	直径500公厘, 高500公厘陶瓷缸	台	1	陶 缸	
20	第一、二吸收塔高位槽	同 上	台	1	“	
21	第三吸收塔高位槽	同 上	台	1	“	
22	硝酸高位槽	5 立升缸口瓶底部疏出带有玻璃考克	个	2	“	
23	清水高位槽	直径500公厘, 高500公厘陶瓷缸	台	1	“	
24	手摇摇酸器	900×1100×200	台	1	木 制	流程图未编号

七、开工及正常操作

开工前必备物品：

浓硫酸(98% H_2SO_4 ，或者93% H_2SO_4) 2 吨

浓硝酸 0.5 吨

硫铁矿 5 吨

分析试剂：0.1 当量碘液

1000 毫升

0.1 当量高锰酸钾溶液

1000 毫升

饱和醋酸鈉溶液

500 毫升

淀粉制成的薄浆糊液

1 小瓶

(1) **烘爐及正常燒礦** 爐子剛剛好時，很潮濕，必須預先烘乾大約烘爐時間需要三天至五天，把打碎至25~40公厘的磚塊鋪在爐床上，高度約100公厘左右，再加木柴燃燒烘烤，使爐溫慢慢地上升，最後加焦炭烘至四周爐壁發紅時，才加礦石，烘爐時進入第一生成塔氣道用蝶閥堵住使廢氣由氣道頂放空煙囪排出，此時在各塔淋酸自身循環，當自身循環一小時後開始投礦並開動鼓風機同時將煙道蝶閥打開，使爐氣通入塔內，同時堵塞氣道頂部的煙囪。

爐子正常操作：

1. 人工碎礦至25~40公厘按1、2、3、4號順序加礦，加礦量每次暫定為10公斤，每爐四小時加礦一次。

2. 加礦(此時風門全閉)歷時半小時風門打開歷時2小時半打通條耙平爐床(此時風門局部閉)半小時後轉爐條出爐渣(此時風門全閉)半小時後加礦(此時風門全閉)。

3. 爐內礦石高度，應維持在小爐門口以上，約400公厘左右，太高了即應搖爐耙出渣。

(2) **配酸** 开工前各塔高位槽約需配制一定浓度一定含硝的母酸供开工淋洒。因开工时所有各塔和炉都剛安裝好，塔內含有大量水分(特別是焦炭做填料時)淋洒酸必然會被稀釋，故开工配制母酸應較正常的循環酸浓度較高。生成塔配制浓度为80% H_2SO_4 与3% HNO_3 。吸收塔就可利用买来的浓酸淋洒，不必冲水稀釋。生成塔的配酸应在开工前二小时配制，以便利用配酸稀釋熱使酸溫提高有利于生成塔內二氧化硫的轉化反应。

配酸要按下述步骤，先在缸里放入所需的水量，將浓硫酸緩緩加入水中，并不断攪拌，待混合均匀后，再緩緩加入硝酸混合，如所加的是50%浓度的稀硝酸，則先加硝酸，再加浓硫酸，絕對不允许將水倒入浓硫酸中，配酸时要穿好戴好护身工具。

(3) **开工流程** 在爐氣尚未通入塔內以前一小時，各塔必須用酸淋洒，作自身循環。先將填充物潤濕，如果通氣後再淋酸，會使塔壁驟冷驟熱而導致塔壁的破裂，若循環酸浓度基本穩定而不再下降，這時把循環酸的浓度調到76%浓度。与2~3%硝酸。開動鼓風機，向塔內通入爐氣，再繼續自身循環。并在第一生成塔繼續加硝酸，當出塔酸浓度上升高到80°C以上時，冷却器可開始放冷却水，約再6~8小時後第一、二吸收塔流出酸含硝漸漸提高達1% HNO_3 以上時就可改為正常循環。

(4) **正常流程** 正常流程可見“流程說明”一節。

正常操作時，氧化塔不需要經常調節，如果燒普通硫鐵礦開工時，可以不用氧化塔，如燒含碳硫鐵礦則應調節氧化塔，把尾氣調節成微黃色，表示二氧化氮有一點過量，但損失不大，如果尾氣中白煙滾滾，則說明氧化不足或含硝太低使反应後移。

見系統內酸增加可以在第一生成塔放酸并分析酸內含硝量在0.05%以下時裝坛。即為成品。

加硝酸在第二生成塔。如第二生成塔流出酸温度太低时，则应加在第一生成塔，加硝量以维持第二生成塔，流出酸含硝量符合指标为度。

见生成塔流出酸浓度提高，则可以从塔上加水，加水量以维持循环酸浓度在75~76% H_2SO_4 为准。

(5) 主要操作指标

指 标 名 称	第一生成塔	第二生成塔	第三生成塔	第一吸收塔	第二吸收塔	第三吸收塔
1. 淋洒酸量立方公尺/小时	0.08~0.1	0.12~0.15	0.12~0.15	0.12~0.15	0.12~0.15	0.08~0.1
2. 淋洒酸温度 $^{\circ}C$	60~70 $^{\circ}C$	60~70 $^{\circ}C$	60~70 $^{\circ}C$	40~45 $^{\circ}C$	40~45 $^{\circ}C$	40 $^{\circ}C$
3. 淋洒酸含硝量% HNO_3	0.5%	2~2.5	2~2.5	0.5~1	0.5~1	0.05%
4. 硫酸浓度% H_2SO_4	75~76	75~76	75~76	75~76	75~76	75~76
5. 入塔气体温度 $^{\circ}C$	300~350 $^{\circ}C$	—	—	—	—	—
6. 入塔气体二氧化硫浓度%(容积)	6~7%	—	—	—	—	—
7. 冷却水温度 $^{\circ}C$	30 $^{\circ}C$ 以下	30 $^{\circ}C$ 以下	—	—	—	—

(6) 造成故障的原因和处理办法

1. 块矿炉：

① 矿层结块：由于炉温过高，使矿烧结成块(即炼炉)应该即刻打开炉门，把烧结矿打碎。如果是因为进入炉的空气过少炉气中二氧化硫浓度太高，炉温升高而发生烧结现象的话，那就可以把空气孔适当开大，亦可混入10~20%的矿渣于矿中一同加入炉中便能减少矿石烧结现象。

② 炉内燃烧不好，二氧化硫浓度很低，炉内呈暗红色，首先检查是否矿石品位不高，或是鼓风机转得太快，否则检查是否由于矿层太薄，或空气口开得太大，或炉条炉门不严密，而使空气进入太多，炉温过低，燃烧不旺，如果是这些原因可以关小空气孔，把炉门漏气处用泥土封闭。逐渐地增加矿量，暂时不出矿渣，提高矿层厚度。如发现矿烧不透，则可把没有烧透的矿渣回炉再烧。

③ 加料门冒烟(倒烟)，如果位于同一方向的二个炉子同时倒烟，而对方二个炉子不倒烟，则可能是受风的影响，应该关小倒烟的二个炉子的空气门，单独一个倒烟可能是这一个炉子落矿渣太多，矿层保持得太薄。应逐渐纠正之，如果四个炉子同时倒烟，则可能是鼓风机转速过慢，或鼓风机本身有毛病，或塔，气管有漏气现象。如果不是炉床过薄或空气开得过大，也不是鼓风机抽力不够。那么一定是塔内或气体通道有堵塞现象所致。

④ 硫磺升华现象：在炉门上，第一塔流出酸里(浮在酸面上)发现有硫磺存在，或引起塔的堵塞：主要原因是风门没有调节好。因为在加矿后，矿石没有达到一定的温度，不起反应，因此在这段时间内风门应该全闭，大约半小时后，矿石已热至500 $^{\circ}C$ 以上。具备了硫铁矿分解和燃烧条件。此时应将风门大开，如果到这时风门没有大开，由于氧气不足致使硫磺升华不能与氧反应生成 SO_2 ，这样当炉气温度降低时硫磺又会冷凝下来。特别是开工后，生产不正常，开开停停，这样硫磺升华一定难免，若是矿石含煤更为显著，应该及时调节风门使炉内燃烧良好。

⑤ 进塔炉气温度太低，如果不是因为燃烧不好二氧化硫浓度太低的话，则可以加强保温措施。

2. 塔

① 二氧化硫转化不好，尾气出现青白色烟，分析第三生成塔出口和尾气中二氧化硫浓度都很高，可检查下列情况进行处理。

1) 第一、二、三生成塔淋洒酸含硝度是不是降低了,如果是的,那应就在第一、二生成塔塔頂多加硝酸。

2) 內輪循环酸浓度是否过高,如果是的,則在二、三生成塔上增加加水量。

3) 第一、二、三生成塔淋洒酸温度是否过低,如果是,可以提高第二生成塔冷却器出口酸的温度。

4) 第一、二、三生成塔的淋洒酸量是否不够。是則加大。

5) 第一生成塔入口二氧化硫浓度是否过高。

6) 生成塔的分酸管是否有堵塞或分布不均現象。

② 塔流出酸浓度低于75%,甚至数天沒有加水,浓度也提不高。

1) 炉气中二氧化硫浓度太低,二氧化硫轉化不好。

2) 矿石中水分过多。

3) 循环酸中含硝不够,使二氧化硫轉化不良。

③ 成品酸含硝过高

1) 入塔炉气浓度、温度均低。

2) 第一生成塔淋洒酸温度过低,或酸量过大,或含硝量过高,或淋洒酸量在塔內分布不均匀。

④ 尾气冒黄烟:在正常状态,尾气仅略帶淡黃色,不正常的情况是尾气出現棕黃色,原因有以下二点:

1) 淋洒第一、二、三吸收塔的硫酸浓度太低,或温度太高,或淋洒量太少,或淋洒酸在塔內分布不均匀。

2) 由于二氧化硫在第一、二、三生成塔內轉化不完全,二氧化硫进入吸收塔,而引起吸收塔脫硝。处理办法除糾正各指标外应即大量在一、二塔加入硝酸,并調节氧化塔蝶閥,使气体少量經過氧化塔。

⑤ 开工过久塔內为酸泥堵塞,炉气抽不过来,矿炉向外倒烟,这时只能停車,用水循环清洗。

3. 鼓风机故障及处理:

(1) 轉动起来有杂音,軸轉动起来要振动,可能滾球軸承振动,可以把固定軸承的木板的螺栓扭紧一下或鼓风机安装不正,应进行校正。如无效,可能风叶腐蝕坏,要換下。

(2) 鼓风机的压力降低,塔及炉子又很严密,則可能是鼓风机外亮漏风或风叶已損坏。

(7) 停工順序

1. 短期停工:因故障或計劃停工在八小时至十二小时。

(1) 块矿炉在加矿石后用泥土封閉各炉門,維持炉温。

(2) 停工步骤:

1) 塔上停止加水停止加硝酸,要是計劃停工。在停工前数小时可停止向塔里加水。使循环酸浓度提高。

2) 停止鼓风机運轉。

3) 停止加矿,打开炉子放空烟囱,将气道蝶閥关闭。

4) 停止酸循环。

5) 停止冷却水。

2. 长期停工:

(1) 矿炉不必增矿。

(2) 炉气浓度渐低时，可将进入炉内的空气孔渐关，其他顺序同短期停工。

(8) 安全注意事项

硫酸生产过程中的二氧化硫，氧化氮气体(即从硝酸面上放出的黄烟)以及硫酸、硝酸、酸雾等对于人体皆有很大的危害，它能刺激人的皮肤以及呼吸器官，硫酸和硝酸有强烈的腐蚀性，强烈的吸水性，可以破坏有机物质，如木材、棉織品、皮肤，因此在硫酸車間操作的工人必須学习安全注意事项：

1. 一般防护：

(1) 除炉子操作崗位外，其它操作工在工作時間內必須穿上工作服戴防护眼鏡，戴橡皮手套，穿胶皮鞋及胶皮围裙，最好用玻璃布(聚氯乙稀薄膜)做褲筒和围裙的保护工作服。

(2) 保持現場整齐而清洁，如发现地面上有酸液时要洒上石灰，以中和它的酸性，酸缸旁和塔边应經常洒上石灰。

(3) 酸接触到皮肤时馬上用布揩去，再用水冲洗。然后涂上硼酸軟膏，酸液溅入眼睛时，馬上用大量清水冲洗。

(4) 衣服溅到酸时，可以用稀碱液涂上去把它中和，否則時間久了衣服会被烧破。

(5) 操作工要帶口罩，在含有二氧化硫的空气中呼吸时，口罩上洒些水使潮湿。

(6) 倘呼吸有毒气体，特别是氧化氮气体太多而感觉不舒服时須让患者到新鲜空气的地方呼吸，并靜臥数小时，情况严重者应送医疗站医疗。氧化氮中毒不是馬上会感觉到的，一般过了几小时后才感觉得出来，如呼吸了氧化氮气体应及早注意。

(7) 現場突然发现大量黄烟不要馬上接近，以免引起急性中毒。

(8) 工作現場必須經常备有石灰碱液，和能洗眼用的清水。

2. 安全操作规程：

第一、二、三生成塔上加水加硝酸时，要直接通入塔頂分酸盆的酸封鉢內，因为含硝硫酸遇到水，会放出氧化氮气体。高位槽上的虹吸管，要专人负责不准有断酸堵塞等現象。

普通浓硫酸是一种无色油状的液体，俗名硫强水，塔式法生产的硫酸，因为含有杂质所以带棕色。一般买来装硫酸的陶制酸坛，每个坛的容积約25公升，可盛浓硫酸90%的45公斤，6.5%的稀硫酸35公斤，76%的40公斤左右。硫酸坛的口內面带螺絲紋，另有一个带有螺紋的盖子。在封坛时把盖盖上旋紧后，外面再用水調熟石膏粉浆涂口，盖子上再盖上陶土鉢以防雨。为了运输方便，硫酸坛是放入木条箱內，每箱装一坛的或二坛的。坛与箱之間空隙用稻草或刨花等充填。

硫酸的腐蝕性很强，布、紙或木材遇到了硫酸很快就要破烂，硫酸的吸水性很强，它与空气接触能吸收空气中的水汽。硫酸的浓度会慢慢变稀。硫酸吸水的同时会放出大量热。若把水倒到硫酸里面，那就会局部地瞬間把液体加热到沸騰起来，这时会发生奔溅，所以要把硫酸稀释时，只能慢慢地将酸倒入水里，并加以搅拌。

石灰、碱都可以把硫酸的酸性中和，硫酸被中和时变成另一种沒有酸性硫酸盐，硫酸的腐蝕性也随着消失了，如硫酸洒在地面上，就应该洒些石灰上去把它中和，以免侵蝕地基。

硫酸能和許多金属发生化学作用，例如鋁、銅、鋅，鉄在稀硫酸中很快就会被腐蝕，硫酸浓度愈低时腐蝕愈快，并放出气泡，硫酸浓度在74%以上則普通鉄、鋼、尚能耐蝕，鉛能够耐浓度80%以下的硫酸，温度愈低腐蝕作用愈小。

一般的水泥是不耐硫酸与碱的，如与酸碱接触，水泥很快就破坏，一般的搪瓷器皿也是不能耐酸的。一般陶瓷制品都可以耐酸，但必須抹有耐酸釉。硫酸在常温时对一般玻璃没有什么腐蝕，当

温度很高时则玻璃表面会腐蚀成白膜而不透明。一般橡胶制品只能耐温度低的浓度低的硫酸。浓度高温度高的硫酸会使橡胶失去防腐能力。国产的生漆(大漆)是一种很好的耐酸涂料,生漆1份(重量)石英粉或瓷粉(200目)2.5份(重量),调成胶泥可作为耐酸胶泥使用,既能防水又能防酸。使用前要在接缝处先涂一层生漆1份(重量)、石英粉或瓷粉1份(重量)的混合物打底。

硝酸,俗名硝强水,是无色的液体,如果有二氧化氮气体溶解在其中,则带黄棕色的,一般市售的浓硝酸,浓度是98%。稀硝酸的浓度为50%,硝酸的腐蚀性比硫酸强,铝制器皿能耐浓硝酸。不锈钢能耐稀硝酸,但这些金属都不易买到。则用耐酸陶瓷或玻璃器皿也可。

浓硝酸有强烈的分解性,因此在酸坛取酸出来时必须带好防毒面具,再用虹吸管将硝酸从坛中引出。虹吸管的接头不能用胶皮管。取酸完毕,一定要将盖封严。

最好到玻璃厂订制一个带有考克的虹吸管。

八、車間分析控制

(1) 塔式法硫酸車間分析操作主要控制点

1. 炉气出口到第一生成塔进口的二氧化硫气体浓度分析和第三吸收塔出口二氧化硫气体分析,这样可以了解和控制生产系统二氧化硫转化情况,第一生成塔入口每小时测定一次,第三吸收塔出口每八小时测定一次。正常生产时第一生成塔入口二氧化硫浓度控制在6~7%、第三吸收塔出口为0.05%以下(6~7%的意思为:一百份气体体积中有6~7份是二氧化硫气体,其他为氧气,氮气、水汽),分析时间应在两次加矿时间的中间。

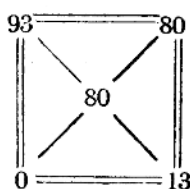
2. 第三生成塔出口气体每班分析二氧化硫一次,其目的是了解三个生成塔内二氧化硫转化的情况。分析方法与第一生成塔入口基本相同,不同的是除加入2毫升淀粉以外再加2毫升饱和硫酸铜溶液。

3. 第一、二、三生成塔,第一、二、三吸收塔流出酸的浓度、比重、含硝度,均每小时测定一次,其目的是控制硫酸的浓度和脱硝吸硝情况,以便掌握生产系统的操作,正常生产时酸的浓度应为75~76%,各塔和酸的含硝度,第一生成塔为0.05%硝酸。第二、三生成塔为0.5~1%硝酸第一、二吸收塔为2~2.5%硝酸,第三吸收塔为0.5%硝酸。

(2) 配酸浓度的计算方法

开工时买来的母酸一般是浓的,要用水配成80%的硫酸后才能淋洒生成塔。配酸浓度计算方法举例说明之:

93%硫酸200公斤,配成80%硫酸,可用矩形图解法求得:矩形中间的数即是要配成的80%硫酸,矩形左上角的数即是93%的硫酸,矩形左下角的数即是要加入水(因为水中无酸,所以为0),矩形左上角的数与中间数之差 $93-80=13$ 即是所需要的水量,矩形左下角的数与中间数之差 $80-0=80$ 即是所需要酸的量,由以上计算得知:80份,重量93%硫酸,需要13份重量的水才能配成80%硫酸。现有200公斤93%硫酸,需要加水量为:80:13=200:水



$$\text{水} = \frac{13 \times 200}{80} = 32.5 \text{ 公斤}$$

结果200公斤93%硫酸,加入32.5公斤水,即成80%之硫酸232.5公斤。

(3) 比重的意义及单位换算表

"比重"即是一体积的物质(如温度15°C的硫酸)与相同体积的蒸馏水(温度4°C)的重量相互比较

而得的数值,例:硫酸的比重为1.5时,即是硫酸为相同体积的蒸馏水重量的1.5倍。利用比重计测得硫酸的比重查表4即知硫酸的浓度。

单位换算表

1. 容量单位:

1公升=1公斤水的容积

1公升=1000毫升=0.001立方公尺。

2. 长度单位:

1公尺=3市尺

1公尺=100公分(厘米)

1公尺=1000公厘(毫米)

3. 重量单位:

1公斤=2市斤=1000克。

1吨=1000公斤

4. 符号说明

%: 百分率的表示,如3%即百分之三

°C: 摄氏温度计度数的表示法,例40°C即摄氏40度

(4) 分析操作规程

1. 二氧化硫之测定

1) 原理: 气体通入碘液中, 二氧化硫被碘氧化, 由碘液的消耗量推知二氧化硫含量, 反应方程式如下:



2) 仪器与试剂:

下口瓶 5 公升

温度计 100°C

量筒 500毫升

锥形瓶 500毫升

滴定管 50毫升

U形玻璃压力计

1/10当量碘液(分析一塔进口二氧化硫), 1/100 当量之碘液和饱和醋酸钠(分析尾气中二氧化硫)。

淀粉制成的薄浆糊液。

3) 操作手续:

(一) 按图装置, 检查仪器安装各部分均不得漏气, 将下口瓶内装定量清水, 使下口瓶上U形压力计的液面两端相等(即瓶内的压力与大气压相等)。

(二) 用滴定管取碘液10毫升(第一生成塔进口气体分析用1/10当量第三吸收塔出口用1/100当量之碘液)于500毫升锥形瓶中, 加蒸馏水稀释至1/2处, 再加2毫升淀粉指示剂, 摇动均匀。

(三) 将锥形瓶一端接于取样管, 另一端接于下口瓶上玻璃管。

(四) 打开二氧化硫入口活塞和下口瓶放水活塞。调节气体流速每秒2至3气泡, 并不断摇动锥形瓶。

(五) 当溶液刚转无色时, 关住放水活塞。

(六) 讀出量筒內排水體積及下口瓶內氣體溫度，根據這個數值由(表1)查出二氧化硫濃度。

(七) 儀器裝置：見圖1。

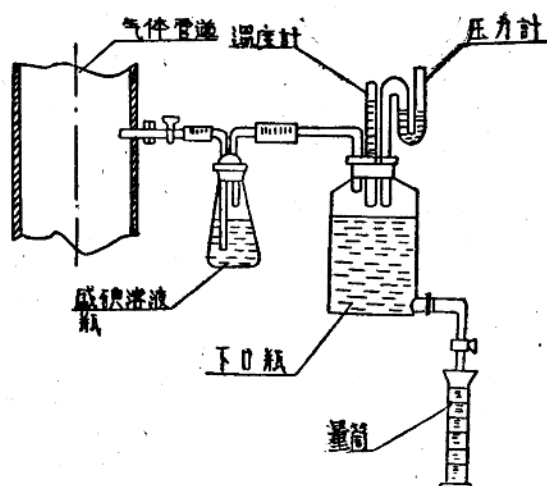
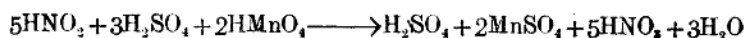


圖1 二氧化硫濃度測定裝置

2. 循环酸中硝酸含量測定：

1) 原理：硫酸中硝酸能被高錳酸鉀氧化，依高錳酸鉀的消耗量推知含硝量，反應方程式如下：



2) 儀器與試劑：

燒杯

滴定管

1/10當量高錳酸鉀溶液

錐形瓶 500毫升

3) 操作手續：

(一) 用滴定管加入25毫升1/10當量高錳酸鉀溶液于錐形瓶中。

(二) 將試樣酸裝入另一滴定管中。

(三) 于試樣酸所消耗的毫升數查表2得到酸的含硝量。

(四) 儀器裝置：見圖2。

3. 硫酸濃度測定(比重法)：

1) 儀器：比重計，溫度計。

量筒、燒杯。

2) 操作手續：

(一) 取試樣酸于燒杯中然後倒入量筒中。

(二) 測定比重及溫度，根據比重與溫度于表4查得硫酸的濃度。

3) 注意事項：

(一) 使用比重計時，首先拿住干淨的比重計上部，小心地放到量筒中間。

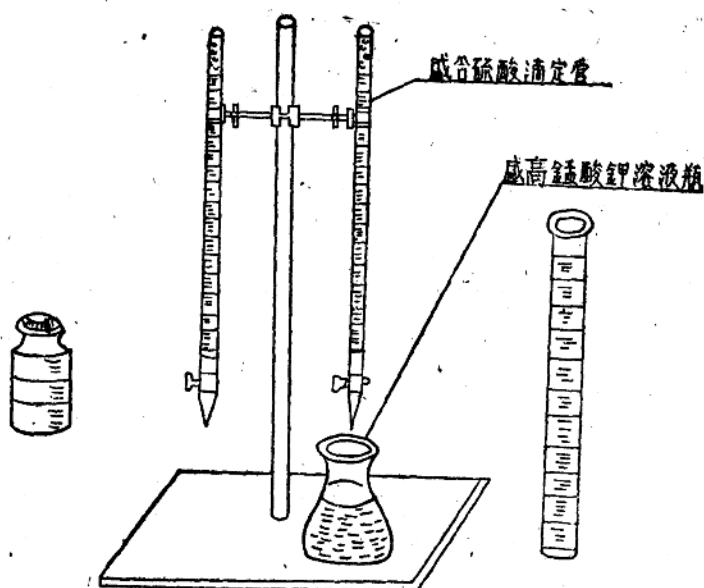


图2 仪器装置

- (二) 待比重計已稳定后, 进行讀数。
- (三) 讀数时比重計周围不能附有气泡, 比重計不能貼附容器旁。
- (四) 讀数时眼睛应位于弯月面的水平上, 按弯月面上緣进行讀数。
- (五) 比重和温度要同时測定。

(5) 标准溶液配制方法

1. 1/10当量碘液配制:

原子量为126.92, 一毫升1/10当量溶液含碘0.01269克。用天平称量 12.7克碘和25 克碘化鉀, 在50毫升蒸餾水中溶解, 然后在容量瓶中稀释到1 公升。注意碘片不能与鉄器接近。

2. 1/10当量高锰酸鉀溶液配制:

一毫升1/10当量高锰酸鉀溶液含高锰酸鉀0.00316克用天平称量3.2克溶解在1 公升热水中, 塞紧瓶塞, 放置二天后即可使用。

注意使用已配制好的高锰酸鉀溶液时慢慢倒出, 防止沉淀倒出。高锰酸鉀溶液必須放在暗瓶內(棕色瓶)。

3. 淀粉溶液配制:

1 克淀粉与少量冷水共同研磨, 并在不断搅拌的过程中倒入150毫升沸水中, 待冷却后即可使用。

4. 饱和醋酸鈉的配制:

在150毫升的热水中, 加入醋酸鈉使之溶解, 一直到加入的醋酸鈉不再溶解为止。冷却后即可使用。

每次配制之标准溶液不宜过多, 够一星期用即可。

(6) 附分析操作表

SO₂ 浓度(%) 分析对照表
(使用 10 毫升 0.1 当量碘液)

表 1

排水量 毫 升	温 度 °C						
	10	15	20	25	30	35	40
95	11.19	11.42	11.67	12.00	12.23	12.56	12.97
100	10.70	10.91	11.15	11.40	11.69	12.01	12.39
105	10.24	10.44	10.67	10.92	11.19	11.51	11.89
110	9.82	10.02	10.24	10.47	10.74	11.04	11.40
115	9.44	9.68	9.84	10.07	10.32	10.62	10.95
120	9.07	9.26	9.47	9.69	9.91	10.22	10.54
125	8.74	8.92	9.12	9.33	9.58	9.85	10.17
130	8.45	8.61	8.80	9.01	9.24	9.51	9.82
135	8.15	8.32	8.50	8.71	8.93	9.19	9.48
140	7.88	8.04	8.22	8.42	8.64	8.89	9.18
145	7.63	7.79	7.96	8.15	8.37	8.61	8.89
150	7.40	7.55	7.72	7.90	8.11	8.34	8.62
155	7.17	7.32	7.49	7.67	7.87	8.10	8.37
160	6.96	7.11	7.27	7.45	7.64	7.86	8.13
165	6.77	6.91	7.07	7.23	7.43	7.64	7.90
170	6.58	6.72	6.88	7.04	7.22	7.44	7.69
175	6.40	6.54	6.69	6.85	7.03	7.24	7.48
180	6.24	6.37	6.52	6.67	6.85	7.05	7.29
185	6.08	6.21	6.35	6.50	6.68	6.88	7.11
190	5.93	6.05	6.19	6.34	6.51	6.71	6.93
195	5.79	5.91	6.04	6.19	6.36	6.55	6.76
200	5.65	5.77	5.90	6.04	6.21	6.39	6.61
205	5.52	5.64	5.77	5.91	6.06	6.25	6.46
210	5.38	5.51	5.64	5.77	5.93	6.11	6.31
215	5.27	5.39	5.51	5.65	5.80	5.97	6.17
220	5.16	5.27	5.40	5.53	5.67	5.84	6.04
225	5.05	5.16	5.28	5.41	5.56	5.72	5.92
230	4.95	5.06	5.17	5.30	5.44	5.61	5.80
240	4.75	4.85	4.97	5.09	5.23	5.38	5.57
250	4.57	4.67	4.78	4.90	5.03	5.18	5.35
260	4.40	4.50	4.60	4.72	4.84	4.99	5.16
270	4.25	4.34	4.44	4.55	4.67	4.81	4.98
280	4.10	4.19	4.29	4.39	4.51	4.65	4.81
290	3.97	4.05	4.15	4.25	4.36	4.50	4.65

續表 1

排水量 毫升	温 度 °C						
	10	15	20	25	30	35	40
300	3.84	3.92	4.01	4.11	4.28	4.35	4.50
310	3.72	3.80	3.89	3.99	4.10	4.22	4.36
320	3.61	3.69	3.77	3.87	3.97	4.09	4.23
330	3.50	3.58	3.67	3.75	3.86	3.97	4.11
340	3.40	3.48	3.56	3.65	3.75	3.86	4.00
350	3.31	3.38	3.46	3.55	3.64	3.76	3.89
360	3.22	3.29	3.37	3.45	3.55	3.66	3.78
370	3.14	3.20	3.28	3.36	3.45	3.56	3.68
380	3.06	3.12	3.19	3.27	3.37	3.47	3.59
390	2.98	3.04	3.12	3.19	3.28	3.38	3.50
400	2.91	2.97	3.04	3.12	3.20	3.30	3.42
410	2.84	2.89	2.97	3.04	3.13	3.22	3.33
420	2.77	2.83	2.90	2.97	3.05	3.15	3.26
430	2.71	2.77	2.84	2.91	2.98	3.08	3.18
440	2.65	2.71	2.77	2.84	2.92	3.01	3.11
450	2.59	2.65	2.71	2.78	2.86	2.94	3.05
460	2.54	2.59	2.65	2.72	2.79	2.88	2.98
470	2.48	2.54	2.60	2.66	2.74	2.82	2.92
480	2.44	2.49	2.54	2.61	2.68	2.77	2.86
490	2.38	2.44	2.49	2.56	2.63	2.71	2.80
500	2.34	2.39	2.45	2.51	2.58	2.66	2.75
550	2.13	2.18	2.23	2.28	2.35	2.42	2.54
600	1.96	2.00	2.05	2.10	2.15	2.22	2.30
650	1.81	1.85	1.89	1.94	2.00	2.06	2.13
700	1.68	1.72	1.76	1.80	1.85	1.91	1.98
750	1.57	1.61	1.64	1.70	1.74	1.79	1.85
800	1.47	1.51	1.54	1.58	1.63	1.68	1.74
850	1.39	1.42	1.45	1.49	1.53	1.58	1.63
900	1.31	1.34	1.37	1.41	1.45	1.49	1.54
950	1.24	1.27	1.30	1.34	1.37	1.42	1.50
1000	1.18	1.21	1.24	1.27	1.31	1.35	1.39

注: (1) 1/10 規定濃溶液 1 毫升相當 1.095 毫升二氧化碳 10 毫升相當 10.95 毫升二氧化碳。

$$\text{二氧化碳濃度} = \frac{10 \times 1.095}{10 \times 1.095 + Vt} \times 100$$

Vt……排出水的毫升數(代表不含二氧化碳的氣體體積)

t……氣體溫度°C。

上表之數據是根據此式計算之結果。