

综合利用

(制 药)

上海市城市建设局革委会三废组 编

上海科学技术情报研究所

综 合 利 用

(制 药)

上海市城市建设局革委会三废组编

*

上海科学技术情报研究所出版

新华书店上海发行所发行

上海东方红印刷厂印刷

*

1971 年 10 月出版

代号: 1634031 定价: 0.08 元

(只限国内发行)

毛主席语录

人民群众有无限的创造力。他们可以组织起来，向一切可以发挥自己力量的地方和部门进军，向生产的深度和广度进军，替自己创造日益增多的福利事业。

抓革命，促生产，促工作，促战备。

备战，备荒，为人民。

“互通情报”。

目 录

前 言	1
(1) 磺胺脒废水回收硝酸钠	2
(2) 含钾废水提取氯化钾、磺胺	4
(3) 工业废水中提取溴素	5
(4) 六六六无效体制利尿酸	9
(5) 利用血防药副产制新农药 ——“056”乳剂	11
(6) 高效点波填料冷却装置	13

前 言

春风杨柳万千条，六亿神州尽舜尧。上海工交战线的广大职工，遵照毛主席“人民群众有无限的创造力。他们可以组织起来，向一切可以发挥自己力量的地方和部门进军，向生产的深度和广度进军，替自己创造日益增多的福利事业”的教导，狠批叛徒、内奸、工贼刘少奇推行的“利润挂帅”、“洋奴哲学”、“爬行主义”、“三废难免”、“得不偿失”、“只管生产，不搞工业‘三废’综合利用”的反革命修正主义路线。进一步认识到搞不搞“三废”综合利用是执行什么路线的大问题。他们坚决执行伟大领袖毛主席“鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义”总路线的伟大方针，发扬“一不怕苦，二不怕死”的革命精神，大搞“三废”综合利用。几年来，为社会主义建设提供了大量物资，减轻了“三废”的危害。这是毛主席革命路线的伟大胜利。

现选择1970年在上海技术革新展览会综合利用馆展出的部分综合利用项目，汇编成化工、冶金、医药、染料、纺织等五个专辑，以便“互通情报”，进一步推动综合利用工作的开展。

因我们水平有限，错误缺点一定不少，请广大革命同志予以批评指正。

上海市城市建设局三废组

1971年11月

磺胺脒废水回收硝酸钠

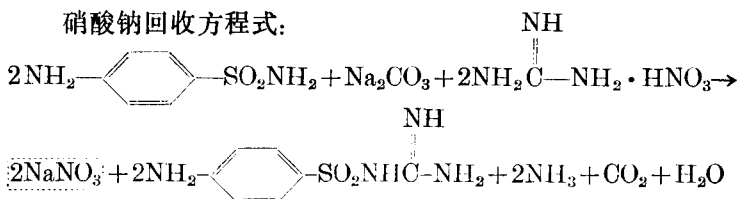
上海第十五制药厂

硝酸钠是玻璃、搪瓷工业的重要原料，需要量很大，但目前上海只能满足 40%。

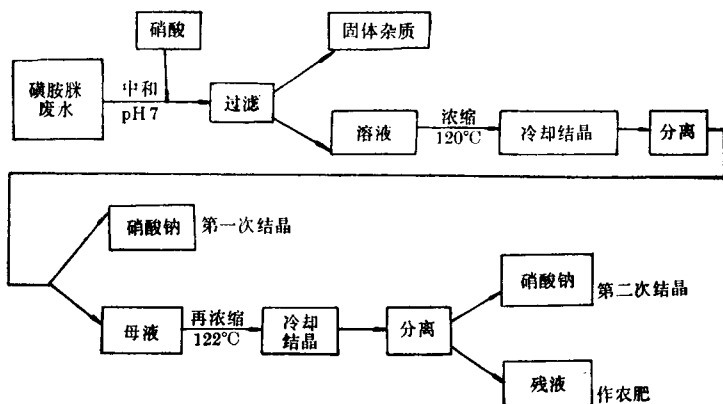
我厂广大工人遵循毛主席的伟大教导：“自力更生，艰苦奋斗”，从磺胺脒废水中回收硝酸钠。每年回收的硝酸钠，价值达 14 万余元，有力地支援了社会主义建设。

一、工艺流程

硝酸钠回收方程式：



工艺流程图如下：



二、操作方法

1. 中和:

取磺胺胍废水, 移放在配有搅拌器的中和罐中, 慢慢加入硝酸, pH 调节至 7, 同时析出不溶解的杂质。

2. 过滤:

将中和液滤去固体杂质, 溶液中含有硝酸钠。

3. 浓缩:

取过滤液移放在浓缩锅中加热, 进行浓缩, 至液温 120°C 左右停止加热, 进行冷却结晶。

4. 脱水分离成品:

将上项结晶液用离心机脱水分离, 固体即得硝酸钠(呈淡黄色颗粒状结晶的硝酸钠, 可直接供应玻璃厂应用)。母液再酌情以硝酸调节 pH 值至 7, 过滤, 取滤液再浓缩, 至 122°C 左右, 再冷却结晶, 得第二次硝酸钠。残液供农村当肥料用。

三、存在问题

1. 生产磺胺胍过程中, 加入大量液碱, 因液碱中有 5% 氯化钠, 因此影响硝酸钠的质量。在第一次结晶硝酸钠中的氯化钠, 含量在 1% 以内, 符合部颁规定的化工原料规格。在第二次结晶硝酸钠中的氯化钠含量在 5~10%, 甚至超过 10%, 影响了产品质量。如果液碱质量提高(不含氯化钠或只含微量), 不仅可以提高硝酸钠的质量, 而且母液可以套用, 简化生产工序, 同时提高产量(目前上海生产的液碱含氯化钠 5% 左右)。

2. 回收硝酸钠主要设备是浓缩器, 当前是敞口直接蒸发, 因此, 蒸汽消耗量较大, 蒸发速度也慢。有待于今后改进, 以利生产。

含钾废水提取氯化钾、磺胺

南翔人民公社综合利用厂

我厂广大革命职工遵照毛主席关于综合利用的教导，在简陋的条件下，土法上马，利用上海第二制药厂、大众制药厂、染化八厂、染化三厂的含钾污水回收到重要的化工原料氯化钾及常用医药产品磺胺，为国家增加了财富。现将工艺简介如下：

一、回收氯化钾

将浓度为 8~9 波美的污水打入浓缩炉加热浓缩，在 26 波美时氯化钾开始析出，至 28~29 波美时氯化钾全部析出结晶。将晶体放在离心机分解，因其母液中含有磺胺，所以分解出的氯化钾中也含有少量磺胺，为使氯化钾与磺胺分离，放入反射炉煅烧，温度控制在 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ （磺胺在 400°C 变成二氧化碳排出）得氯化钾。再经溶解过滤（溶解时控制在 17~19 波美）及在浓缩炉内浓缩结晶，经离心机脱水即得氯化钾。脱水后废水仍含氯化钾，故再打入浓缩炉浓缩。

二、回收磺胺

从离心机分离出来的磺胺溶液，进行冷却析出粗磺胺，内含少量氯化钾，须用水冲洗多次，除去氯化钾（其冲洗废水再打入浓缩炉内浓缩），剩下的便是磺胺，再经离心机脱水即得到初制磺胺。送至药厂精制。其脱水后的废水内仍含氯化钾，故再打入浓缩炉内浓缩。

工业废水中提取溴素

星火化工厂

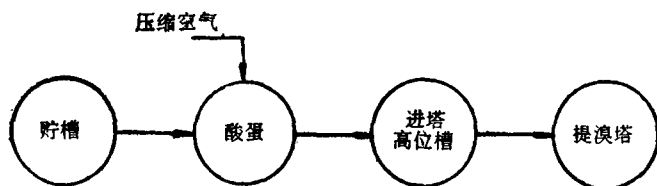
溴是医药、染料、照相、皮革等工业的重要原料,随着社会主义工业的飞跃发展,溴素供不应求,我厂职工发扬革命精神,连续奋战、自力更生、土法上马建成了从含溴污水提溴的车间,为国家积累了大量资金。

一、生产工艺

从含溴污水中提取溴素分为前处理、提溴、精溴三个环节。现分别介绍如下:

1. 前处理: 含溴污水来源复杂,组成不一,变化多,在提溴前需分别给予处理。我厂采用四种方法:

(1) 直接进提溴塔(流程 1) (例如避孕药废水,其中无其他杂质,可以直接提溴):

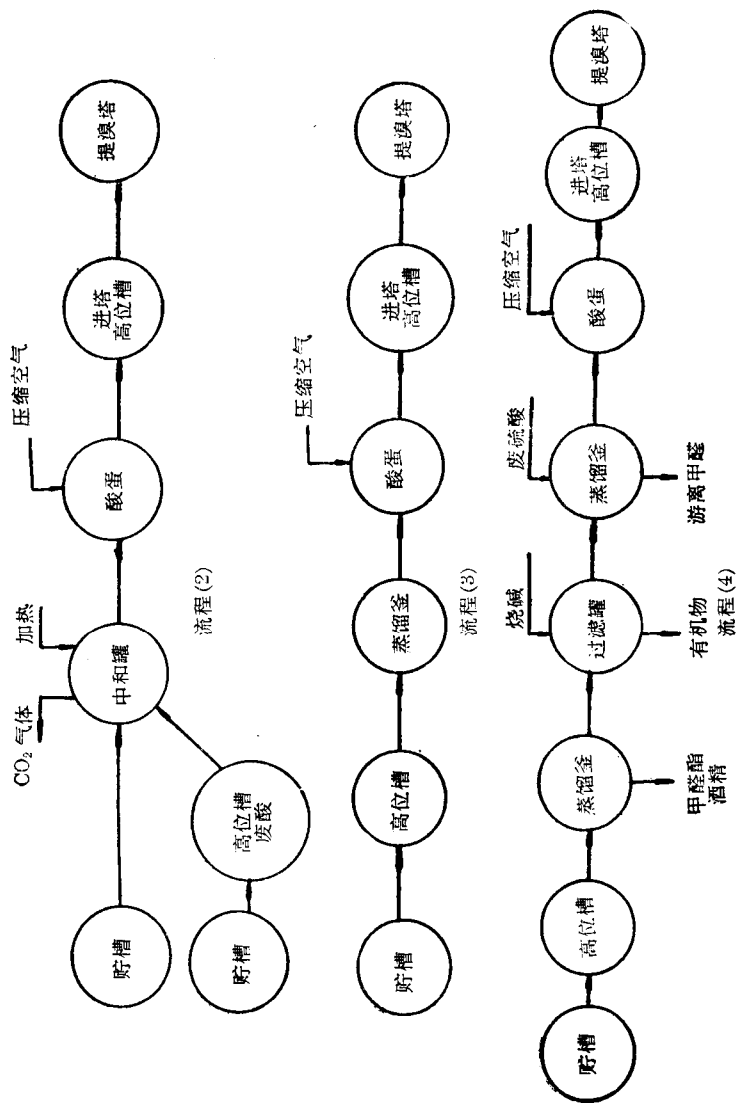


流程(1)

(2) 中和后进提溴塔(流程 2) (例如染料 GB 灰废水,因有碱性需要中和):

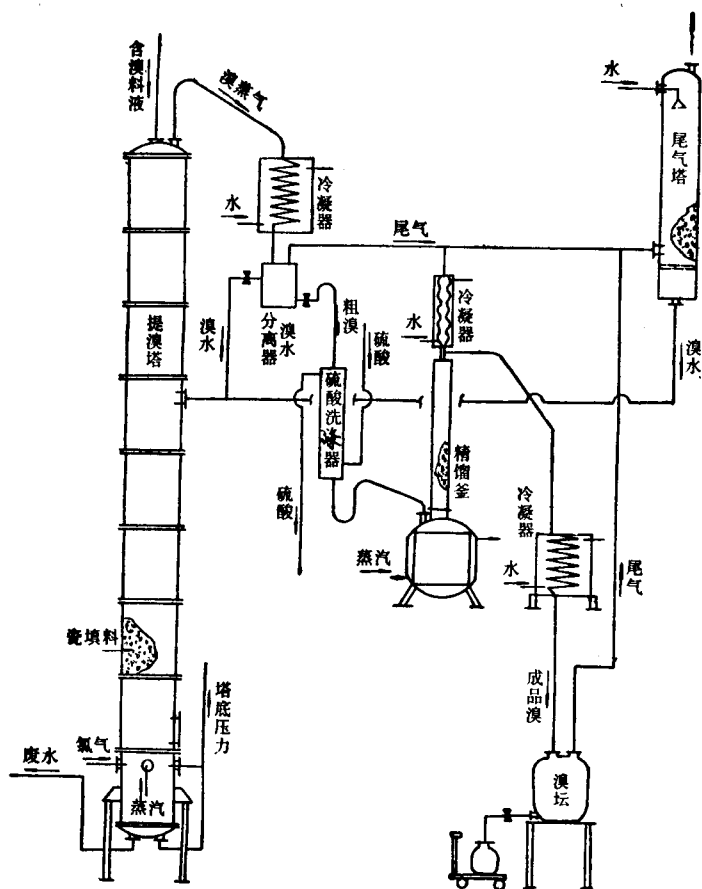
(3) 蒸馏后进提溴塔(流程 3) (例如维生素 A 缩合废水,因有有机溶剂,需要蒸去):

(4) 前处理后进提溴塔(流程 4) (例如氯霉素废水,含有有



机溶剂及其他杂质,需要分离):

2. 提溴,精溴工艺流程示意图:



二、操作说明

(1) 初开车时,应缓缓开启蒸汽阀,让塔温逐步升高,同时,

检查各接头和管线,以保证管线的畅通和接头的牢固,塔顶温度为 90°C , 整个温塔时间不少于 1 小时。

(2) 在温塔的同时, 将塔顶母液高位槽加热至 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$, 并保持恒温。

(3) 开动氯汽阀。

(4) 开动母液阀, 尾气冷卤阀和冷凝器进水阀。

(5) 塔顶温度保持在 90°C , 当冷凝器出口开始流出红黑色液体时, 说明已经出溴, 这时立即观察溴水分离器中溴水分层情况, 并把溴水分离器管理好, 调整玻璃旋塞, 让溴水回入塔中, 让粗溴流入精溴装置, 切勿混淆。

(6) 将溴水分离器中的粗溴, 不断地自上而下流入硫酸洗涤器, 同时浓硫酸在硫酸洗涤器下部不断地自下而上地流入, 达到除去粗溴中有机物的目的。必须控制好粗溴和硫酸的流量, 硫酸的流量不宜过大, 以防溴素随硫酸外流。

(7) 经酸洗后的粗溴, 连续进入精馏釜, 釜用外夹套加热, 进行精馏, 馏温应控制在 $56\sim 60^{\circ}\text{C}$, 精馏塔顶部装有冷凝管, 其中溴素经冷凝器冷却后, 回流进入陶瓷溴坛, 定时装瓶, 氯气和未冷的溴气则入尾气塔。

三、注意要点

1. 在操作时, 必须戴好劳动保护用品。

2. 提溴操作, 在塔顶应严格控制氯气、蒸汽、母液流量, 塔底部应有专人管理氯气和废水出口。

3. 每隔二天清除精馏釜中高沸物。

4. 精馏部分所有玻璃旋塞应经常扭动, 以防并住。

5. 硫酸溢流入酸蛋, 可以继续回收、利用。

6. 整个设备在使用前应作周密检查, 如发现有漏气等现象, 应立刻检修。

六六六无效体制利尿酸

上海第六制药厂

利尿酸是一种新型的国内最强的利尿新药，可治疗和抢救多种的水肿、腹水，包括手术后水肿的用药。

我厂革命职工为适合广大贫下中农的需要，遵循毛主席“备战、备荒、为人民”的伟大教导，采用目前无法利用的六六六无效体为原料，使反应工序缩短四道，成本降低 800 元/公斤，并节约大量重要化工原料——磺胺。

一、工艺流程

老工艺：磺胺→三氯物磺酰胺→三氯苯胺→三氯苯重氮盐→粗三氯苯→精三氯苯→再经 8 步反应→利尿酸。

新工艺：六六六无效体→精三氯苯→再经 8 步反应→利尿酸。

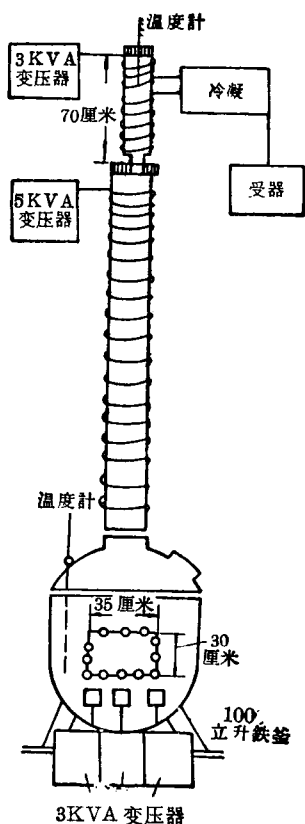
二、1,2,3-三氯苯的制备

1. 装置：在 100 立升铁釜底装三套 SRY₂-2,2 瓩，220V，42.5cm 长管状加热棒 3 根，用 3KVA 变压器控制。铁塔身长 2.5 米，外径 8.9 厘米，管外包云母片绕电热丝，再包石棉泥保暖，以 5KVA 变压器控制管内填料用瓷圈。

2. 原料：混三氯苯（东风农药厂来的）内含 1,2,3-三氯苯 24%，其他大多是 1,2,4-三氯苯、纯碱。

3. 操作方法：先投入纯碱 3.6 公斤，倒混三氯苯 120 公斤，加热几小时后釜温 200°C，塔顶气温上升至 170°C 以上，控制变

压器,使流量 2.5 公斤/时蒸出,蒸出 60 公斤后冷却至 160°C 以下,投入混三氯苯 60 公斤,纯碱 1.8 公斤。同前法,蒸出 60 公斤后再冷却,投入第三次料混三氯苯 60 公斤,纯碱 1.8 公斤,再蒸出 60 公斤,然后可收集正沸点三氯苯 25~30 公斤(此时有大量 HCl 出来)。正沸点的三氯苯用冰盐水冷却至 0°C ,有片状 1,2,3-三氯苯析出,甩干。每批可得 5 公斤。



利用血防药副产制新农药——“056”乳剂

上海第六制药厂

在血防“846”生产过程中，有一黄色厚油状副产，呈芳香刺激味，比重1.3左右，不溶于水，易溶于苯、二甲苯、氯仿等有机溶剂，性能稳定，遇碱能缓慢水解，长期来无法利用。

无产阶级文化大革命中，我厂革命职工批判了“爬行主义”等修正主义科研路线，坚持开展综合利用，深入农村，并和有关单位协作终于用它制成“056”乳剂。它是防治稻瘟病和小麦赤霉病的良好农药。特别对稻瘟病的防治效果超过汞剂农药。最近曾在棉籽浸种代替“401”上获较好的效果，棉苗粗壮无病且有刺激生长作用。“056”的用途还有待于试验和扩大。

一、乳剂配制工艺

一般采用二种乳化方法：

1. 莫诺皂乳化法

名 称	来 源	单 价 元/公斤	配 比	制 法
副产油	血防药“846”副产	—	65%	
莫诺皂	农药二二三的乳化剂	2.0	25%	蓖麻油的皂化产物
松香皂	松香在苯中的皂化产物	0.8	10%	将松香(0.35份)溶于苯(0.55份)后滴加液碱(0.1份)在50°C滴加完毕，保温1小时即可

该法乳化剂价格便宜，但制成的“056”乳化剂贮放时间不长，易坏。

2. 用OP乳化法

名 称	来 源	单价(元/公斤)	配 比
副产油	血防药“846”副产	—	65%
OP	上海助剂厂的乳化剂	6.0	6%
ABS-钙盐	上海卢定化工厂的乳化剂	4.5	6%
溶剂(苯、二甲苯等)		0.8	23%

该法乳化效果好,贮存时间长,但成本高。

操作方法:把配比1(或配比2)中的物品按配比进行混和,用机械搅拌(或人工搅拌)均匀后成透明液,将此液作试验(滴入1,000毫升清水中乳化均匀,上层无浮油,下层无沉油,不粘底即可),合格后就作成品。

二、使用“056”乳剂方法

稀释500~700倍使用。即将本品一斤倒入500~700斤水中充分搅拌呈乳状,然后倒入喷雾器中就可在田间使用。每亩用3~4两,一般防治2次。浓度可按照病情严重情况进行增减。

三、使用注意事项

1. 本品使用安全,但不能内服。
2. 本品应随配随用,贮藏要低温避光,长期贮藏不要放在铁器内。
3. 本品在天冷时会产生结晶,使用前要在温水内加热。
4. 本品含20%溶剂,属易燃物品,在运输、贮藏、使用过程中应注意防火。

高效点波填料冷却装置

上海第六制药厂

我厂广大革命职工遵照毛主席“抓革命，促生产”的伟大教导，打破洋框框，在 1967 年试制成 250 吨/时蜂窝冷却塔基础上，于 1970 年又试制成功一种高效水冷却装置——40 吨/时点波填料冷却装置(图 1,图 2),并正式投产,每天能节约自来水 1,000 吨。

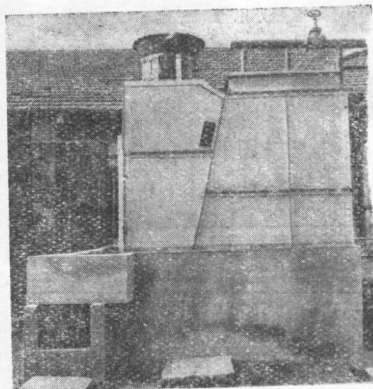


图 1



图 2

点波填料冷却装置外貌

该设备具有体积小、造价低、效率高的特点。其体积只有苏联淋水板式冷却塔的 $1/7 \sim 1/5$ 。该装置对于缺水地区提供了有效的冷却设备，为国家节约大量原材料。

一、设备概况

冷却水量：40 吨/时。

应用对象：配套 15 万大卡冷冻机或空气压缩机，冷凝器冷却水循环用(温差 4°C 左右)。