

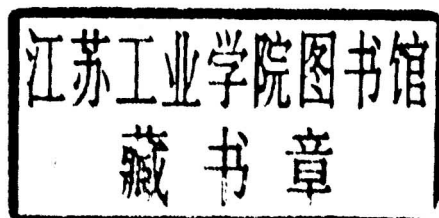
化工技术资料

(化工设计专业分册)

一九五三年

化工設計专业分册

1963年 第1号



总编号: 001

化工部化工設計技术情报中心站主編
化学工业部化工技术情报研究所印制

1963年3月

目 录

大力加强化工設計技术情报工作	1
----------------------	---

调 查 研 究 报 告

天原化工厂聚氯乙稀車間一般生产情况和技术問題調查研究总结	3
------------------------------------	---

专 題 論 述

扩大水銀法烧碱生产的技术問題探討	14
非理想溶液分餾系統的設計問題(一)	25
氮肥厂压縮机基础及厂房設計的几个問題	32

译 文

立式容器的支座設計	37
用于爆炸危險化工生产的防爆电气設備	57
化学工业企业总平面設計的基本原則	62

国外科技簡訊

新型的苯酚冷凝設備	65
砷碱法脫硫設備的防腐蝕問題	66
I. C. I 第一个环氧乙烷、乙二醇工厂投入生产	66
各种苯酚生产方法的經濟比較	67
美国近最新建扩建的化工厂	68

大力加强化工 設計技术情报工作

侯 德 榜

几年来，随着客观形势的发展，部屬各研究院都先后建立了专职的技术情报机构，并且根据各自工作的需要，逐步开展了工作，取得了不少成績。化工部也建立了化工技术情报的中心机构——化工技术情报研究所。这样，就逐步形成了一个化工技术工作上的情报网。这是一件可喜的事情。

但是，从总的情况看来，在逐步形成起来的化工技术情报网中，化工設計战綫上的技术情报工作基本上还是一个空白点，还远远不能赶上形势的要求。这是急待迎头赶上的。技术情报工作在設計工作中，对减少設計人員查寻文献的时间，对促进設計质量的提高，对沟通各設計院的情况，都具有极重要的作用。目前，許多設計人員感到耳目不明，情报不灵；在設計工作方面，对国内外的进展情况难以了解和掌握。他們要求技术情报部門提供更多更准确的国内外設計技术情报資料。这种要求是完全正当的和必需的，而且随着我国化学工业的不断发展，将会愈来愈迫切。

在这种情况下，我們决定建立化工設計技术情报中心站，出版《化工技术資料——化工設計专业分冊》这个情报刊物。这对于推动化工設計战綫上技术情报工作的迅速开展，对于逐步滿足广大設計人員对設計技术情报資料的要求，无疑都会发生极大的作用。这个刊物应当成为化工設計战綫上技术情报的中心刊物。我予祝它成功！

不断提高化工設計技术水平，改进設計质量，对于加速化学工业的发展，完成化工支援农业的光荣任务，具有重要的意义。这就要求化工設計战綫上的全体同志，必須在以农业为基础、以工业为主导来发展国民經济的总方針的指导下，不断地注意掌握国内外的

先进科学技术成就，特别是国外的科学技术成就，吸取其中有益的部分用于我们的化工设计。因此，设计部门的技术情报机构，就必须经常地、全面地和系统地设计人员提供这方面的情报资料。作为化工设计技术情报中心刊物的《化工设计专业分册》，首先应当起到这个作用。

设计工作对技术情报的要求，有别于研究工作对技术情报的要求。从情报的深度来说，设计人员固然也需要了解和掌握有关世界科学技术发展的方向性、探索性情报资料，但更迫切需要的却是化工原料(如石油、天然气等等)的应用、中间试验的成果和来自生产实践的可供设计采用的技术情报资料。提供给设计人员的情报资料主要地应当是落实的、具体的和有现实经济意义的。

从情报的广度来看，设计工作中不仅需要工艺技术情报，而且还需要结合化工特点的各种专业技术(如设备、材料、自控、机电、建筑等)的情报。因此，化工设计技术情报机构必须根据上述的特点来开展工作，并且要善于利用各专业部技术情报部门的成果，经过加工，为化工设计工作服务。作为化工设计技术情报中心刊物的《化工设计专业分册》，也必须反映上述特点。这就是说，这个刊物中不仅要介绍方向性、探索性的情报，而且更重要的是介绍具体的科学技术成就及其经济效果；不仅要报道化工工艺方面的情报，而且要照顾到构成化工设计这一整体的各种专业的情报资料。

目前，在办好《化工设计专业分册》的同时，各设计院必须迅速建立情报组织，尽快地形成一个统一的化工设计技术情报系统。此外，化工设计战线上的各个专业，现在已建立了二十多个专业技术中心站。这些中心站当前首先应当积极开展各该专业设计技术情报的收集和交流工作。把所有这些力量都有效地组织起来，并且把全体设计技术人员都发动起来参加技术情报工作，加上各院领导的大力支持，我相信一定会从组织上迅速形成化工设计技术情报网，一定会把化工设计战线上的技术情报工作做好，一定会把这个中心刊物办好。

天原化工厂聚氯乙烯車間

一般生产情况和技术問題的調查研究总结

編者按：为了贯彻党的調整、巩固、充实、提高的八字方针，更进一步地提高設計质量，化工部化工設計院曾于去年六月至九月組織了一个聚氯乙烯专业調查研究小组，对聚氯乙烯的生产情况作了实际調查和分析研究，并提出了一些改进建議。这次調查研究是以降低消耗定額和改进成品质量作为中心目标的。这里发表的就是在这次調查研究中，对上海天原化工厂聚氯乙烯車間調查研究中的有关生产技术問題的总结部分，供大家参考。

这份资料是根据化工部化工設計院张建秋工程师、徐杰灵工程师、唐礼民、盛德美、蔣嘉兰、郭頌輝和周潤泉等同志在調查后写成的“天原化工厂聚氯乙烯車間調查研究报告”中“关于一般情况和技术問題的总结”，經张建秋工程师和徐杰灵工程师改編整理而成的。

一、天原化工厂

聚氯乙烯車間的一般情况

天原化工厂聚氯乙烯車間是根据化工部化工設計院設計的 6000 吨/年聚氯乙烯定型設計建成的。它与天原化工厂的其它車間不在同一厂区内，是一个单独建立的車間。該車間系由空分、乙炔、单体（包括冷冻、触媒）和聚合等四个主要工段組成；其它如机修、变电、水井、水塔、下水、倉庫、食堂、办公室等輔助生产及生活系統，都自成一套；而氯化氢，蒸汽、軟水等生产原料和动力，則由天原化工厂有关車間及公用系統供应，經管綫送到本車間。

1. 流程布置概况

該車間所采用的流程和布置，和原 6000 吨/年聚氯乙烯定型設計所定的基本一样。但是，在生产中，曾作了下列修改和补充：

①在流程方面：

单体工段：在技术革命中将轉化器的油冷却流程改为水冷却流程，取得了簡化操作、延长触媒寿命、提高产量等效果。在合成气体的水洗工序中，曾添置了部分盐酸回收設備，并在一段时间内进行过副产盐酸（浓度 20%）的回收。停止了合成气体的碱洗操作和取消了它的干燥过程。将触媒制造改为土法手工生产等。

聚合工段：将两套平行使用的气流干燥設備改为串联操作。

②在布置方面：

主要是把冷冻站紧接在单体精餾工序的一端，并由单体工段統一管理。因而节省了管理人員、簡化了

联系。將轉化器部分增加了頂棚；精餾、碱处理和气流干燥頂层等部分亦均由原設計的露天布置改为室內布置了。

2. 設備仪表概况

在設備方面，有下列的主要特点：①轉化器的制造质量較高。自改用水冷却一年多以来，除 I 号轉化器曾滲漏过一次以外，其他均沒有发生腐蝕滲漏現。轉化器下部从未放出水来；②在生产中，单体蒸餾系統的設備不能滿足生产要求。当进塔的合成气体中含乙炔量达 1% 时，原精餾塔很难保証成品中乙炔含量在 0.002% 以下；③塔頂冷凝器能力亦非常不够，所以改用了—个 $\phi 350$ 毫米的精餾塔，并把塔頂冷凝器的总传热面积增加到 240 米²；④树脂包装工段的設備密封程度差，体力劳动强度较大，尚須作出合理的改进；⑤其他設備，在及时检修和适当修改的情况下，均保証了正常運轉。

此外，在主要設備的生产能力方面，根据車間最近查定的結果确定：二台乙炔发生器的生产能力足够生产 8243 吨/年树脂之用；四台轉化器的生产能力足够生产 6800 吨/年树脂；六台聚合釜的能力是：在生产 HO-2 牌号的树脂时为 8310 吨/年；在生产 HO-3 牌号树脂时为 9356 吨/年；在生产 HO-4 牌号的树脂时为 10710 吨/年。所以总的来講，設備的生产能力是超过了原設計中所要求的生产能力。

在控制仪表方面，基本上是按照設計来施工的，使用情况尚好。但是，部分工人对仪表准确性的信心不足。而且，由于部分动力、原料、和尾气总管的流量計尚未安装或还不好用的关系，不能使全部消耗定額都建立在充分准确的基础上，这是有待进一步改进的。

二、关于降低消耗定额的调查研究

这项工作是从查清损失量着手的，然后再研究防止或减少损失的措施。所查损失量，只包括由设计与操作制度所带来的必然损失，而不包括由于渗漏或事故而引起的偶然损失。查找的方法是：只要能够测定的就进行测定；不能或一时没有条件测定的就根据生产记录、分析结果和生产参数的观察结果等进行推算。兹将所得的结果分述于后。当然，由于所作测定的次数还不够多、实际生产过程中的情况也较复杂、所作的综合研究也还有可能没有照顾到所有的复杂因素，所以下述各部分中的数字，一般仅代表其数量级，而不一定能视为绝对数字。

1. 在降低消耗定额方面存在的問題

单体工段：

①水洗塔底的放料损失：在天原化工厂现行生产中，反应气体由转化器出来后，连续通过二座水洗塔，用水洗去气体中氯化氢；生成的稀盐酸由塔底排入下水道。这样，就必然有一部分氯乙烯溶解在水中而一同排出。另外，根据观察可以看出，还有一部分气态氯乙烯，被稀酸挟带出去而损失掉。

这次测定了在一定时间内，由两塔排出的稀酸量和温度。并由此计算出，溶解于水而损失的氯乙烯量为6.3公斤/时（折合49.5吨/年）。另外，在把两塔排出的稀酸排入一个贮槽的情况下，测定了在一定时间内，贮槽液面的上升量和由贮槽逸出的气体量。并且由此算出被稀酸带出塔的氯乙烯量为8.64公斤/时（折合70吨/年）。两项合计：水洗塔底放料损失的氯乙烯约为每年120吨。

在该厂生产中有一台专用的泵，供给水洗用水。在一般情况下，这一水量是稳定的。因此，从全年看来，上述挟带损失量不会随时变化。但是，由于这次测定是在夏季进行的，水温较高、氯乙烯在水中溶解度较小；如在春、秋、冬三季水温较低时测定，则溶解损失将较上述数字大。所以，全年实际损失量会比上述合计量大些。

②蒸馏尾气中的氯乙烯损失：由于在七月份没有条件对尾气量进行直接测定，只能从氯化氢纯度的分析数字、转化率尾气中含氯乙烯的百分比和蒸馏塔及各冷凝器温度等数字来推算。这次核对了氯化氢工段所报告的每小时纯度分析、车间本身经常进行的抽查分析结果和七月二十日进行的全天氯化氢分析结果。认为：采用氯化氢中惰性气体平均含量为10%来计算，是比较合适的。

另外，在1962年8月以前，单体工段的蒸馏部分装有用-10°C盐水冷却的粗馏全凝器150米²和用-40°C盐水冷却的尾气冷凝器20米²。在此情况下，于七月上旬测得尾气中平均含氯乙稀28.83%。按此推算，在尾气中损失的氯乙烯为54公斤/时（折合432吨/年）。车间曾按每班通入乙炔量、转化率及实得氯乙烯量计算得出，七月上旬尾气中损失氯乙烯最大时达1吨/班。可以认为“54公斤/时”这一数字和七月分平均损失量是比较接近的。但从全年来说，因为这一损失量会随气温升高而增加，故“432吨/年”这一数字是偏高的。如按今年度一至六月份尾气中平均氯乙烯含量为22.19%计算，则尾气中损失氯乙烯量应为39公斤/时（折合313吨/年）。但由于上区一至六月分平均气温比七至十二月分低，故后一数字又嫌偏低，实际全年损失量约在313吨/年与432吨/年之间。

为了确定这项损失和原料（主要是氯化氢）中惰性气体含量间的关系，曾按七月上旬观察到的生产参数，计算了天原化工厂当时所有冷凝器的最大冷凝能力，并由此计算了在不同氯化氢纯度下的尾气中氯乙烯损失量，结果见下表：

氯化氢中惰性气体的 含量（以%计）	尾气中氯乙烯的损失量	
	以 公斤/时计	以 吨/年计
5	5.2	45.5
10	53	432
15	119	950
20	196	1570

上表所列数字，虽然是理论计算的结果，但和天原化工厂的实际情况还是大致相符的。由此可见，提高氯化氢纯度对降低聚氯乙烯消耗定额的重要性。

另外，根据七月份的观察，尾气中氯乙烯含量的实际分析结果，总是比按尾气温度和平衡蒸汽压计算的结果高。初步看来，这是由于积聚在尾气冷凝器底部和从尾气冷凝器底到精馏塔顶的回流管中的液态氯乙烯受热蒸发，和所生蒸汽有可能不经冷凝而直接随尾气由出口逸出所致。特别是由于尾气冷凝器安装位置不够高，使回流不畅、凝液在回流管中停留时间较长；再加上回流管又未保温而增加了液态氯乙烯的蒸发等也增加了损失。

聚合工段：

①聚合釜内未聚合单体的损失：根据天原化工厂的生产实践，每次聚合收率平均约为90%。如按每釜加单体5吨计，则未聚合单体应为500公斤左右；其中一部分由于被吸附或包裹在树脂颗粒内而不能回

收，但大部分是能回收的。这次曾将一个釜内未聚合单体分次放入气柜，直至釜内压力降至常压为止，测得可回收单体量为131米³，并經分析测得气柜中气体含氯乙烯92.87%，从而计算出这次回收到的单体量为316公斤。虽然由于收率和其他条件的不同，每次聚合后可回收单体的量也会不同，但可看出其量約在300公斤左右。如按年产6000吨聚氯乙烯計，可回收单体約为400吨/年左右，而按天原化工厂当时操作制度，实际回收量还不到此数的十分之一。原設計曾規定将这部分单体放回气柜，但由于原設計对树脂悬浮液的起泡性质估計不足，各厂均不能按原設計規定放气。

②树脂損失：

- a. 由于离心机构造上的問題，在每次离心干燥后总有一部分树脂不能作为成品卸出，而随滤液流入树脂捕集器。这部分树脂中的大部分虽然仍能回收，但由于不能按批按牌号回收，仅能作为混合料（次品）出售（其价格为成品的90%）。今年上半年混合料产量为95.2吨。
- b. 由树脂捕集器流出的滤液仍将带走一部分树脂，流入下水道；其数量約为每年7.9吨（按年产6000吨計）。
- c. 由树脂干燥和包装部分飞散出来的树脂用人工扫集，作为废品出售（其价格为成品的60%）。另外，由于气流干燥器内的一部分热空气，能由旋风分离器底，經圓筒篩从包装口噴出，而增加了废品的数量。今年上半年废品量为13.6吨。
- d. 由旋风分离器頂上出去的热空气，带走一部分粒度細的树脂，散失在大气中。由于沒有适当的方法，对于这部份損失尚未能測定。

2. 关于降低消耗定額的建議

下列建議是根据上述測定結果和天原化工厂的具体情况提出的：

单体工段：

①关于降低水洗塔底放料損失的建議：

水洗塔底的放料損失，是和水洗塔中用水量成正比的。因此，降低損失的主要方法是减少用水量。具体措施就是：把現行的水洗流程改为回收盐酸及碱洗流程。

回收盐酸及碱洗流程是在民主德国聚氯乙烯生产中久經考驗的流程。該流程是：先用連續循环吸收，并将循环酸加以冷却的方法，把从轉化器出来的多余氯化氢回收成31%的盐酸，然后把反应气体立即送入碱洗塔。这样，可使氯乙烯溶解損失量降到現損失的

7%。至于盐酸和碱液还会挟帶出来的一部分氯乙烯，則在盐酸和碱液循环槽中分离出来，而可基本上全部經連通管返回系統中。

即使一时还不能象民主德国那样采用冷却循环法来回收31%的盐酸，也可以恢复天原化工厂在1961年曾进行过的不带冷却的回收20%盐酸的操作，并同时恢复碱洗。这样，就能使氯乙烯損失降到現損失的10%以下。另外，还須对原設備稍作修改，使挟帶出来的氯乙烯能返回系統中这样，即使要多用350吨/年31%的液碱，但因回收到的氯乙烯的价值仍略高于液碱，而且回收到的盐酸还可使年产值增加約26万多元，所以还是合宜的。

从另外一方面看，不論按民主德国的方法，还是按天原化工厂的方法，都需要盐酸循环泵。而我国在目前还没有合用的盐酸泵。因此，往往会由于滲漏腐蚀等問題使盐酸回收成为生产中的累贅。所以很值得研究如何省去这台泵。我們建議，按美国 CEP 杂志1947年43卷371頁所載的用絕热吸收法从稀氯化氢气体取浓盐酸的文献在生产中进行試驗，如能成功，則將圓滿地解决这一問題。

②关于降低蒸餾尾气中氯乙烯損失的建議：

蒸餾尾气中氯乙烯損失較高的主要原因是：現有凝液设备不能适应現行生产中氯化氢含惰性气体較多的情况。因此，最积极的措施是使氯化氢中惰性气体含量降低到5%以下（体积百分比）。

鉴于进一步提高氯化氢純度还有实际困难，不得不先采用别的办法来减少損失。在惰性气体較多的情况下，用溶剂吸收尾气中氯乙烯的方法应当是比較合适的，这种流程在国外也是經過考驗的。但我們还没有掌握这种技术，而且在現有基础上須要添的设备也較多。所以在目前，仍以加强氯乙烯工段的凝液设备为宜。天原化工厂原拟增加一只90米²的粗餾全凝器的办法是合理的。关于具体安排的建議如下：

- a. 把新全凝器串联在現有的两只全凝器之后，0°C的冷冻盐水先进入新全凝器，然后再去現有的两只全凝器。
- b. 七月分天原化工厂0°C冷冻盐水的实际溫度在-10°C以下。在新增全凝器之后，溫度不必如此之低，維持在-5°C左右即可。原有全凝器出口溫度，建議維持在20°C左右，以其凝液作为粗餾塔回流及精餾塔进料的主要部分。
- c. 新全凝器的出口溫度，建議維持在+5°C以下。尾气冷凝器的出口溫度，建議維持在-30°C以下。新全凝器和尾气冷凝器的凝液都引到精

餾塔頂。

r. 精餾塔頂的三股进料，最好分別入塔，不要有兩股共用一個管口。如果必須有兩股共用一個管口，則最好讓尾氣冷凝器的凝液單獨走一個管口，而讓新老全凝器的凝液同走一個管口。

n. 為了保持從尾氣冷凝器到精餾塔頂的回流通暢，建議將尾氣冷凝器的安裝位置比現在的位置提高1米。

e. 為了防止回流管中凝液蒸發，建議作好尾氣冷凝器底部和回流管的保溫。另外，建議改接尾氣冷凝器的出入口管路，將尾氣入口改到冷凝器底部，而將出口改到上部；鹽水管也需改接，使鹽水和物料仍為逆流。

③關於進一步加強生產控制的建議：

為了進一步分析生產情況，加強生產控制，建議增加部分計量及測溫測壓儀表，並對各種儀表作好校驗工作。

聚合工段：

①關於如何回收未聚合單體的建議：

建議考慮下列回收方法：

a. 通過沉析槽回收：將聚合釜放氣管改接到沉析槽進料管，在沉析槽的4"及8"排氣管上各加閘門一個，將4"排氣管改接到泡沫捕集器的進口管上，在沉析槽的進料管上及人孔蓋上各加一個帶有沖洗水管的玻璃視鏡，以便觀察聚合釜放氣情況及沉析槽內泡沫上漲情況從而控制聚合釜放氣和鹼處理操作。在聚合釜準備放氣之前，先用水蒸汽將沉析槽中空氣排出，隨即關閉8"排氣管上的閘門，打開4"排氣管上的閘門，然後打開聚合釜上的放氣閘，使未聚合單體經由沉析槽和泡沫捕集器進入氣櫃。放氣時須開動沉析槽的攪拌器，同時根據沉析槽內泡沫上漲情況調節放氣速度。在放氣完畢後，關閉4"排氣管閘門，打開8"排氣管閘，即可按照天原化工厂原操作法把懸浮液壓入沉析槽，但此時必須用壓縮氮氣壓料。在改裝聚合釜放氣管時，須注意避免因一個聚合釜放氣時，泡沫帶出樹脂而堵塞另一釜的放氣管。關於這一方法，建議先改一個釜和一個沉析槽，進行試驗，直到證明確實有效後，再改其他設備和管道。

另外，建議從泡沫捕集器底部出料管口處接一根管道，至樹脂回收泵的進口，以便在聚合釜每次放氣完畢後，能把收集在泡沫捕集器內的

樹脂打回沉析槽，和同一釜樹脂一同鹼處理，而不把它放入樹脂捕集器。

6. 為了抑制泡沫、減少放氣時帶出的樹脂，建議考慮試用除泡劑。所選擇的除泡劑從理論上看，應是既能除泡又能在以後處理中被除掉。建議先用此種除泡劑進行小試驗，以觀察其效果。待証實其可用，而且經濟上合理後，再逐步擴大試驗，直到能用於生產。

②關於減少混合料（次品）的建議：

如上節所述，用增添從泡沫捕集器到樹脂回收泵的管道的辦法，已能減少一部分混合料的數量；但由离心机進入樹脂捕集器的樹脂，仍將成為混合料的問題，最好是從离心机卸料裝置着手研究其改進。另外，也建議考慮增添樹脂捕集器和改裝從离心机至樹脂捕集器的濾液管路，使不同牌號樹脂的濾液分開沉降，並能在每次离心快完畢時，將收集在樹脂捕集器內的該次濾液和樹脂打回沉析槽，繼續過濾，這樣也能減少大部分的混合料。

③關於減少干燥和包裝系統的樹脂損失的建議：

建議把第一干燥管的旋風分离器搬到第二干燥管，使物料能由第一干燥管的旋風分离器中直接落入第二干燥管的加料器內，使它們不致因兩者間的管道斜度太小而堵塞，甚至堵塞旋風分离器。這樣，可以避免時常清理管道和旋風分离器的麻煩，同時也避免了因清理而引起的樹脂損失。

另外，建議把廠方原擬添裝的螺旋輸送器安裝在第二干燥管的旋風分离器與圓筒篩之間，這樣，既利於旋風分离器出料，又可封住熱空氣，使它能通過圓筒篩而從包裝口逸出，從而減少包裝時粉塵的損失。

3. 關於在檢修中採取了改進措施後的消耗定額情況和問題

天原化工厂聚氯乙炔車間在1962年8月進行了大檢修，在檢修中以及在以後的生產中相繼地採取了一些降低消耗定額損失的措施。在單體工段增加了90米²全凝器一只，改接了尾氣冷凝器的進出口管，加做了部分設備管道的保溫設置，增加了某些儀表；在聚合工段改裝了干燥管的旋風分离器，在每次聚合後，用分次放氣法把未聚合單體放回氣櫃。

在採取這些措施之後，已能取得下列結果：①已基本上能將聚合後未聚合單體的可回收部份加以回收，約合每年比以前應多回收300多噸單體；②已能把尾氣總量和尾氣中氯乙炔含量降低，從而減少了尾氣中氯乙炔的損失（九月上旬天原化工厂氯化氫的純度提高了，常在93—94%，也是尾氣中氯乙炔損失減

少的重要原因)。按九月上旬的分析数据、温度、压力等参数计算，尾气中氯乙烯损失量已降到约11.4公斤/时（约合104吨/年），应比以前约减少328吨/年。

但也还有下列问题，尚待继续研究解决：①目前用分次放气法虽已达到回收未聚合体的目的，但需时较长（每次约需2小时），延长了每釜的操作周期，降低了釜的生产能力。在目前，按6000吨/年生产，釜的生产能力尚有余，固然还不要紧；但为了以后增产，仍以及早着手试验较快的放气法为宜。②尾气中氯乙烯损失虽已减少，但尚未达到理论计算数字。据初步估计，这可能是由于全凝器底部的凝液重新蒸发而加重了尾气冷凝器的负荷所致。在另一方面，由于九月上旬蒸馏操作尚有不稳定的情况，所以尚须进一步积累生产中的各种参数及分析资料，并对单体生产作进一步的分析研究。③根据上述，已能比以前多回收约630吨/年单体，这一数量应表现在九月分的消耗定额有所下降上，但从九月上旬的每日生产记录来看，消耗定额虽有所下降，但未达预计程度。这就说明在九月份可能又出现了新的前所未有的损失。损失的原因尚待继续寻找。

在这次工作中，没有研究各设备和管道的一般渗漏问题，但看到大检修后，单体工段设备和管道的试压工作尚不严格。因此，建议厂方在下次月检修时，对设备及管道进行一次严格的试压，先防止一般性的渗漏，然后再来寻找损失的原因。

三、关于成品质量的调查研究

在以前了解到的情况的基础上，又向主要的聚氯乙烯加工厂和天原化工厂技术监督科，对天原树脂（系指天原化工厂所产树脂）的质量作了重点的了解。同时，还做了天原树脂与国外树脂和其他国产树脂的对比，以便对天原树脂的质量有一较全面的概念。然后，根据这一概念，对一部分生产操作和设备情况作了一定的观察和测定，并试图找出引起这些质量问题的原因。最后，再根据观察和测定结果，尽可能地提出一些对质量问题的初步看法和改进建议。

但是，质量问题是一个复杂的问题，影响质量的因素很多。再加上目前，对其中某些因素还没有条件作定量的测定；对某些因素的影响，尚待研究部门通过重在长期的科研工作来确定。因此，这次调查研究工作着如何达到最好的操作条件方面进行。而对聚合配方和原料中杂质的影响等须由科研工作来确定的问题，在这次调查研究工作中仅作了极初步的了解。天原化工厂在通过改变聚合配方和后处理来改进树脂质量方面，

已做了不少工作，但在目前还不能作出系统的结论。

1. 树脂质量上存在的问题

在这次调查研究中，曾向上海化工厂、上海塑料制品一厂和天原化工厂技术监督科了解了天原树脂的质量情况。两家加工厂一致认为，天原树脂总的说来比其他种国产树脂的质量要好。但还不及英、日、西德等国产品，特别是与世界上的名牌相比，还有一定的差距。根据加工厂所谈和提供的试验结果，调查组认为天原树脂在质量上存在的主要问题如下：

①加工时颜色稳定性差：从性能指标来看，国产树脂的热分解温度和热稳定性都比进口树脂好。但在相同的加工条件（配方温度和时间）下，国产树脂试样却显出较深的黄、红或紫色。这样，就使得国产树脂不能用于制造高级浅色产品，特别是供出口的某些制品。从变化程度上来看，天原树脂比其他种国产树脂好。

②毛粒多：毛粒是树脂中在一定条件下不能塑化的颗粒，在国外文献中称为“鱼眼”。上海化工厂把它称为“毛粒”。它们在全透明产品中表现为毛粒，在半透明浅色产品中表现为透明小点，而在不透明深色产品中则表现为不染色的白色小点。所以毛粒大大地损害了制品的外观。根据上海化工厂所做的一套半透明薄膜来看，以日本A-2型树脂的毛粒为最少，而国产树脂的毛粒较多，其数量变化幅度也较大。

③同牌号树脂各批的性能变动范围还较大：在这一点上，天原树脂是国内产品中最好的，特别是粘度和水分含量比其他种国产树脂稳定。但还不及进口产品。例如，天原化工厂所产同牌号的各批树脂，虽然都合乎性能指标的要求，但其粘度，随牌号的不同还有0.1—0.2的变动范围；而进口树脂同牌号产品的粘度则基本上一致，其变动范围至多为0.01。

④牌号不够多，不能适应各种不同的加工要求：天原化工厂所能生产的树脂牌号，已比国内其他各厂稍多。但从树脂颗粒形态上说，我国各厂都只能生产多孔性较差的树脂而不能生产多孔性好的树脂。因此，国产树脂吸收增塑剂慢。根据上海化工厂的经验，国产树脂在滚筒塑化机上塑化成片的时间和达到最高强度的时间都大约为进口树脂的二倍。这样，就降低了相当多一部分加工设备的能力，同时，也使得国产树脂在加工时不得不较长时间地暴露在高温下，从而增加了加工时树脂的分解，损害了制品的质量。至于颗粒大小，我国各厂也还不能随意控制。所以，上海塑料制品一厂用刮浆法制人造革时，认为天原树脂太粗，而锦西化工厂和天津化工厂所生产的颗粒细

而吸收增塑剂慢的树脂却更为合适了；但在用捏和机、滚筒塑化机等加工的上海化工厂却又认为天原树脂颗粒太细，吸收增塑剂比国外树脂慢了。

⑤同粘度树脂制品的抗张强度比国外树脂制品低。

⑥树脂本身白度比国外树脂差。

2. 关于引起上述质量问题的原因的初步探讨

根据上述情况来看，引起上述质量问题的原因还在于：树脂分子量的多分散性太大和生产过程中各个步骤对树脂颗粒形态的影响。

①关于树脂分子量分布的多分散性问题：

根据一般高分子化学文献记载，都认为低分子聚合物的热稳定性差，较易分解。同时根据近年来的研究工作成果来看，聚氯乙烯受热变色是由于受热分解脱去氯化氢而在聚氯乙烯键上留下许多共轭双键所致。所以，一般说来含低分子聚合物较多的树脂，在同样的加工条件下，变色程度也较大。

在另一方面，分子量过高的聚合物则不易塑化和引起毛粒的出现。所以多分散性较大的树脂，虽然平均分子量合格（表现为粘度合格），仍会出现毛粒和变色等加工性能上的缺点。

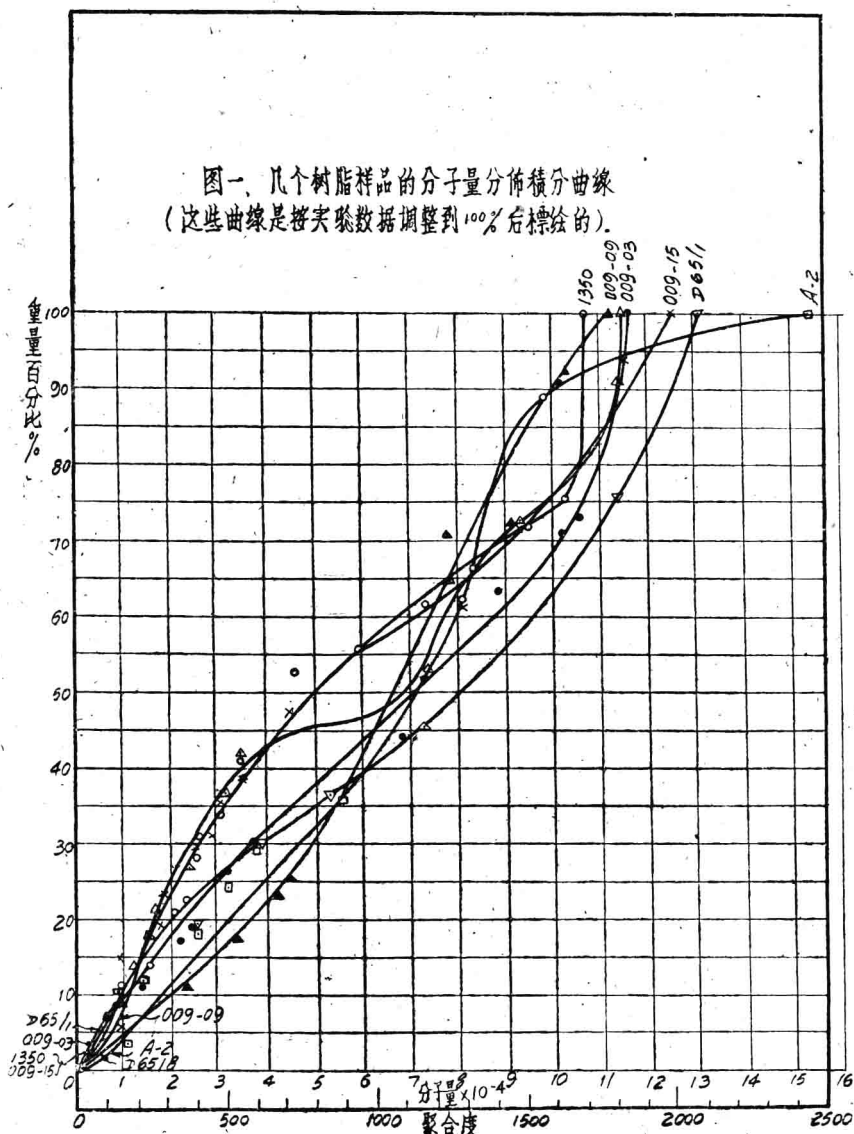
同时，粘度相等而多分散性较大的树脂制品的抗张强度较低，也和文献记载相符。

从天原化工厂所做的分子量分布的分级试验结果来看，也的确证明了天原树脂分子量的多分散性比日、英等国树脂大。分子量分布分级试验的结果见图一、二。

天原树脂的分子量的多分散性所以会较大，可

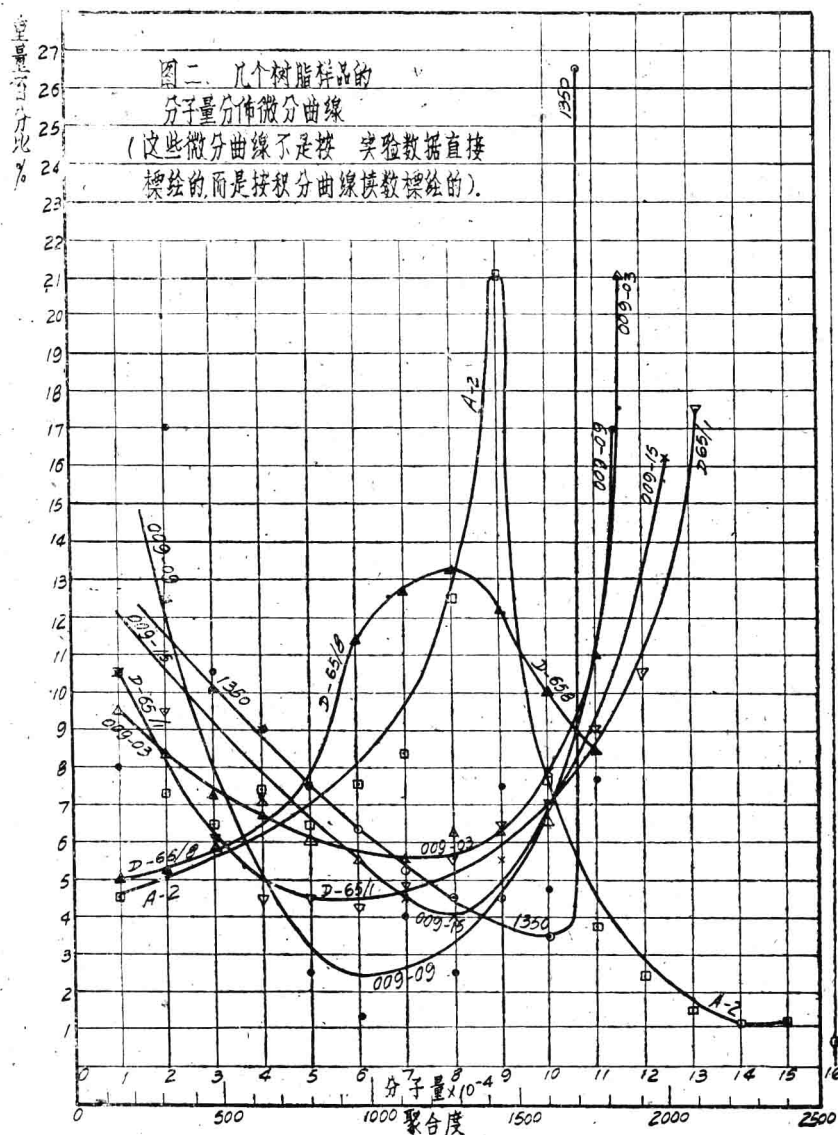
能有两方面的原因：一是聚合加料中杂质对聚合反应的影响；二是聚合温度的控制还不够严格。关于前一原因，由于依赖于科研工作的地方较多，在这次调查研究中只能做一些表面的观察。关于后一问题的探讨，详见后述。从天原化工厂对聚合温度的控制来看，虽然还有问题，但已比国内其他厂严格，因此，加工厂反映，天原树脂在变色和毛粒等方面比其他厂的好，也是有原因的。

在这里必须说明一个问题，就是国产树脂的热分解温度和热稳定性都能达到部颁标准的指标，并且从对比试验结果来看，一般都比进口树脂好。天原树脂的这些指标，在国产树脂中还是较低的。在从实际加工中的变色情况来看，进口树脂比天原树脂好，天原



树脂又比其他国产树脂好。初步来看，这是由于我国树脂生产中都经过一个碱处理过程，而在以后没有把残碱洗净的缘故。在热分解温度和热稳定性的测定

产树脂直接加以测定，则所测得的热分解温度和热稳定性可能由于某些水溶性杂质的存在而升高了，因而不能代表真实情况。而在各种可能存在的水溶性杂质中，以残碱的可能性为最大。



中，实际所测的是，在一定受热条件下由于树脂分解而产生的氯化氢的多少；如果树脂中含有残碱，则由分解而产生的氯化氢将立即被碱所中和，不能表现为酸。因此，加工厂反映，在测定国产树脂的热分解温度时，往往发生变色程度已很明显（表示已分解），而热分解温度却尚未达到的情况。而国外树脂则总是在热分解温度达到后，才开始变色。天原化工厂技术监督科曾把热分解温度为 170°C 的树脂加以多次水洗，发现水洗后热分解温度下降到 $140-150^{\circ}\text{C}$ （和进口树脂相仿），其热稳定性也下降。这就表明，如果把国

产树脂直接加以测定，则所测得的热分解温度和热稳定性可能由于某些水溶性杂质的存在而升高了，因而不能代表真实情况。而在各种可能存在的水溶性杂质中，以残碱的可能性为最大。

②关于生产过程中各步骤对树脂颗粒形态的影响问题：

在显微镜下（放大 100 倍以上的），进口悬浮法树脂的颗粒是类似棉花团的不规则、表面不光滑的不透明体，而国产树脂的颗粒则是类似玻璃球的光滑球体或接近球体的多面体，球体的大部分是不透明的。但有一部分在显微镜下是透明的。透明球体一般比不透明球体小些，其所占比例很不一致。根据这种观察结果以及国产树脂与进口树脂在吸收增塑剂速度上的差别，似乎可以得出如下初步结论：进口树脂的颗粒，是形状不规则而多孔性较大的，而国产树脂的颗粒，是近乎实心圆球的。如果这一结论是正确的，那么较大的实心颗粒也就是生成毛粒的原因之一。北京塑料厂曾将国产树脂加以筛分，再压制薄膜，从而看出颗粒粗的部分所制薄膜上毛粒较多。另外，进口树脂的多孔性既然比国产树脂大，吸收增塑剂自然也就较快。

在这次调查中，了解到颗粒的基本形态，是在聚合过程

中形成的；碱处理和干燥过程增加了树脂分解程度，损害了树脂的白度，但没有改变树脂的基本形态；至于这些后处理过程是否进一步降低了树脂的多孔性，在这次调查中未能测定。

3. 调查结果

①关于聚合温度的控制：

根据国外文献所载，资本主义各国在聚氯乙烯生产中，除严格控制聚合配方外，非常强调聚合过程中聚合温度的恒定性，并且认为这是控制分子量分布的关键。国外资料一般均控制聚合温度在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的范

度上升到最高值时，釜内压力开始急速下降，随后下层温度又降到原来的数值。由此可见，这一温度差不能完全归咎于仪表误差。

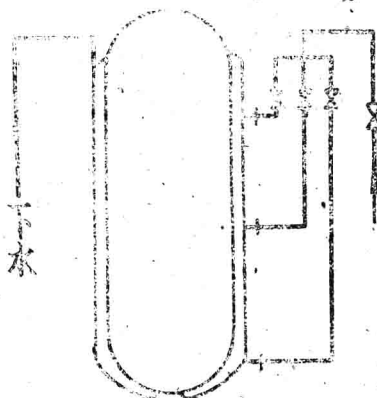
曾在5号釜上加装了一只测量上层物料温度的电阻温度计，并将上下两只电阻温度计同时校验，使其读数完全一致。在维持玻璃温度计读数在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 范围内的条件下，观察到上下两只电阻温度计的读数在剧烈反应开始时，同时上升；在达到最高值后又同时下降。上层电阻温度计读数一般比下层低 0.5°C ，在反应剧烈期的温升一般为 $1.6-1.7^{\circ}\text{C}$ 。由此可见，玻璃温度计不够灵敏。没有反映出真正的温升，而在整个5号釜内，最高与最低物料温度差为 $2.1-2.2^{\circ}\text{C}$ 。其他釜，在维持玻璃温度计读数保持在所需温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的条件下，其反应剧烈期的下层物料温升有达 $2.5-3.0^{\circ}\text{C}$ 的；如假设其上下层物料温度差亦为 0.5°C ，则全釜最高与最低物料温度差即为 $3.0-3.5^{\circ}\text{C}$ 。

b 釜内可能存在着一个反应剧烈区，应进一步研究物料在整个釜内是否均匀。在研究釜内物料温度差的过程中，发现夹套内上中下三点的水温也有区别。而且三点之差也随着反应的进展作有规律的变化。在研究这一变化的原因和影响时，发现在反应初期，即使把中下二层水阀关闭，仅在夹套上层通冷却水，物料温度也能保持在所需范围内；下层温度非但不见上涨，有时还下跌；随着反应剧烈期的到来，不得不把中层水阀逐渐打开，以维持物料温度；再过一定时间，下层水阀也必需逐渐打开。

由此推测，釜内可能存在着一个反应区。在反应初期，这一区在釜的上部。随着反应的进展，这一区逐渐向下延伸，直至扩展到整个釜内物料层。造成这一现象的原因，可能是由于我国所用聚合釜都是瘦长型釜，氯乙烯单体的比重较轻（在反应温度下约为0.85），而搅拌器又是向上推的推进式搅拌器，以致在初期氯乙烯单体小滴大都悬浮在上层，而在上层形成反应区。随着反应的进展，颗粒比重逐渐增大，釜内物料也渐趋均匀。但这些只不过是初步估计，还没有得到确切证明。不过这一问题对聚合温度的控制非常重要，还需要作进一步研究，来摸清釜内物料是否真有不均匀情况。

r. 反应剧烈期物料温度上升，可能是由于冷却夹套和管道安装上的缺点所引起的；天原化工厂聚合釜夹套上有三个冷却水进口，分布在上中下三点，但只有一个出口（在夹套的最高处）。三个进水口分别接有三根分管，都接在总进水管上，三分管各有阀门一

个，总管也有阀门；夹套出水管则没有阀门控制（详见图四）。天原化工厂习惯操作法是将上、下两层进水分管阀门全开，将中层进水阀门稍为少开一点，平时只调节总管阀门。在记录上记总管阀门打开的圈数，一般不动分管阀门。



图四 聚合釜夹套进出水示意图

由于三根分管内水流所受阻力不同，上下阻力之差总随流量增加而增加。因此，当总水阀逐渐打开时，上进水口水流增加得比中下进水口要多。从中下二层水温在反应初期和反应剧烈期基本不变来看，可以设想这二层所传出热量的多少，基本上和它们之中水的流量成正比。再由反应剧烈期上层出口水温下降到几乎和进水水温相仿来看，也可以设想夹套上层早已达到其最大传热能力，水量已大大超过需要。在这种上层已达到其最大传热能力，中下二层则由于水量增加得不够而不能充分发挥其传热能力的情况下，总传热能力虽有所增加，但可能仍不足以传出反应剧烈期的全部多余反应热，因此，物料温度有所上升。

综合以上所述，可以看出，天原化工厂在现行生产中还没有能把聚合温度控制在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的范围内。既然英、日等国产品，在已经把聚合温度严格控制在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 范围内的条件下，还包含一定量的分子量过高和过低的聚合物，并且英国D65/1树脂也表现了高分子和低分子聚合物较多，而所需要的中等分子量聚合物反而较少的分子量分布，那么天原树脂含有较多过高和过低分子量的聚合物，也是可以想象得到的。

②关于聚合配方和加料中杂质的影响：

这次调查在这方面所做的工作很少，只能提出一些表象。

a. 聚合配方：国内各厂都沿用苏联IIΦ型树脂的配方，分散剂为明胶，引发剂为偶氮二异丁腈。虽然经过几年的实践，各种成分的相对量略有改变，但没

有根本性的改变。

这种配方决定了树脂颗粒的基本形态是多孔性较差的光滑球体。这种配方也决定了国产树脂在聚合之后，必需多经受一个高温过程，即碱处理（其目的主要在于除去残余的偶氮二异丁腈，同时也除去明胶），而在资本主义国家的流程中是没有这一步骤的。

天原化工厂曾试用聚乙烯醇为分散剂，但在所试的配方之下，聚合很难控制在应有范围内。

天原化工厂也曾作了一定数量的改变配方的试验，以求得质量的改进。从各批试验产品的颗粒形态来说，只有用磷酸将聚合物料的pH值调节到2.5—3的那一次的试验产品在颗粒形态上和国外树脂差不多。上海化工厂也认为这种试验产品的加工性能较好。但这种试验只做过一次，其结果的再现性和磷酸的腐蚀性都有待于多次试验来证明。

在聚合配方中，天原化工厂把明胶量由设计中规定的45公斤（对5吨单体而言），减到十几公斤，并在一定程度上把改变明胶量当作改变成品粒度的措施（明胶越多，树脂颗粒越细。所加明胶的绝对量和明胶的质量有关）。但天原化工厂还没有能总结出一套定量的关系。

6. 单体中乙炔含量的影响。从调查结果来看，虽然还不能说明乙炔在聚合过程中究竟起什么作用，其机理为何，但可以看出，单体中乙炔含量增加时会使转级率增加（转级率是因粘度不合格而使成品由预定的牌号转为其他牌号的次数，在总聚合次数中所占的百分比）。

b. 单体中水含量的影响。在这次调查对单体中的水含量没有进行测定。但按现有设备和现行操作来推断，可以肯定单体贮槽中有水，且沉积在单体贮槽底部。在每次往聚合工段送料时，先将这部分打入聚合工段的单体计量槽，从而被当作单体加入聚合釜中。由于这部分水在单体贮槽和单体计量槽的液面计中都表现不出来，所以也不能知道每次加入聚合釜的量。但可以断定，每次加入的水量是不同的。即使这部分水是经过蒸馏的，应不含杂质，但由于水量的变化，使得每次实际所加单体量也在变化，因而影响了配方的准确性，当然也在一定程度上影响了成品的性能。

r. 水中硬度对聚合的影响。天原化工厂所进行的小试验证明，用软水作为聚合用水时，所得树脂质量比用硬水时好，可使低分子量聚合物少些，约为15%以下（而用硬水时为20%左右）。据上海化工厂反映，这种试验产品在加工时变色情况较好些。天原化

工厂在试验中用的仅是锅炉用软水，如能采用离子交换水，则效果可能更好。

d. 其他杂质。根据文献记载，铁离子能起阻聚作用，因此要求严格控制各种原料中的含铁量。

由各种设备和管道带来的铁锈碎屑，即使不影响聚合，亦会影响成品的灰分及含铁量。虽然目前成品的这些指标已能符合部颁标准的规定，但尽量除去锈屑，对成品质量总是有利的。

另外，根据文献记载，氧和二氧化碳都对聚合不利。因此，要求把聚合釜内的空气尽量排除干净，聚合用水也要求脱氧和脱二氧化碳。按现行操作，水中肯定含有氧和二氧化碳，其量则未能测定。

③关于聚合工段其他过程对成品质量的影响。

在这次调查中曾对同一釜料于不同时间取出了三个样品：一号样品是由聚合釜刚放入沉槽槽，在加碱升温以前的树脂；二号样品是已经碱处理，离心过滤和洗涤，但尚未干燥的树脂；三号样品是已经干燥的成品树脂。取这些样品的目的本来是为了研究碱处理和干燥这两个高温过程对树脂颗粒形态的影响。在显微镜下看来，三个样品的颗粒形态几乎完全相同。由此可见，树脂颗粒的基本形态是在聚合过程中形成的。为了进一步弄清碱处理和干燥这两个过程是否影响树脂的多孔性，曾请厂方把这三个样品送请上海化工厂做加工试验，观察其吸收增塑剂速度是否有差别。由于送样时间较迟，尚未取得结果。

从树脂白度来看，二号样品比一号红；三号又比二号红，足见在碱处理和干燥两个过程中，树脂都有一定程度的分解。虽然天原化工厂已把碱处理温度由原设计规定的95°C降到75°C，但分解还是很明显的。至于干燥，天原化工厂把原设计的两套平行操作的干燥器改为串联操作；这样提高了设备能力，但延长了树脂和热空气接触的时间，对质量会有一定影响。

在这次调查中也曾对同一釜料的成品在装袋时、装袋后一天和装袋后两天分别取样，观察其白度，也记录了取样时树脂的温度，其结果如下：

样品号	取样时间	取样时树脂温度	白度
1	装袋时	79.5°C	—
2	装袋后24小时	60.5°C	比一号样品显著变红 和二号样品颜色相仿
3	装袋后48小时	47°C	

由此也可见，长时间的高温对树脂的影响这一问题是由于设计流程中缺少一个冷却步骤所造成的。

4. 关于改进成品质量的建議

由于质量问题极为复杂，许多问题还有待于較长期的科学研究来确定，这次調查，至多只能算找到了一些綫索，因此还不能提出具体改进的建議，而只能提一些供进一步观察和測定的建議。希望在把問題弄得更为明确之后，再由有关方面共同商討解决。所提建議如下：

①关于聚合反应温度控制的建議：

a. 校正所有玻璃溫度計及电阻溫度計，这样既利于进一步弄清問題，也有利于减少在不同釜內所制同牌号树脂間的差异。

6. 把一个釜的上层电阻溫度計管接长，使能指示中层物料温度，并在此加装經過校正的电阻溫度計一只，使能同时观察聚合过程中各层物料温度的变化。

b. 根据观察到的各层物料温度的变化，确定主要測温点和控制方法，使整个物料温度在全部过程中維持在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的范围内。

r. 請考虑改变“不动分水管閥門只調节总水管閥門”的操作法。試驗在反应剧烈期，在总水管閥門已全部打开的情况下，适当地关上上层分水管閥門，并观察是否能达到增加中、下层水量，以增加总传热量，而防止物料温度上升的效果。

π. 在当整个物料温度于全部过程中均能維持在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 范围内以后，取样测定成品的分子量分布，并和国外树脂及国产的未能維持在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 范围内的树脂作比較，并請上海化工厂作加工性能的比較。

②关于减少单体中的水被带入聚合釜的建議：

建議改接聚合工段氯乙烯計量槽的下料管，使不由底部出料；而在液面計能够指示的一定高度的槽外出料。在槽底裝一放水閥，以便在水积存到一定数量时，把它放出。

③关于改进干燥过程的建議：

a. 在天原化工厂中，在第一干燥管的空气入口处有散发水蒸汽的設備和管道，增加了入口空气的湿度，建議設法除去这种干扰。

6. 着手研究在干燥后增加冷却过程。为此，建議首先摸清現有干燥器的最大生产能力。研究是否有可能用一根干燥管（經适当修改后）进行干燥。如有可能，則既可縮短干燥時間，减少树脂分解，又可以把第二根干燥管改为冷却之用。

④关于改进聚合原料过滤器的建議：

为了防止鉄锈等机械杂质进入聚合釜，建議改进明胶过滤器及单体过滤器；并增加一个水过滤器。这些过滤器，特别是单体过滤器的接管都要滿足过滤后不存料的要求。

編 者 的 話

着随我国化学工业的发展，化工設計工作对技术情报资料的需要日益迫切。几年来，我們不断听到从事化工設計工作的同志們要求加强化工設計技术情报工作的建議，广大化工設計人員希望有一个技术情报刊物，提供更多更准确的情报资料，交流各院、各行业的設計經驗。

鑑于这种情况，为了满足化工設計工作对技术情报资料的日益增长的需要，沟通各院的情况，我們根据化工部《关于对各专业技术情报中心站目前出版情报资料的补充通知》，决定从1963年起出版这份《化工技术资料化工設計专业分册》。通过这个刊物，我們將向广大化工設計人員介紹国内外化工設計技术的成就和經驗（包括設計管理工作的經驗），报道与化工設計有关的技术情报消息。我們希望这个刊物的出版，对推动化工設計战綫上技术情报工作的开展，对促进我国化工設計技术水平的提高，都能起到一定的作用。

《化工技术资料化工設計专业分册》是化工部技术情报研究所主編的《化工技术资料》的一部分，是化工設計战綫的中心技术情报刊物，它将为全国化工設計部門和設計人員服务。因此，我們希望，全体从事化工設計工作的同志們都能大力支持和利用这一刊物，踊跃地投稿，不断地提出批評和改进意見，使它的質量不断得到提高。

由于我們缺乏办刊物的經驗，謬誤之处一定不少，热烈欢迎各方面的讀者給予批評指正！

《化工技术资料化工設計专业分册》編輯部

扩大水銀法烧碱生产的技术問題探討

张 有 讓

(一) 概 述

近20多年来,由于塑料、合成橡胶、溶剂、漂白剂、洗涤剂、去叶剂、有毒化学品等各种氯气产品在各个工业部門、农业及日常生活中起着巨大的作用,以及人造絲、肥皂、造纸工业、石油工业等、特别是化学工业对烧碱的大量需要,使氯碱生产在世界工业中的地位显著提高,在此期间,氯气产量增加达九倍之多,全部氯气工厂的能力已在1000万吨以上。預計到1965年可能增长到1120万吨,而到1970年則有可能达到1530万吨。在資本主义国家中,氯气工业的生产能力目前只被利用了80%。1960年美国的氯气产量占該年世界氯气总产量的55%,而欧洲各国的氯产量則占世界总产量的32%。五十年代末期世界各种制氯方法所占的比重是:隔膜法——49%,水銀法——47.1%,熔融盐电解——3.3%,化学法——0.6%。总的看来,电解法制氯碱的生产已据绝对优势。

由于化学纖維和其他合成产品对高純度烧碱需要量的日益增长,以及水銀法生产純淨烧碱的技术进步,1960年水銀法烧碱产量已占世界总产量的~47%,而在西德則高达94.2%。美国也从1950年占5%上升到1959年占24.4%,苏联将从1957年所占之10%上升到1965年水銀法占全国生产量之35%。总的趋势是水銀碱的增长超过隔膜法。

本文想从我国目前水銀电解法制氯碱工业的技术水平出发,結合世界先进技术成就来談談近期内我国在扩大水銀碱生产中应注意的几个技术性問題,为适应在新的发展时期中,各有关部門对高純度烧碱用量日益增长的需要情况下,为积极做好技术准备工作,提供一些参考性意見。

(二) 关于高純度烧碱的其他几种 主要制备方法

上面已談到世界上水銀法电解的进展速度比隔膜法要快,但迄今用隔膜法生产烧碱还是为数极大,而且其产量绝对值仍在不断地增长着,这除了在許多情况下,只需一般质量的工业烧碱时,采用隔膜法生

产本身即属合理外,而生产方法的选择还取决于各国、以至一个国家的各个地区的电和蒸汽价格的对比关系,一般以在蒸汽价格高和电价低的情况下采用水銀法制氯碱才是合理的。当然,还要考虑到水銀资源的多少、技术条件如何等因素在内。因此,許多国家长久以来对利用隔膜电解烧碱加以提純进行了若干工作,而且某些已工业化。仅就美国研究和使用的方法即有如下几种:

① 氯萃取法:或称之为哥伦比亚D—H法,即在压力約为60表压下,温度为60—80°C时,用70—90%氨液从50% NaOH液碱中萃取出杂质(NaCl、NaClO₃)。

② 硫酸盐法:即将硫酸鈉加入烧碱内来沉淀呈三项复盐 NaOH·NaCl·Na₂SO₄ 状的氯化鈉,此法提純后的烧碱质量很低,硫酸鈉含量为0.5%,食盐含量达0.4%,故虽亦被相当大規模地运用着,但尚不能与氨法提純相竞争。

③ 水合結晶法:用此法时,NaOH从其呈水合物 NaOH·3.5H₂O 或 NaOH·2H₂O 形态的溶液中結晶出来。霍克(Hooker)公司已取得此項专利权,但很少被采用。

④ 渗析法:此法須强烈地稀釋溶液,并在用多孔板清除杂质之后还要再行蒸发,因此这种方法被認为是不經濟的。

目前在用氨法提純隔膜碱的生产中,成品中一般只含約0.08% NaCl 和0.0002% NaClO₃,碱内氨含量不高于0.0002%,氨被循环地使用着,其消耗量仅是其損失量(1—1.5公斤/吨),送来提純的全部烧碱中的95%可被制成精品。加拿大专利中又改善了提純方法,它是在60°C时把压力降低到28表压以下,所用之氨溶液在重量比为 NaOH:NH₃=13:5.37时,浓度不低于88%(重量)。他們認为在設備能力不低于每昼夜生产50吨烧碱时,氨法提純的經濟性仍属存在,并随着生产能力的提高获利可更大些,整个生产过程已是完全自动化了,設備都可由一人管理,提純一吨烧碱約消耗0.55吨蒸汽,16.0度电能,105米³水和1.5公斤氨損失量。这部分的基建投資費用約占蒸发車間成本內的30%,劳动力消耗仅0.445工/吨,提