

农药研究论文集

科学出版社

农药研究论文集

1949——1958

中国农业科学院植物保护研究所农药研究室编著

科学出版社

1959

內 容 簡 介

本书收集了中国农业科学院植物保护研究所农药研究室1949—1958年十年来农药研究論文50篇。内容包括,农药的合成、加工、分析和生物試驗四个部分。在合成方面介紹了一些新的有机氯和有机磷杀虫剂、杀菌剂、除莠剂和杀螨剂等的試驗室內和中間型的制造方法;在加工方面介紹了烟剂、乳粉、乳膏等的加工方法和对农药加工上所存在的問題而进行的研究結果,並包括了湿润剂、乳化剂的試制和应用方面的試驗結果;在分析方面,包括多种新农药的分析方法和对已有分析方法的改进意見;在生物試驗方面包括一些著名药剂的藥效、藥害、动物試驗和毒理試驗等結果。

农 药 研 究 論 文 集

中国农业科学院植物保护研究所农药研究室編著

*

科学出版社出版 (北京朝陽門大街117号)

北京市书刊出版业营业許可証出字第061号

中国科学院印刷厂印刷 新华书店总經售

*

1959年11月第 一 版

书号: 1959 字数: 353,000

1959年11月第一次印刷

开本: 850×1168 1/32

(京) 0001—3,000

印张: 13 3/8

定价: 1.90 元

序 言

解放以后由于农业生产上的迫切需要,我所在党的领导下,很快就开始了农药研究工作。首先研究成功了666原粉的制造方法,并在1951—1953年进行了大量生产,对防治蝗虫和在反细菌战中起了很大作用,同时将制造技术全部移交給化工厂投入工业生产,使我国有机合成农药工业有了良好的开端。666原粉大量生产以后,随之而来的是这些666原粉的加工問題。虽然当时有的农药厂也进行了加工,但是加工品的质量很差,就以可湿性666为例,药效只相当于国外产品的一半,所以加工质量必須加以提高。因此我們就从改进可湿性666的质量着手,开始了农药加工研究工作,生产了大量的农药加工品。为了保证药效就随之要求有一定的质量标准和檢驗办法,因此农药检定工作也随之开始。为了满足农业上防治多种病虫害的需要,农药就必须向多品种发展;为了适应这一形势,就必须进行生物試驗工作,同时农药加工质量的研究以及农药規格制訂与修改等工作也必須有生物試驗的結果作为依据,因此生物試驗工作也就很快的加强起来了。所以我們的工作包括了合成、加工、检定、药效和药害的測定等方面,甚至于动物毒性試驗也作了一些,給今后农药研究工作打下了初步基础。十年来农药工作有了很大的发展,但由于人力所限,我們的工作做的还不够多,也不够深入,不过在科学为生产服务的思想指导下,我們的工作力求与生产相結合,因此本論文集集中大部分的内容是为了解决实际問題而进行研究并获得的試驗結果。

在合成方面对,研究每一个新药剂的时候都是既要考虑到药效和經濟价值,又要考虑到生产上的可能性,以便在农业生产上很快地发挥作用。十年来試制成功了很多种新药剂,并已有不同規模的生产。

在加工方面，通过对全国主要农药加工厂生产的实际观察研究和室内試驗，已經基本上了解了农药加工厂的實際生产情况，明确了粉剂和可湿性剂在生产技术上的主要問題，对粉剂和可湿性剂质量的不断提高，起了推动作用。到目前粉剂和可湿性剂的质量已經基本达到使用的要求。在研究中找出一种新的加工型式——乳粉。它具有药效高，价格低等优点。 γ -666 的浓缩方法获得成功，已被生产上所采用。同时为了就地取材，遍地开花，满足农药的大量需要，提出了一些簡易的加工方法。此外还开始了湿润剂和非离子型乳化剂的研究，已获得初步成果。

在农药分析方面，根据我所的研究結果已于 1956 年协助商业部和农业部制訂了正式的农药規格，此后又提出了一些新农药的規格草案。几年来对原有的分析方法不断的进行改进研究，以作为修訂农药規格的依据。

在生物試驗方面已明确了一些药剂的药效和使用浓度，以及某些药剂产生药害的原因；初步明确了 666 的顆粒細度与药效的关系。此外对所內和所外的农药样品进行药效測定，作为生产和研究工作上的依据。

为了庆祝建国十週年，謹将我所农药研究室十年来的工作成果加以整理，大部分写成論文，汇集一編，作为礼品，献給我們伟大的党，并提供有关部门参考。

中国农業科学院植物保护研究所农药研究室

1959 年 7 月 1 日

目 录

序言.....	i
666 的制造研究	1
E605 小型生产試驗.....	17
E1059 試制研究	35
有机磷內吸杀虫剂西梅脫及其类似化合物合成研究.....	68
有机磷內吸杀虫剂 O,O-二乙基- β -(乙硫醇)乙基二硫代磷酸酯 (M-74) 及其类似化合物的合成研究.....	77
焦磷酸四乙酯的試制.....	88
二硫代焦磷酸四乙酯的試制.....	97
杀虫剂毒杀芥制造研究.....	101
氯丹的試制研究.....	110
用 DDT 副产品对氯苯磺酸制造杀螨剂氯杀	120
代森鋅制造研究.....	129
2,4,5-T 制造研究.....	134
单子叶除莠剂 IPC 的試制.....	138
T-666 的濃縮方法	144
666 中四种异构体的分离及其在甲醇及乙醇中的溶解度	156
农药加工厂生产技术上的几个主要問題.....	164
6%可湿性 666 悬浮率下降問題的研究	171
666 各种制剂在不同貯藏条件下的物理化学性质的变化	185
有关 666 制剂在使用和貯藏上的一些問題.....	196
鉄及填料的 pH 对 DDT 分解現象的观察.....	201
E605 和 E1059 乳膏的配制	210
一种新型的农药加工方法——DDT 乳粉的加工的研究.....	215
蔥油浓乳剂.....	235
DDT 土膏的配制方法.....	239
666 烟剂	242

胶体砷·····	251
可湿性剂湿润性的試驗·····	258
湿润剂性能測定·····	264
石油酸渣的利用·····	271
双甘油椰子油酸酯乳化剂的大型試制·····	285
几种非离子型乳化剂的合成及其对 E605 乳化性能的測定·····	291
“聚环氧乙烷高油酯”乳化剂的合成及其对几种有机磷制剂乳化性能的 研究·····	302
666 粉剂及可湿性剂空白測定方法的改进·····	311
666 原粉及其加工品的总 666 含量及細度測定方法的改进·····	316
关于温度对測定悬浮率时的影响問題·····	325
25% DDT 乳剂乳化力測定方法的改进·····	330
DDT 分析方法的探討·····	332
极譜法及分配色层分离法測定 666 中 γ -666 的一些問題和改进意見·····	335
五种有机汞制剂的极譜分析法·····	351
六种新农药的极譜分析方法·····	357
毒杀芬的极譜分析法与毒力关系·····	364
可湿性药剂可湿性的相对測定方法·····	370
6% 可湿性 666 对棉株的药害試驗·····	374
666 药粒的細度同杀虫效力的关系·····	380
25% DDT 乳剂不同溶剂不同配方对植物的药害試驗·····	383
几种药剂防治粘虫的比較試驗·····	386
E1059 乳剂浸棉种防治蚜害試驗·····	393
内吸剂——西梅脫及 M-74 拌种防治棉苗期蚜虫試驗·····	404
胆硷酯酶血液測毒試驗·····	407
E605 对白鼠毒性的試驗·····	412

666 的 制 造 研 究*

董 新 陈耕陶 王君奎 王志忠 陈昌柏 卞紹莊 謝 儀

在 666 原粉的制造研究工作中,首先要解决的是有关 666 合成的一些問題。其中包括主要原料苯和氯的規格的确定,合成方法的选择,合成器的設計,各种反应条件对合成作用的影响,合成过程中的具体操作以及如何提高 γ -含量等問題。其次为有关蒸餾的一些問題,例如采用何种蒸餾方式,用什么器材,如何使蒸餾系統和苯的回收系統不受盐酸和氯的腐蝕。最后为 666 成品的处理,包括成品的洗滌和干燥等問題。

666 的 合 成

一、合成方法的确定及合成器的設計

根据文献記載 666 的合成可用“气相氯化法”,即将苯加热使成蒸气然后与氯化合,也可以用“低温氯化法”,即将結晶的苯与气态的氯或液氯化合,或将液氯直接加入苯中使其化合。我們一方面因受試驗室条件的限制,另一方面因为这两种方法应用到生产上去的可能性都比較小,所以并未进行試驗。仅将“液面氯化法”和“液相氯化法”加以比較。

(一) 液面氯化法 最初采用液面氯化法。使苯沿玻璃合成器的管壁不断流下呈一薄膜,同时将氯由下部通入逆流而上,在苯的表面上起作用而生成 666。液面氯化管(见图 1)的主要部分为一 2 米长的双重玻璃管,内管直径 2.5 厘米,外管直径 5 厘米。

* 此項工作是在 1949—1952 年进行的。

反应时苯由上部苯平衡器(1)流经(2)延内外管的表面流下。苯的流速由(1)中苯的液面高低决定。氯由液氯瓶放出后经过平衡器、流速计及分枝管(3)流入氯化管内。冷水由内管下端进入,上端排出,以便吸收反应过程中发生的热量。(4)为温度计插入口。氯化后苯溶液流到底部经侧管流入次氯化管,在此管内使剩余的氯与苯充分反应,最后由下端活门放出。生成的盐酸气由(5)放出,用氢氧化钠吸收。所用的光源为日光,在分枝管(3)及其与氯化管的连接处为了避免生成 666 堵塞管口,均用黑漆涂布。虽然如此若反应时间稍长,仍难免堵塞,以致试验无法进行。同时在氯化管表面上时常生成 666 结晶,因而减低光的强度,影响反应速度。此法不易控制,如苯的流速太大,则合成液中含 666 太少,苯的利用率太低。如苯的流速太小,则未反应的氯将不断逸出合成器外,尚须收回。此外在操作时很难使苯沿氯化管壁全面下降。如采用此法进行生产,必须要很多单位,很难应用到大规模生产上去,因此未作深入研究。

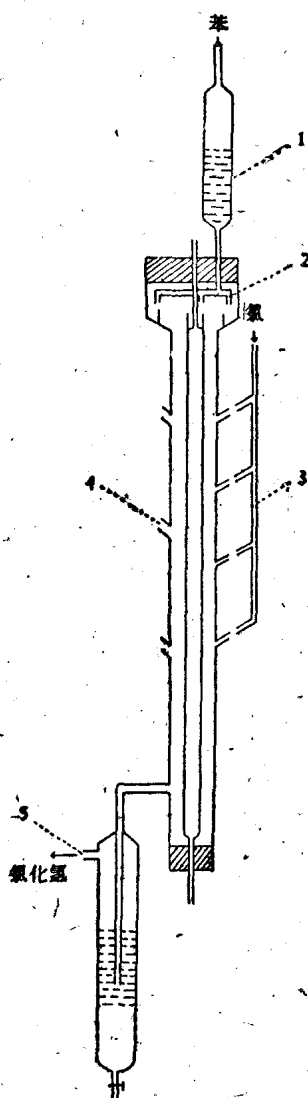


图1 液面氯化管

(二) 液相氯化法 液相氯化法即将氯直接通入苯内,使其反应生成 666。液相氯化管(见图 2)为一长 1.5 米直径 5 厘米的玻璃管。苯由分液漏斗(4)加入,氯由下部侧

管(7)通入;底部有活栓可将反应后的苯溶液放出。反应时生成的热可用螺旋管(6)通冷水冷却,以便维持一定温度。温度计可以捆在螺旋管上。反应时生成的盐酸气先经过冷却器(3)使其中所含的苯蒸汽完全凝结,经过一个安全瓶(2),再通入蒸馏水瓶(1)内,以便将盐酸气全部吸收。光源为2只40W的日光灯,装在氯化管的两侧,距管壁约1厘米。通入一定量的氯以后,氯化管内的苯即被生成的666所饱和,放出后用蒸汽蒸馏,即可得到666结晶。此法操作简便,条件容易控制,每次所得合成液的浓度可以一致,原料的利用率也比较高,所以决定根据此法设计合成器。

在设计合成器之前,先用大缸代替合成器进行了比较大规模的试验,进一步观察大量生产时可能发生的問題和应注意的事项。所用的大缸高约110厘米,上口内径55厘米,底部内径35厘米。缸上加木盖,盖上有直径5厘米的圆孔七个,插入长130厘米,直径5厘米的玻璃管七根,其中三根各装日光灯一只,其余通入冷水当做冷凝器用,直径2.5厘米圆孔两个,插入两根通氯管,另外有直径7厘米圆孔一个,上加玻璃盖,是为了观察缸内反应进行情况和采样品用的。试验时先加工业纯苯75公斤,在缸内的深度约为50厘米,然后通氯,其流速为每小时5公斤,温度控制在30—40℃,反应非常平稳。从这个试验中得到以下几点经验:

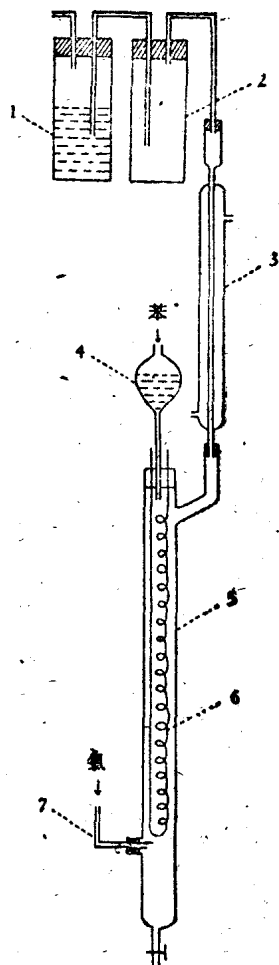


图2 液相氯化管

(1) 只开一个通氯管即可使全部苯溶液均呈黄绿色, 说明无须另加搅拌即可使氯溶于苯内分布均匀。

(2) 若暂时停止通氯也不加搅拌, 则围绕每一个日光灯在 8—9 厘米半径以内, 苯溶液的绿色在 2—3 分钟内即可消失, 在此范围以外, 绿色可保持数小时之久。所以一个日光灯的有效照射半径为 8—9 厘米。

(3) 每缸每小时可以合成 666 原粉 5—7.5 公斤。实际上每支日光灯只利用 $3\frac{1}{2}$ 稍多一些, 3 只日光灯共 120 瓦, 实际上最多只利用了 50 瓦, 以此计算每度电可以制造 666 原粉 100—150 公斤, 效率是很高的。

(4) 因苯溶液的深度只有 50 厘米, 通氯速度稍大就不能完全吸收, 所以将来设计合成器时应尽可能加高。

根据以上结果合成器(见图 3)应采用长圆形的。使氯由底部通入以后与苯充分进行反应。40W 的日光灯效果很好, 又能大量

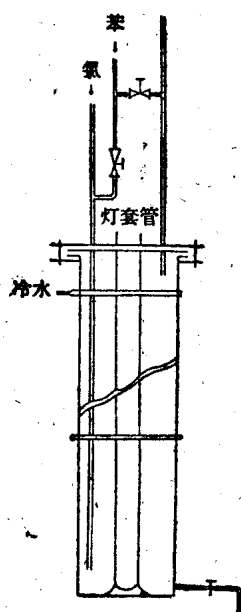


图 3 666 合成图

供应, 所以就用它作光源。将日光灯放在合成器的中央使光能全部被利用, 为了避免日光灯偶然被打破发生危险, 在外面加一个玻璃套管保护它。又因为日光灯在苯溶液内的有效照射半径为 8—9 厘米, 所以合成器的直径应为 16—18 厘米。以后经试验证明只增加合成器的半径, 不增加光的强度是不能提高生产效率的。合成器的高度决定于日光灯的长度约为 120—140 厘米。合成器的有效容量为 16—18 升。在合成过程中同时生成一部分氯化氢, 它在合成液内的饱和浓度为 0.3%。又因为有游离氯存在腐蚀性很强, 所以合成器的材料选择比较困难。在当时的条件下以采用玻璃合成器最合适。曾用铅制的合成器进行试验, 但因铅不纯只含铅 88%, 又因苯内含有水分, 试验 2 小时就

腐蝕的很严重。天津化工厂曾用鉛合成器进行生产,以后因产品质量不好又改用玻璃的。我們也設計过一套耐酸陶磁的合成器,內径 45 厘米,并計劃連續生产,但因当时生产耐酸陶磁的工厂技术条件較差,所有节門全部漏苯,管道接头太多,漏苯的可能性更大,而且操作人員看不見內部反应情况很难控制。所用玻璃合成器因直径較小,器壁較薄,用冷水沿合成器的外壁流下即可使溶液冷却,很容易維持 40—50℃。但用耐酸陶磁合成器时就必須在內部增加冷却装置,不但使合成器复杂化,增加制造与按装上的困难,而且減少了合成器的有效体积,由于以上种种原因未繼續进行試驗。

二、对原料的規格要求

(一) 苯的規格要求 在小型試驗时完全用化学純的苯,以后曾試用进口的工业純苯沸点为 79—81℃,結果都很好。为了解决大型生产問題就必须采用国产工业苯作原料,当时曾試用石景山鋼鉄厂 1949 年副产的工业苯沸点为 99—110℃,結果产率很低,而且产生很多油状物質。因此将苯內所含杂质对合成反应的影响进行了以下的試驗,結果見表 1。

表 1 苯內雜質对于 666 合成反应的影响

	苯用量 (克)	氯用量 (克)	反应 時間 (分鐘)	粗 666 量 (克)	油状物 (克)	氯化 氢量 (克)	产 率 % (按氯用量計算)
工业純苯	884	227	30	305.5	0	0	97.9
工业純苯去噻吩	708	240	32	330	0	0	100.6
工业純苯加 10% 甲苯	695	281	63	250.7	97.0	—	65.7
石景山苯	881	142	30	68.7	60.3	110	35.4
石景山苯去噻吩	625	—	19	39.2	45.9	27.6	—
石景山苯氯化一次 后收回再用	884	131	30	137.6	48.4	36.4	77.1

最初以为是苯內含有噻吩的原因,遂用浓硫酸将噻吩除去,結果油状物質并未減少,可見噻吩对 666 合成的影响并不大,也可能

是石景山工业苯中含噻吩根本不多。石景山工业苯中另一个可能影响 666 合成的杂质就是甲苯,因为在工业纯苯中加入 10% 的甲苯,合成后就产生很多油状物质,产率也大为降低,油状物质的嗅味与用石景山工业苯合成的极为相近。根据表 1 的结果估计石景山工业苯中约含甲苯 10% 以上。油状物质的主要成分为苯氯甲烷和少量的苯二氯甲烷。石景山工业苯如用过一次收回再用,油状物就少得多,很可能是其中甲苯已大部用掉,起了纯化的作用。由此可知氯化时氯和甲苯的取代作用比氯和苯的加合作用容易一些。根据以上试验结果,合成 666 应当采用沸点为 79—81℃ 的工业纯苯,并使其中尽可能不含甲苯。

(二) 氯的规格要求 进行试验时完全使用液氯,其纯度在 99% 以上。氯化时很快的被苯吸收,反应进行的很快也很正常。有时个别的液氯罐起初排出的氯,虽然也能很快的被苯吸收,但反应进行的很慢,即使在日光照射下,反应速度还不及正常状态下的 1/2。但是当全罐的氯已放出 1/10 或 1/20 以后,反应又可以顺利的进行。可能因为混有其他气体而使反应速度延缓。

由电解槽直接出来的氯往往含有其他气体,假如对合成没有影响,则采用电解槽的氯可以节省液化设备降低成本。我们曾在液氯中加入 6.3—27% 的空气进行合成,结果用了 237.8 克的氯才合成了 158 克 666,约有 1/2 的氯因含有空气不能被苯吸收。同时一部分苯被氯和空气带走,使苯的损失达 46.5 克,此外氯化氢也产生的较多约为 5 克,因此最好采用液氯作原料。1952 年天津化工厂因为设备所限,曾采用电解槽的氯直接生产,反应速度稍慢一些,还能比较顺利的进行生产。

三、反应条件对合成反应的影响及其控制方法

(一) 空气对感应期的影响 开始通氯时氯被苯溶解,溶液渐呈黄绿色,这时反应速度很低,温度上升速度很慢,每分钟约上升 1 度,5 分钟以后温度上升加快至每分钟 2 度,约 10 分钟后作用突然猛烈,温度上升可达 60—70℃。此时被溶解的氯因温度升高,有

一部分分离出来,使溶解驟然呈沸騰状态,有时溶液溢出器外,随后因反应速度增加,溶液的黃綠色很快的消失,此后反应即进入正常状态。从反应开始到沸騰为止这段时间暂时称之为感应期。为了明确发生感应期的原因,我們把很多可能的因子都进行了試驗,結果(見表 2)說明并不是因为反应开始时温度太低的原因。反应前曾將苯的温度升高到

表 2 各种因子对感应期的影响

	感应期(分钟)
苯先加热至 20℃	9
苯先加热至 42℃	9
苯溶液維持 22.5℃	20
加噻吩	8.8
苯中帶水	8
苯中加甲苯	5—6
与氯同时通入空气	无限延长
666 溶液通空气后再合成	8
对照	9

42℃ 并没有改变感应期。用大量冷水冷却苯溶液使其在反应过程中不超过 22.5℃,也不能阻止其驟然沸騰。此外水分、甲苯、噻吩也都不是产生感应期的原因。最后发现空气,主要是氧,是感应期存在的主要原因,若在通气

时同时通入空气,就始終不发生驟然沸騰現象。若在已过感应期的溶液内通空气 1 分钟,然后通氯感应期仍然存在,而且还是 8—9 分钟。由此可知有少量空气存在时,可以减低反应速度,一旦空气消失后,反应速度加快,温度上升,又因为苯内已溶解有大量的氯,于是就发生驟然沸騰現象。控制的方法是减低通氯速度,加强冷却和加入少量新苯。

(二) 温度对合成反应的影响 进行試驗时苯、氯都是連續通入,合成液也是連續放出。先控制在一定温度 (30—35℃) 然后繼續合成約 15 分钟,取样分析。可以想象此时反应大部分是在这个温度下进行的。然后将温度升高到 40℃ 再合成約 15 分钟,另取一个样品。如此每升高 10℃ 取样一次共取样 5 个,除第一次取样 700 毫升外,其余 4 次均取样 800 毫升。蒸餾后由所得 666 的量計算每分鐘的平均产量。并測定总 666 含量及 γ -666 含量,結果見表 3。

由表 3 的結果可知在 60℃ 时合成速度最大,温度过高过低都

表3 溫度对 666 合成的影响

溫 度 ℃	合成時間 (分鐘)	蒸餾后 总固体重 (克)	每分鐘 平均产量 (克)	感應期 (分鐘)	氣流速 克/分鐘	氯化氢 (克)	总 666 %	γ -666 %
30—35°	32	230	7.2	10	3—4.5	0	99.15	—
40	25	175	7.0	—	5.5—6.5	0	99.05	12
50	17	258	15.4	8	13.5	0.043	98.83	13
60	12	231	19.2	7	15—17.5	0.015	98.05	13
70	12	197	16.4	8	20—22	0.016	97.40	13

能降低反应速度。升高温度有增加氯化氢产量的趋向,但增加的数量不多。温度升高使总 666 的含量稍微降低一些,可能因杂质较多,但不显著,温度对 γ -666 含量的影响不很大。

(三) 光源对合成反应的影响 試驗的最初阶段是利用太阳光,苏联 Bēzobrazov 和 Molchanov 曾用 1 瓩普通电灯^[1], Neil, McIlhinney 和 Dunlop 用 1 瓩石英水銀灯作光源^[2]。我們曾試用 1 瓩的普通电灯和 40 瓦的日光灯作光源,所得 666 的丙体含量都是 12—13%,沒有显著的区别。但日光灯是长形的,可以放入合成器內,电的利用效率比一般电灯約高 100 倍以上。一支 40 瓦日光灯的能量每小时約可合成 666 5 公斤。

(四) 通氯速度及終点的控制 氯的进口在合成过程中經常堵塞,使反应不能正常进行,有一个时期是工作中的主要矛盾。曾試用有色玻璃作通氯管,以防在管口形成 666 結晶,結果无效。以后才发现在管口附近 666 結晶的形成,是由于苯在管口蒸发較快的原因。又試驗在合成器底部加硫酸或磷酸,使进氯管口不与苯直接接触,也不能解决問題。最后将进氯管的直径加大到 2.5 厘米,通氯速度加大到每小时約 10 公斤,并在每合成一次以后用新苯冲洗一次,才将堵塞問題完全解决。

終点的控制方法可以采用合成器壁上开始出現小粒結晶作为終点的标誌。同时随合成液浓度的增加其体积也不断增大,液面不断上升,也可以作控制終点的参考。

除以上各种因子以外合成液的浓度对 γ -666 含量並沒有显著

的影响,但浓度愈高苯的利用率愈大(见表4),所以合成液的浓度应尽可能高一些,一般可达35%。

表4 合成液浓度对苯氯的利用率及 γ -666 含量的影响

合成时间 (分钟)	合成液浓 度(%)	成品重 (斤)	γ -666 (%)	苯利用率 (%)	氯利用率 (%)	HCl (克)	合成液内 HCl (克)	总HCl量 (克)
35	21.6	5.3	11.0	45.9	107	—	—	—
—	21.8	5.3	11.8	42.4	85.5	—	—	—
56	25.4	6.4	11.8	50.9	93	2.13	29.8	31.9
40	26.6	6.8	12.9	71.5	—	—	27.5	—
58	31.2	8.0	12.5	51.9	105.8	8.49	49.0	57.5
53	34.2	9.4	11.8	64.5	102	3.69	34.0	37.7
66	35.6	9.9	11.5	80.6	97	—	45.1	—

合成 666 时如在每 10 升苯中加 1—2% NaOH 水溶液 1—2 升,可以使感应期不显著,从开始就可以大量通氯,合成的速度也比较快。尤其是在光照弱的时候,采用这种办法比较方便,但是苯和氯的利用率都比较低,不过对产品中的 γ -666 含量并没有影响。结果见表 5。

表5 NaOH 对 666 合成反应的影响

处 理 方 法	重复合成 次数	每次时间 平均 (分钟)	每小时平 均生产斤 数	苯利用率 %	氯利用率 %	γ -666含量% (生物测定法)
苯 10 升加 1.5% NaOH 溶液 2 升	60	32	14.4	54.4	91.17	13.3
苯 12 升	41	49.8	11.9	68.2	94.7	13.3

合成液中 666 的分离和苯的收回

一、用循环合成法分离 666

最初曾试用此法分离 666,即先制成较浓的合成液,再利用 666 在低温度时溶解度较小的特性,降低温度使合成液中一部分 666 结晶出来,然后用离心机将结晶分离出去,所得溶液继续氯化以后再分离结晶。此法看起来很简单,事实上存在很多问题。由第一次试验的结果(见表 6)可以看出以下缺点:

表6 666 的 循 環 合 成

循环次数	合成时间(分钟)	氨用量(克)	溶液体积(立升)	溶液比重	溶液浓度(%)	溶液内固体物重量(克)	每次循环溶液内增加固体物重量(克)	666 结晶重量(克)	固体物总重量(克)	每分钟产量(克)	溶液内固体物性质	结晶的666含量(%)	理论重量(克)	产率(按未计算)(%)
第一次試驗, 开始时用苯 13.5 升以后不再加苯, 用液面合成法														
1	180	1758	13.2	0.980	22.0	2904	2904	420	3324	18.47	—	—	901	51.3
2	120	998	11.6	0.996	22.8	2645	—248	2350	2102	17.51	—	—	569	53.1
3	120	1488	10.0	1.046	30.0	3000	366	1395	1761	14.68	—	—	403	27.1
4	80	1816	7.9	1.051	31.6	2496	—489	1205	716	8.90	—	—	194	10.6
5	30	—	4.0	1.110	42.4	1696	—	1780	—	—	—	—	—	—
第二次試驗, 开始时用苯 1,000 毫升, 每次合成后加苯补足 1,000 毫升, 也用液面合成法														
1	30	179	131	0.971	17.0	154	—	150	304	10.13	白	—	—	62.17
2	25	169	59	1.041	24.5	95.5	—	134.5	230	9.20	淡黄	98.9	—	—
3	29	207	113	1.049	29.1	54	—	220	274	9.44	淡黄	—	—	65.08
4	30	201	139	1.075	33.5	47	—	240	287	9.57	—	99.0	—	55.04
5	11	123	62	1.087	35.9	87	—	58	145	13.18	—	—	—	62.77
6	30	202	105	1.123	37.4	0	—	229	229	7.63	—	98.9	—	57.91
7	12	199	100	1.124	39.6	74	—	128	202	16.83	—	—	—	54.16
8	30	207	—	1.141	—	—	—	320	—	—	带油	98.0	—	—
9	30	230	—	1.162	36.1	—	—	190	—	—	油状	—	—	—
10	30	234	266	1.188	50.1	123	—	327	450	15.0	油状	98.6	—	45.36