

# 我国腐肥发展概况

(对生产技术的几点看法)

上海化工研究院技术情报室编

上海科学技术情报研究所

我国腐肥发展概况

上海化工研究院技术情报室编

\*

上海科学技术情报研究所出版

新华书店上海发行所发行

上海新华印刷厂印刷

\*

开本: 787×1092 1/16 印张: 2.5 字数: 64,000

1976年8月第1版 1976年8月第1次印刷

印数: 1—14,300

代号: 151634·299 定价: 0.35 元

(限国内发行)

TC4

2

# 毛主席语录

什么“三项指示为纲”，安定团结不是不要阶级斗争，阶级斗争是纲，其余都是目。

列宁为什么说对资产阶级专政，这个问题要搞清楚。这个问题不搞清楚，就会变修正主义。要使全国知道。

逐年增加化学肥料，是一件十分重要的事。

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

FC44/04

# 目 录

|                                    |       |
|------------------------------------|-------|
| 一、前言 .....                         | ( 1 ) |
| 二、腐植酸类肥料的生产方法 .....                | ( 2 ) |
| (一) 直接氨化法 .....                    | ( 2 ) |
| (二) 酸处理氨化法 .....                   | ( 3 ) |
| (三) 碳铵法 (一步氨化法) .....              | ( 4 ) |
| (四) 空气氧化氨化法 .....                  | ( 6 ) |
| (五) 臭氧氧化氨化法 .....                  | ( 7 ) |
| (六) 硝酸氧解氨化法 .....                  | ( 9 ) |
| (七) 碱抽提法 .....                     | (10)  |
| (八) 复合肥料生产法 .....                  | (12)  |
| (九) 沤制发酵法 .....                    | (15)  |
| 三、腐植酸类肥料的肥效情况介绍 .....              | (17)  |
| 四、对生产技术的几点看法 .....                 | (20)  |
| (一) 关于工业生产方法的讨论 .....              | (20)  |
| 1. 一步氧化-氧化法 .....                  | (20)  |
| 2. 酸碱预处理法 .....                    | (21)  |
| 3. 加压或催化氧化法 .....                  | (22)  |
| (二) 关于土法生产中的一些问题 .....             | (24)  |
| 1. 关于原料煤的水份、粒度和加氨量的问题 .....        | (24)  |
| 2. 关于简化土法生产流程的建议 .....             | (26)  |
| 3. 泥炭的直接施用问题 .....                 | (27)  |
| 4. 泥炭与农家肥配合使用的问题 .....             | (28)  |
| (三) 关于腐肥的品种 .....                  | (29)  |
| 1. 煤中腐植酸活化磷矿制腐磷 .....              | (30)  |
| 2. 腐氮磷钾复合肥料 .....                  | (30)  |
| 3. 腐钠与腐铵联产流程的建议 .....              | (32)  |
| 4. 其它腐肥品种 .....                    | (33)  |
| (四) 腐肥生产与工业“三废”利用相结合 .....         | (34)  |
| 1. 硝酸尾气氧化氮的利用 .....                | (34)  |
| 2. 含 $\text{Na}^+$ 离子“废液”的利用 ..... | (34)  |
| 3. 其他工业生产“三废”的利用 .....             | (35)  |
| 4. 关于苦卤的利用 .....                   | (35)  |

# 一、前 言

腐植酸类肥料是我国劳动人民就地利用泥炭、褐煤、风化煤为原料，试验生产发展起来的一种新的肥料品种。

1958年，在总路线、大跃进、人民公社三面红旗光辉照耀下，全国许多地区出现了一个大搞腐植酸类肥料的群众运动，并取得了一定的成绩。但是，由于受了修正主义路线的干扰和破坏，曾一度使这一新生事物受到压抑，没有得到发展。

经过无产阶级文化大革命和批林批孔运动，腐植酸类肥料才有了新的发展。遵照毛主席“深挖洞，广积粮，不称霸”和“备战、备荒、为人民”的伟大教导，为了多快好省发展腐植酸类肥料，1974年6月原燃化部在山西大同召开了北方12个省（区）发展腐植酸类肥料经验交流会。同年11月原燃化部和农林部在湛江—南宁召开了全国腐植酸类肥料试验推广经验交流会。会后，发展很快。截止1975年9月底，二十四个省市、自治区生产各类腐植酸类肥料四千零一十八万吨，大大超过了原来的要求。据统计，1974年全国生产的腐植酸类肥料约二百万吨左右，其中广东、广西、山西、河北四省（区）的产量都达到三十万吨以上。

许多地区不断总结经验，扩大品种，提高质量，进行科学试验，组织大面积推广施用。河北省张家口地区，坚持专业勘探和群众找矿报矿相结合，专业科研和群众科研相结合，大搞腐植酸类肥料的群众运动出现了新的高潮。1975年5月底同湛江现场会议前相比，原料点由二十个增加到一百八十四；生产厂点由二十九个发展到一千零五十二；产量由二万多吨增加到三十二万吨；施用面积由十四万亩扩大到二百八十万亩；肥效试验点由四十五个发展到九百二十个。广东湛江地区在大抓普及的基础上积极开展科学试验，不断总结提高。全区已办公社、大队两级小腐植酸类肥料厂一百八十六个，1975年已生产了腐植酸类肥料八十万吨以上。腐植酸类肥料，不但施用于粮食作物、经济作物，而且逐步扩展到进行喂养猪、牛、鸡、兔等动物的试验研究。

山西晋城县，河北宣化县，广西贵县等地贫下中农自力更生，土法上马大搞“地头式”的生产，取得了很大的效果。他们的经验是“三个人，两口锅，一天能搞两吨多”，“几把镐头几担筐，几根杠棒几个缸”。大量的肥料就是用这土办法搞出来的。山西晋城县南村公社磷肥厂，为了推广生产腐植酸类肥料，组织全厂职工，走出厂门，深入农村，跑遍全公社三十一个大队的山、沟、岭、坡查找资源，举办训练班，帮助生产队办起一百多个腐植酸类肥料生产点。1974年黑龙江省农业生产资料公司和农业科研部门的同志，深入农业第一线，在全省七十五个县、市，五百多个公社，二万二千个生产大队组织推广使用草炭混合肥料（即用草炭加部分氮、磷化肥和人畜尿沤制而成）取得了很大的成绩。广西浦北县发动群众，土法上马，利用竹竿作“钻探器”进行勘探，初步摸清了泥炭资源在全县有三百五十多处，为大搞腐植酸类肥料创造了有利的条件。

据各地试用后反映，一致认为腐植酸类肥料是一种既能增产又能养地的好肥料。既可以用作基肥、追肥，也可以浸种、拌种、蘸根。从各地试验结果来看，只要施用得当，对各种作物都有不同程度的效果。由于试验条件和土壤条件的不同，每斤肥料（含腐植酸百分之四十以上），

有的可以增产粮食半斤左右,有的可以增产1斤左右。

此外,我国发展腐植酸类肥料的资源条件很好。泥煤、褐煤和风化煤等原料在我国分布广、蕴藏量大,开采利用也比较方便。例如:泥煤,据了解全国约有六百五十多个县有资源,面积分布在三百万公顷以上,储量估计有四百亿立方米。风化煤大部分省、自治区都有,山西、河南、内蒙、四川、贵州、陕西、宁夏、江西等省(区)储量比较多,尤其是山西、河南豫西储量更大,而且腐植酸含量也比较高。褐煤主要分布在东北、西北、西南、华北。内蒙煤田大,煤层多,而且厚,质量较好;云南省褐煤储量约有四十五亿吨,分布面广,全省一百二十八个县,一百二十五个县有褐煤资源,而且大多是土状褐煤,腐植酸含量高达40~60%。黑龙江、吉林、辽宁、四川、山东、贵州、新疆、甘肃、福建、河南、广西、广东、山西、安徽、浙江等省(区)都有大量的褐煤,全国储量约有一千二百三十亿吨左右。

在湛江—南宁召开的全国腐植酸会议上,原燃化部、农林部和中国科学院联合召开了腐植酸类肥料科研工作座谈会,确定河北张家口、陕西延安、河南洛阳、广东湛江四个地区为全国腐植酸类肥料科学研究协作会战点。四个会战点根据二部一院的指示精神,分别召开了科研工作协作会议,制订了科研规划,安排了任务。参加会战的同志,在地区党委的一元化领导下,认真贯彻执行“以农业为基础,工业为主导”发展国民经济总方针,为无产阶级政治服务,为社会主义建设服务。坚持生产、科研、使用和工人、贫下中农、科技人员二个三结合。力争在两、三年内,对于腐植酸类肥料的肥效和经济效果,作出科学的结论。

## 二、腐植酸类肥料的生产方法

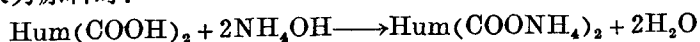
目前我国比较成熟的腐植酸类肥料生产方法主要有如下几种:

### (一) 直接氨化法

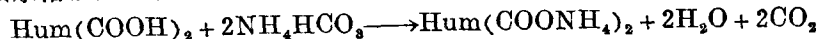
直接氨化法是目前我国最普遍采用的生产方法。各地处理的方法基本相同,只有设备繁简(土洋)区别。

氨化反应比较复杂,主要反应如下:

(1) 氨水为原料时:



(2) 碳铵水溶液为原料时:



式中 Hum 代表腐植酸的芳香核。

反应在常温下进行,有中和热放出。为了防止氨损失,采用密闭式氨化器,使它在一定程度上利用中和热和由于氨挥发而产生的氨气压力以促进氨化反应。其工艺流程见图一:

直接氨化法不仅具有工艺简单,操作易掌握,建厂投资小,见效快,生产成本低等特点,而且还可以土法生产。本法的缺点是原料煤未经酸析或氧化等活化处理,氨化时反应进行较缓慢。为使氨化完全和氨的损失减少,除严格控制原料煤粉碎细度外,则采用二段氨化和充分熟化的方法是比较好的。如福建省泉州腐植酸厂采用下述流程生产腐植酸铵。如图2:

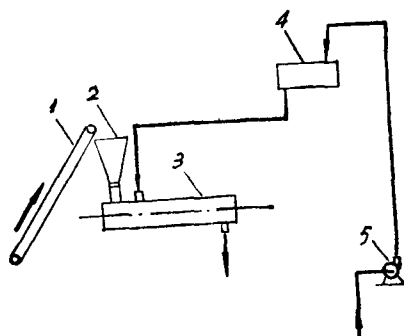


图1 直接氨化工艺流程图

1. 皮带输送机；2. 粉煤漏斗；3. 氨化器；4. 氨化高位槽；5. 氨水泵

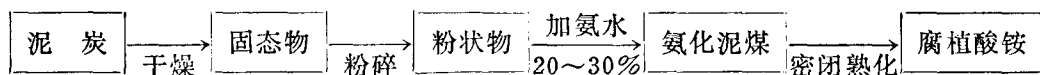


图2 福建泉州腐植酸厂的工艺流程

江西轻化研究所、江西工学院、向塘磷肥厂，针对单绞龙氨化器容易产生堵塞现象，自己设计制造了双绞龙氨化器，其主要结构参数是：壳体长 2200mm，螺径 350mm，螺距 100mm，二轴中心距 221mm，主轴转速 36 转/分。这种氨化器在物料混合方面比单绞龙效果好。另外二条绞龙轴上的叶片是彼此交错排布，二轴相同（或相背）运转的，因此反应物料在二个轴上和叶片上粘附和积累，由于叶片彼此间的刮削而不能无限制的增加，氨化器内部便相对地存在一个比较恒定的空间，以供物料的混合和输送，从而保证了设备不堵塞，能长时间运转。经向塘磷肥厂腐肥车间试用，认为不但生产能力提高，产品均匀，质量良好，而且设备运转正常。双绞龙氨化器具有结构简单，制造容易，投资少，上马快，便于推广等特点。

云南省煤炭化工厂为扩大肥源，支援农业，积极利用生产褐煤蜡工业过程中产生的小于 3 毫米的残渣为原料，拌上氨水，生产腐植酸铵肥料。福建省泉州腐植酸厂，几年来，充分利用生产工业腐植酸之废渣，配上氮肥、磷肥生产腐植酸铵、腐植酸磷、硝基腐植酸铵等肥料，取得良好的效果。

土法生产方法非常简单，是目前农村社队生产腐植酸铵肥料的主要方法。其特点是制造简单、成本低，适宜农村就地取材，就地加工，就地使用，便于大搞群众运动。生产方法一般将原料经日晒后加以粉碎、过筛，然后每 100 斤原料加 10~15 斤农用氨水（或者用 4~5 斤碳铵）加以混和，堆放熟化五~七天，即可使用。

## （二）酸处理氨化法

酸处理氨化法是用盐酸或硫酸处理，酸析含钙镁较高的风化煤，使它成为游离腐植酸，以水洗除去钙镁，再氨化制成腐植酸铵的方法。山西交城化工厂用盐酸酸析氨化生产腐植酸铵的工艺流程如图 3：

几年来的生产实践证明，在生产这种肥料的过程中，必须注意掌握下列事项：

（1）风化煤的粒度一般以通过 60~80 目为宜，过细时反应激烈，会影响腐植酸质量，增加

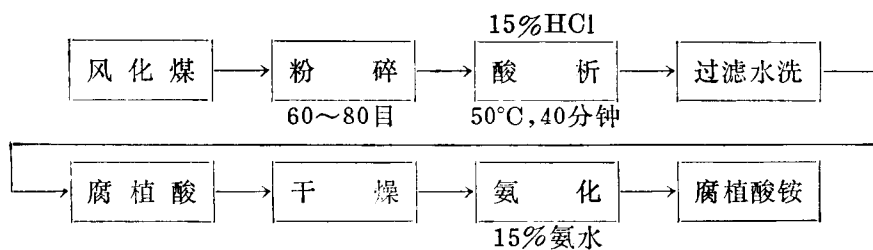


图3 山西交城化工厂工艺流程

耗电量;过粗时,反应不完全。

(2) 要控制滤饼水洗时间。如果洗涤后酸度过低,则水中的钙镁离子又返回到腐植酸,生成不能被植物吸收利用的不溶性腐植酸钙镁,如果洗涤后酸度过高时,反应所生成的无机盐洗不尽,影响产品质量。其反应:



其生产工艺流程见图4:

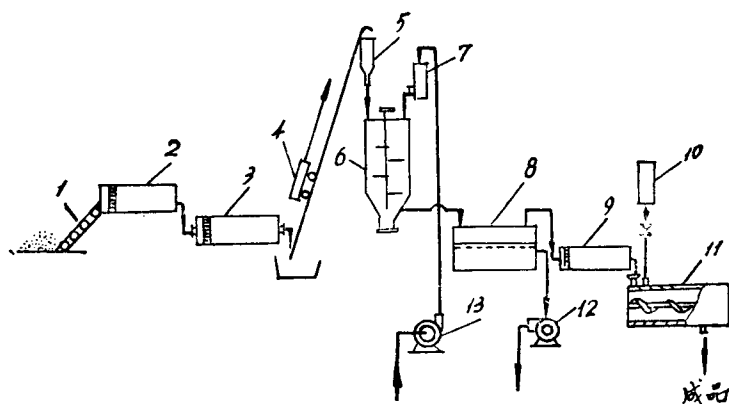


图4 盐酸法工艺流程

- 1.皮带运输机; 2.9.回转干燥机; 3.球磨机; 4.运煤粉车; 5.贮煤粉斗; 6.酸化反应器; 7.酸高位槽; 8.过滤池;  
10.氨水高位槽; 11.双绞氨化机; 12.真空泵; 13.酸泵

硫酸酸析氨化法的生产流程基本上与盐酸酸析氨化法相同,只是酸析以后所用的洗涤剂有所不同,因为使用硫酸酸析反应所生成的  $\text{CaSO}_4$  溶解度小,不易用水洗去,它留在反应物中不但增加了产品的杂质,而且在氨化过程中使反应生成物腐植酸铵和它起复分解反应,降低产品中水溶性腐植酸铵的含量。

酸处理氨化法所得产品质量:

|       |        |
|-------|--------|
| 腐植酸含量 | 35%;   |
| 总氮    | 3%;    |
| 水份    | 18%以下; |

### (三) 碳铵法(一步氧化法)

碳铵法适用于钙镁含量较高的风化煤的直接氨化法(又称一步氨化法)。碳化氨水中  $\text{CO}_3^{2-}$

与风化煤腐植酸盐中的钙镁离子生成稳定的  $\text{CaCO}_3$  和  $\text{MgCO}_3$  的沉淀,使游离出来的腐植酸与钠离子作用生成腐植酸钠。其反应示意如下:



式中 Hum 代表腐植酸芳香核, Me 代表钙镁离子。

河南洛阳地区,采用碳化度 80~100% 的碳化氨水与风化煤在密闭,加热和搅拌情况下,发生复分解反应,生成腐植酸钠。河南省新安县石寺公社化肥厂一步氨化法工艺流程见示意图 5:

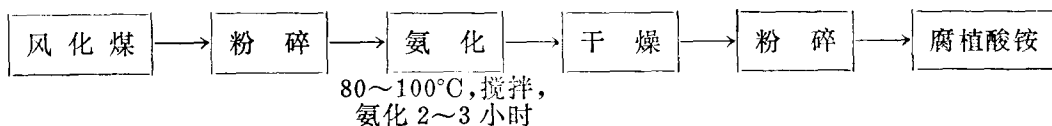


图 5 河南新安县石寺公社化肥厂工艺流程

(1) 原料是新安县风化煤(瘦煤),其性质:

|       |         |
|-------|---------|
| 水分    | 36~40%  |
| 灰分    | 20~30%  |
| 腐植酸含量 | 60%(平均) |
| 钙镁含量  | 10%     |

(2) 配比:

碳化氨水: 风化煤 = 1:6.2

(3) 产品质量指标:

|       |         |
|-------|---------|
| 腐植酸含量 | 40%     |
| 氨态氮   | 2%以上    |
| 水溶性   | 30%(干基) |

一步氨化法的特点是革去了高钙风化煤用酸处理,这样不但节约了无机盐,又降低了生产成本。

目前一步氨化是热法生产,需大量的燃料,每生产一吨腐植酸钠要消耗 250 公斤煤,同时从氨化缸放出的腐植酸钠为浆糊状,干燥后粉碎比较困难,若不经干燥,直接施用也不太方便。

河南省宜阳县在“六口缸,一口锅”温法生产的基础上,又在北京师范大学协助下,经过多次反复试验,初步摸索出“干法生产”和“常温堆沤”两种土法生产新方法。干法生产的产品其特点是“手捏成团,一扔就散”,便于储运,便于使用。

干法生产的流程见图 6:

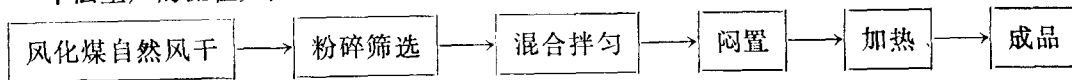


图 6 河南宜阳县化肥厂工艺流程

操作方法:

将烘干(含水量<75%)风化煤粉碎至 60 目,然后把煤粉和碳化氨水(碳铵)混合拌匀,装入塑料袋在常温下闷置 4~5 小时后,放入通有蒸汽的氨化炉内密闭加热,温度控制在 80~90°C, 3~4 小时即可出料。

### 产品质量:

|               |        |
|---------------|--------|
| 含水量           | ~40%   |
| 游离腐植酸         | ~40%以上 |
| 结合腐植酸变为游离酸转化率 | 80%左右  |
| 氨态氮           | 2~2.5% |
| 氨的利用率         | ~80%   |
| 水溶性           | ~10%   |

干法生产和湿法生产比较:

#### I. 生产工艺条件比较如表 1。

表 1

| 生产方法 | 煤氨配比 | 固液比   | 反应温度    | 搅 拌   | 干燥粉碎  | 外 观     |
|------|------|-------|---------|-------|-------|---------|
| 干 法  | 相    | 1.5:1 | 80~90°C | 不 搅 拌 | 不 需 要 | 粉 状 颗 粒 |
| 湿 法  | 同    | 1:1.5 |         | 搅 拌   | 需 要   | 稠 糊 状   |

#### II. 产品质量比较:

取风化煤烘干(含水 30%)过细筛与含氨量 6%的碳化氨水按同样配料比混合均匀,温度控制在 80~90°C,干法反应时间 4 小时,湿法反应 6 小时,其结果列于表 2。

表 2

| 生 产 方 法 | 煤氨配料比  | 产品腐植酸含量 | 氨 态 氮 | 水 溶 性 |
|---------|--------|---------|-------|-------|
| 干 法     | 100:25 | 40.1%   | 1.37% | 2.08% |
| 湿 法     | 100:25 | 22.3%   | 1.02% | 2.57% |

干法生产每吨肥料耗燃料煤 80~90 斤;湿法生产每吨肥料耗燃料煤 140 斤。

干法生产具有投资少,产量高,质量好,操作简便的优点,便于大搞群众运动。装有物料的塑料袋放在氨化炉内密闭加温,虽然腐植酸的转化率和氨利用率有所提高,但塑料袋经烘烤后使用寿命短,成本比较高。为此,试验用散装法,但其产品质量略有降低,需进一步研究加以解决。散装和袋装产品质量比较如下表 3。

表 3

| 装 料 方 法    | 腐 植 酸 含 量 | 水 溶 性 | 含 水 量 |
|------------|-----------|-------|-------|
| 袋 装        | 45.6%     | 2.54% | 37%   |
| 散装厚度 30 公分 | 40 %      | 2.50% | 34%   |
| 散装厚度 40 公分 | 35.1%     | 2.45% | 36%   |

## (四) 空气氧化氨化法

褐煤在较低的温度下(<300°C),经氧气轻度氧解,煤的结构被破坏,生成含有酸性基团的腐植酸类高分子化合物。但是,经氧解后所生成的腐植酸,其水溶性较差,生理活性低。为提

高水溶性和活性,用氨水与其化合,生成腐植酸铵。

辽宁平庄矿务局肥料厂和山东驻军某部化肥厂等单位采用空气氧化氨化法生产腐植酸铵。辽宁平庄矿务局肥料厂工艺流程见图7。

原料煤经干燥、粉碎、球磨至0.2毫米左右粒度,然后加入流化床。流化床的反应温度一般控制在 $220 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的范围。物料在流化床中氧化20多小时,腐植酸含量达40~50%,即为半成品,然后从流化床里放至氨化缸,用5~7%的稀氨水均匀混合,使其迅速反应,生成腐植酸铵。氨化反应温度保持在 $70 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。

空气氧化氨化法制取腐植酸铵,流化床反应器是主要设备。产品的产量和质量情况在很大程度上取决于流化床反应器的运行状态。而其反应状态的控制主要由风量、物料量及温度、原料粒度等因素决定。

产品质量指标:

腐植酸含量

40%

总氮含量

4%

水分

<26%

我国采用空气氧化法生产腐植酸铵肥料的几个工厂,目前生产中存在的突出问题是氧化时间太长,一般需20小时左右,如何缩短氧化时间,提高产量,降低成本是一个当前急需解决的问题。

黑龙江省呼伦贝尔盟扎米诺尔煤炭化工实验厂是一个年产1000吨空气氧化法生产腐植酸铵的工厂,其产品质量较好,含腐植酸50%,灰分20%,水分8%,含氮4%,速效氮3%。1974年扩建为4000吨。目前在常压空气氧化法基础上,开始进行加压流化床空气氧化的试验研究工作。

上海化工学院对辽宁平庄褐煤(原生游离腐植酸10%,可燃基),用1/300重量比的NaOH处理,然后在一个容积 $0.5 \sim 1 \text{ m}^3$ 的小型流化床内,经空气氧化6个小时,温度控制在 $240^{\circ}\text{C}$ ,腐植酸含量可达54%(可燃基)。目前,正在对河北省万全县褐煤(原生腐植酸为25.4%)进行空气氧化试验。初步认为:用碱予处理对原生腐植酸含量较高的煤,能收到比较好的效果。

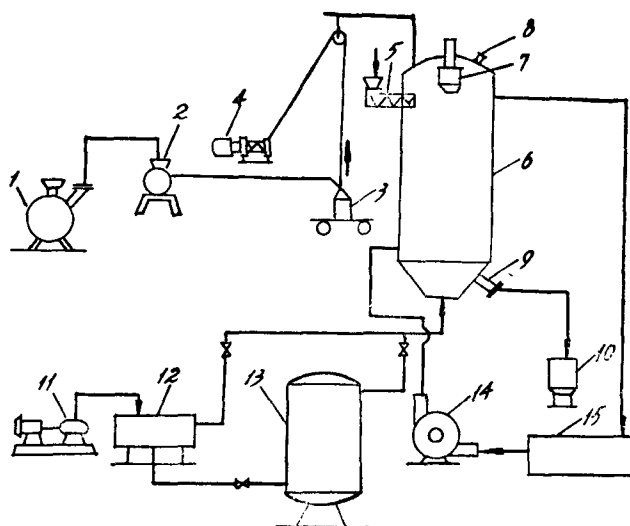


图7 空气氧化—氨化法工艺流程

- 1.锤式破碎机; 2.粉碎机; 3.上料斗; 4.绞车; 5.螺旋上料器;  
6.流化床反应器; 7.旋风集尘器; 8.防爆器; 9.出料口; 10.氨化器;  
11.罗茨鼓风机; 12.冷风包; 13.热风包; 14.冷却水泵;  
15.水池

## (五) 臭氧氧化氨化法

空气臭氧氧化是利用臭氧分解时所放出的氧化能力较强的初生态氧和氧(空气中的氧和

臭氧分解时所生成的氧)一起与煤分子进行较剧烈的氧化反应生成再生腐植酸。它的反应机理与空气氧化相似。但耗电量大,工艺复杂,设备投资大,技术较难掌握。

河北省崇礼县腐植酸化肥厂从1971年以来,采用臭氧氧化法生产腐植酸铵。其工艺流程见示意图8:

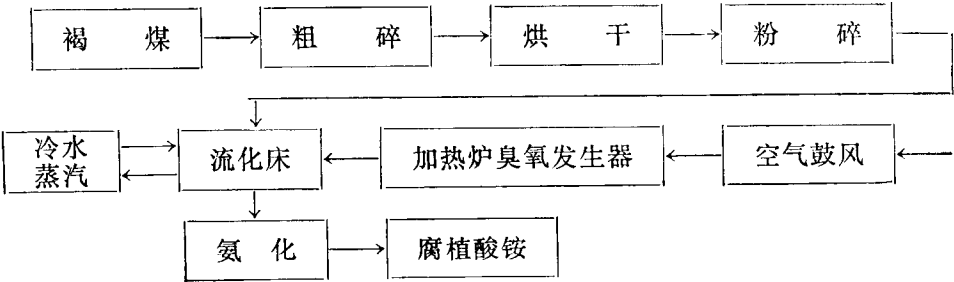


图8 河北崇礼县腐植酸厂工艺流程

流化床操作简述:

褐煤粉(含腐植酸 15.77%干基),从流化床上部进入,经电热炉加热的热风由流化床下部进入,使投入的冷料加热到  $170^{\circ}\text{C}$ ,即改送自臭氧发生器的空气臭氧混合物进行褐煤氧化。氧化过程中放出大量的热,使反应温度维持在  $200\sim 220^{\circ}\text{C}$ ,沸腾氧化时间控制在  $8\sim 10$  小时之内,当氧化煤中腐植酸含量达 40%左右时,可上部投料,下部出料,连续进行生产。流化床结

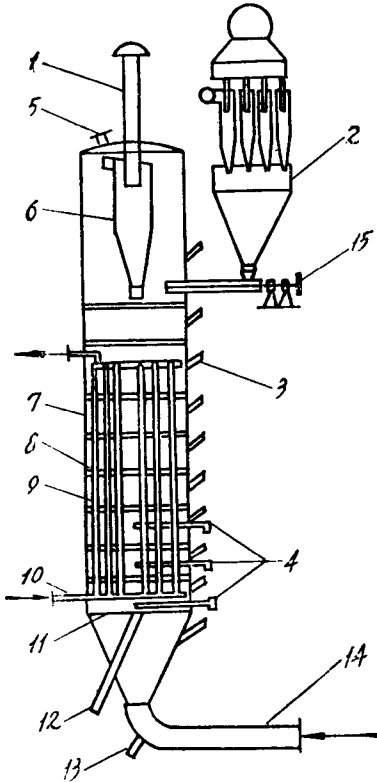


图9 流化床沸腾结构示意图

- 1.尾气放空管; 2.旋风集尘器组; 3.风压管接头; 4.热电偶; 5.防爆孔; 6.内旋风集尘器; 7.流化床; 8.挡板;  
9.冷却管; 10.冷却水; 11.气体分布板; 12.出料管; 13.原料口; 14.鼓风管

构见图9。

崇礼县腐植酸化肥厂,设计能力是10,000吨/年。目前主要存在问题是烘干部分,烘得快了造成产品烘不干的现象,烘得慢了产品容易起火。最近,他们在兄弟单位协助下,试验进行沸腾式烘干,并取得了进展,准备用于生产。

## (六) 硝酸氧解氨化法

硝酸氧解氨化法是我国第一个被应用于工业规模生产腐植酸类肥料的生产方法。

吉林舒兰煤矿与上海化工学院协作曾进行褐煤稀硝酸氧解制造硝基腐植酸铵中间试验研究工作。生产工艺流程见示意图10;

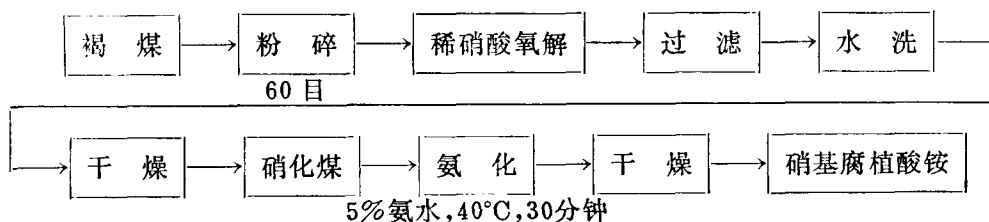


图10 吉林舒兰煤矿硝酸氧解氨化法工艺流程

配比:  $\text{NH}_3$ :硝化煤 = 1:10

1969年吉林驻军某部化肥厂在舒兰煤矿稀硝酸氧解制造硝基腐植酸铵的试验研究基础上,用浓硝酸氧解褐煤,生产硝基腐植酸铵。其工艺流程见图11:

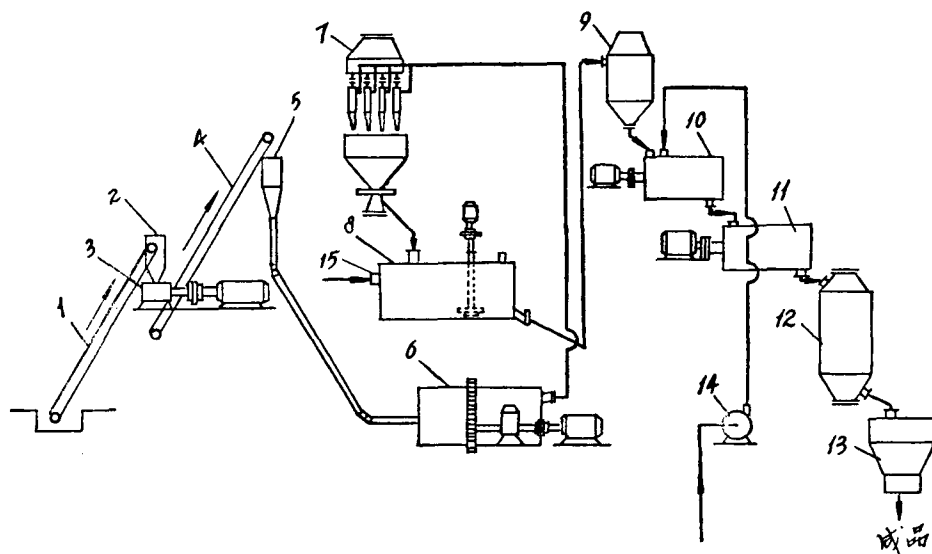


图11 硝酸氧解氨化法工艺流程

- 1.皮带运输机; 2.原料煤斗; 3.颧式破碎机; 4.皮带机; 5.漏斗; 6.球磨机; 7.组式旋风分离器; 8.氧化反应器;  
9.分离器; 10.螺旋氨化反应器; 11.螺旋造粒机; 12.热风干燥器; 13.成品贮斗; 14.氨水泵; 15.硝酸进口

浓硝酸氧解器操作的工艺条件是:

煤酸比 = 1:0.25~0.20, 氧解时间 5~6 分钟, 反应温度 85~90°C, 原料煤粒度 < 0.18 毫

米,所得硝化煤的组成如表 4。

表 4

| 硝基腐植酸  | 硝态氮    | 灰分     | 矿物质    |
|--------|--------|--------|--------|
| 45~55% | 2.5~3% | 18~20% | 32~34% |

硝化煤经干燥,粉碎后氨化,在液相氨化反应器中通入氨水进行氨化的反应条件是:硝化煤:  $\text{NH}_3 = 1:0.05$ , 反应温度  $70\sim 85^\circ\text{C}$ , 反应时间  $2\sim 6$  分钟。

硝基腐植酸铵产品指标:

|           |        |
|-----------|--------|
| 氨态氮 3%    | 总氮 6%  |
| 水份 15~18% | pH = 9 |

### (七) 碱抽提法

碱抽提法是利用腐植酸结构中的酸性基团能与碱起作用,使腐植酸溶于碱中的性能及腐植酸中的黑腐植酸和棕腐植酸组分被无机酸沉淀的特点。抽提时用  $1\sim 2\%$  的稀碱溶液,使腐植酸生成腐植酸钠溶液,如果浓度高于  $3.5\sim 4\%$ ,则减少生成腐植酸水溶液胶体溶液。

吉林师范大学地理系校办工厂、广东茂名大塘煤矿等单位,近几年来用泥炭、褐煤为原料,生产提纯腐植酸和腐植酸钠。

广东茂名大塘煤矿、采用碱抽提、酸析出的提纯腐植酸工艺流程,图 12:

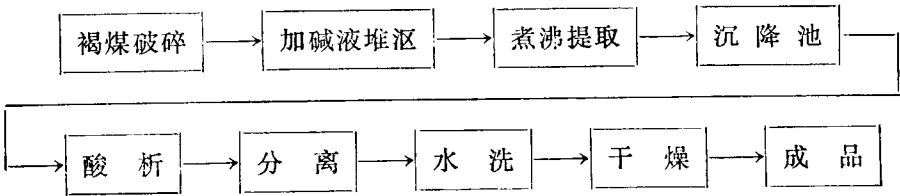


图 12 广东茂名大塘煤矿提纯腐植酸工艺流程

主要工艺条件:

- (1) 原料粒度  $0.6\sim 3$  毫米;
- (2) 碱浓度  $1.5\sim 2\%$ ;
- (3) 酸浓度  $20\sim 30\%$ ;
- (4) 冷浸时间  $8\sim 10$  小时,加热煮沸时间  $30\sim 40$  分钟;
- (5) 酸化控制 pH  $3\sim 4$ ;
- (6) 产品干燥温度控制  $< 80^\circ\text{C}$ ;

目前大塘煤矿试验生产的腐植酸含量达到  $90\%$ ,经田间试验,效果很好。

大塘煤矿进行褐煤加碱液堆沤后,其腐植酸含量的变化情况 (50 斤煤, 20 斤水)列于表 5。

另外,大塘煤矿曾进行堆沤煤加碱,直接用热水提取及缩短煮沸时间等试验,其腐植酸纯度较低 ( $40\sim 50\%$ )。因提取时碱液浓度太小,母液难于澄清,影响产量质量。若用 50 公斤煤加 500 公斤水煮沸后,取出一部份母液静置一昼夜,吸取上层清液 10 公斤,用酸析出腐植酸,

表 5

| 编 号      | 4          | 1     | 2     | 3    | 11   | 12   | 13   | 22    | 备 注                 |
|----------|------------|-------|-------|------|------|------|------|-------|---------------------|
| 加 碱 量(斤) | 0          | 5     | 3     | 1.5  | 5    | 3    | 1.5  | 5     | 腐植酸<br>含量用重<br>量法分析 |
| 堆沤时间(天)  | 0          | 7     | 7     | 7    | 14   | 14   | 14   | 37    |                     |
| 腐植酸含量%   | 5~9<br>原料煤 | 20.25 | 17.23 | 9.38 | 20.4 | 17.0 | 8.98 | 19.95 |                     |

表 6

| 编 号 | 提 取 条 件   |          | 产 品 量(克) | 折 算 率(%) | 腐植酸含量(克) |
|-----|-----------|----------|----------|----------|----------|
|     | 加 碱 量(公斤) | 煮沸时间(分钟) |          |          |          |
| 25  | 0         | 5        | 151      | 9        | 48.3     |
| 26  | 0         | 刚 煮 开    | 114.5    | 7        | 50.85    |
| 27  | 2.5       | 3        | 8.7      | 5        | 84.53    |

晒干后结果列于表 6。

采用泥炭为原料,生产液体腐植酸钠,其生产方法简单,易于推广,是浸种、浸根以及喷施追肥效果较好。方法是:将制备好的泥炭 10 斤加水 100 斤,再加入 0.5~1 斤的烧碱(含量在 80%以上)在锅中充分搅拌后,加热煮沸 10~15 分钟,然后静止 6~8 小时,产生酱油色的溶液,即就是腐植酸钠。

广东湛江地区工业研究所利用土设备,泥炭不经破碎直接用碱冷浸,用粗砂、稻草与绸布组成的过滤装置,试制了含腐植酸 40~50%的粗粉剂,并配制成钠盐,以浓度为 0.01~0.05%的腐植酸水溶液作田间肥效试验,取得良好效果(转化效率较低,但便于大搞群众运动和推广使用)。今年三月,广东省廉江县和吉林师范大学采用喷雾干燥新工艺制取提纯的腐植酸钠粉剂。其特点是:不用酸,工序简单,产量高,成本低,产品水溶性好,施用效果也比较好。

喷雾干燥制取提纯腐植酸钠粉剂工艺流程见示意图 13:

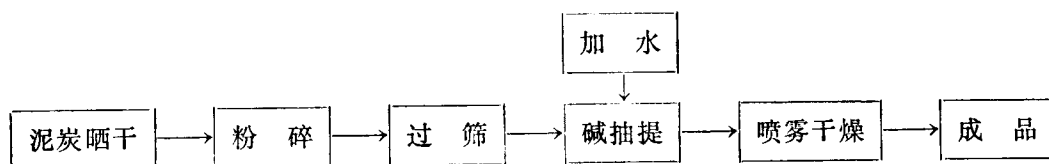


图 13

试验用的泥炭含腐植酸 19%,因泥炭分解高,碱抽前未经过筛。碱化抽提时的配比:

泥炭(干基):水:烧碱 = 10:100:1.3

加热前碱液 pH12,加热煮沸半小时,沉淀 48 小时,取上层腐植酸钠清液,再经一般棉布过滤,这时液体腐植酸钠的波美度为 3.5, pH10。

喷雾干燥是利用生产“杀螟杆菌”农药的设备进行的。喷雾干燥塔高 6 米,直径 1.4 米,塔入口温度为 190~200°C,出口温度为 90~100°C,鼓风机功率 1.7 瓩,风量为 38.6 米<sup>3</sup>/分,风压 117mm 水柱,抽风机功率为 4.5 瓩。

喷雾部分为高压喷雾。喷嘴直径约 0.5mm,喷雾压力为 2.5~3.5 公斤/厘米<sup>2</sup>,喷量为 50~60 公斤/时。成品腐植酸钠粉剂的纯度为 45~66%,粒度极细,色棕褐,水溶性好。经初

步试验,以 0.02%浓度浸稻种和浸稻秧根,稻种出芽率高,秧根多而长,效果明显。试验情况列于表 7~8。

表 7 稻种(包胎矮)浸种时间 28 小时,取出静置 20 小时结果

| pH  | 含 量  | 粒 数 | 出 芽 粒 数 | 出 芽 率 % |
|-----|------|-----|---------|---------|
| 7   | 2/万  | 152 | 149     | 98.03   |
| 7.1 | 4/万  | 111 | 106     | 95.50   |
| 7.2 | 6/万  | 127 | 122     | 96.07   |
| 7.3 | 8/万  | 167 | 158     | 94.61   |
| 7.5 | 10/万 | 145 | 136     | 93.80   |
| 6   | 对 照  | 142 | 133     | 93.66   |

表 8 浸秧根(珍珠矮) 24 小时,秧苗条数 10 条的结果

| 含 量  | 平 均 根 数 | 平 均 根 长 | 根 势 |
|------|---------|---------|-----|
| 2/万  | 5.2     | 1.23    | 强   |
| 4/万  | 3.8     | 0.99    | 中   |
| 6/万  | 4.5     | 1.21    | 中   |
| 8/万  | 4.5     | 1.21    | 中   |
| 10/万 | 3.9     | 0.91    | 中   |
| 水    | 5.0     | 0.69    | 弱   |

## (八) 复合肥料生产法

腐植酸复合肥料是含有腐植酸的泥炭、褐煤和风化煤同氮肥、磷肥或磷矿作用,生成腐植酸磷;腐植酸铵磷等有机-无机复合的肥料。

1. 广西北海化肥厂今年二月曾进行用泥炭和磷矿粉制成腐植酸铵磷肥料加硫酸和不加硫酸的试验,其结果(泥炭含腐植酸 25.4,19%二种,磷矿含  $P_2O_5$  23%);

(a) 泥炭(25.4):磷矿粉:碳铵:硫酸 = 1:1:0.09:0.13

混合后堆沤二天,化验结果:腐植酸:腐铵:氮:有效磷:全磷

= 4.315:35.58:0.546:2.761:12.21

(b) 泥炭(19):磷矿粉:碳铵:水 = 1:0.5:0.09:0.07

混合后堆沤二天,化验结果:腐植酸:腐铵:氮:有效磷:全磷

= 12.11:3.14:0.54:0.747:7.406

(c) 泥炭(19):磷矿粉:碳铵:水:硫酸 = 1:0.5:0.09:0.07:0.09

混合后堆沤二天,化验结果:

腐植酸:腐铵:氮:有效磷:全磷

= 8.048:31.76:0.8279:3.286:7.432

2. 山西太原磷肥厂试验用磷矿代替盐酸、硫酸制成腐植酸磷钙复合肥料。它具有改善磷

肥性能,提高转化率和减低土壤对磷的固定的优点。试验情况如下:

(I) 试验所用原料成份%:

磷矿:

|     |       |     |       |
|-----|-------|-----|-------|
| 全磷  | 20.01 | 水溶性 | 17.17 |
| 枸溶性 | 0.8   | 游离酸 | 2.7   |
| 水分  | 8.22  | 转化率 | 89.41 |

风化煤:

|     |       |        |    |    |
|-----|-------|--------|----|----|
| 腐植酸 | 32~33 | 钙镁含量>1 | 水分 | 12 |
|-----|-------|--------|----|----|

(II) 试验方法:

试验采用三种不同方法进行对比,磷矿细度 10~12目,风化煤细度 80~100目,结果如表 9。

表 9 腐植酸磷钙各种不同配比试验情况

| 编号 | 配 料 比<br>矿:煤:水 | 熟化 10 天肥料质量 |             |       | 熟化 6 个月肥料质量 |             |       | 磷矿转化率 | 复合肥料<br>比磷矿转<br>化率高% |
|----|----------------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|-------|-------|----------------------|
|    |                | 总 $P_2O_5$  | 有效 $P_2O_5$ | 转化率%  | 总 $P_2O_5$  | 有效 $P_2O_5$ | 转化率%  |       |                      |
| 1  | 35:15:12.5     | 12.42       | 11.73       | 94.44 |             |             |       | 89.41 |                      |
| 2  | 35:15:12.5     | 12.01       | 11.20       | 93.26 |             |             |       | "     |                      |
| 3  | 35:15:12.5     | 13.72       | 12.68       | 92.42 | 14.46       | 13.83       | 95.65 | "     | + 6.24               |
| 4  | 35:15:0        |             |             |       |             |             |       |       |                      |
| 5  | 35:20:12.5     | 10.54       | 9.60        | 91.18 |             |             |       | 89.41 |                      |
| 6  | 35:20:12.5     | 10.88       | 10.32       | 95.76 | 13.58       | 13.00       | 95.72 | "     | + 6.31               |
| 7  | 35:25:12.5     | 10.71       | 9.31        | 86.93 | 13.00       | 12.17       | 93.61 | "     | + 4.20               |
| 8  | 35:25:12.5     | 10.13       | 8.82        | 87.07 |             |             |       | "     |                      |
| 9  | 35:30:15       | 8.69        | 7.54        | 86.77 |             |             |       | "     |                      |
| 10 | 35:30:15       | 11.13       | 9.94        | 89.39 | 12.96       | 12.80       | 98.26 | "     | + 8.85               |
| 11 | 35:35:12.5     | 6.42        | 4.79        | 74.61 |             |             |       | "     |                      |
| 12 | 35:35:15       | 8.69        | 6.61        | 74.91 |             |             |       | "     |                      |
| 13 | 35:40:12.5     | 8.44        | 6.52        | 77.25 |             |             |       | "     |                      |
| 14 | 35:40:15       | 8.28        | 6.64        | 80.19 | 9.56        | 9.58        | 100   | "     | + 10.59              |
| 15 | 35:45:12.5     | 7.97        | 6.20        | 77.79 |             |             |       | "     |                      |
| 16 | 35:45:15       | 7.64        | 6.10        | 80.24 | 9.35        | 8.85        | 94.65 | "     | + 5.24               |
| 17 | 35:50:12.5     | 7.51        | 5.87        | 78.16 |             |             |       | "     |                      |
| 18 | 35:50:15       | 7.82        | 6.22        | 80.18 |             |             |       | "     |                      |
| 19 | 35:55:12.5     | 7.24        | 5.68        | 78.45 |             |             |       | "     |                      |
| 20 | 35:55:15       | 7.06        | 5.47        | 77.48 | 8.56        | 8.15        | 95.21 | "     | + 5.80               |
| 21 | 35:25:12.5     | 9.51        | 7.34        | 77.00 |             |             |       | "     |                      |
| 22 | 35:25:12.5     | 10.75       | 8.00        | 74.00 | 12.82       | 12.22       | 95.32 | "     | + 5.91               |
| 23 |                |             |             |       | 14.9        | 13.97       | 93.76 | "     | + 4.28               |