

正交表试验成果汇编

第一辑

中国科学院数学所概率统计室编

1974年7月

51.73
144
1:1

毛 主 席 语 录

政治工作是一切经济工作的生命线。在社会经济制度发生根本变革的时期，尤其是这样。

鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义。

人的正确思想，只能从社会实践中来，只能从社会的生产斗争、阶级斗争和科学实验这三项实践中来。

放手发动群众，一切经过试验。

世界上的事情是复杂的，是由各方面的因素决定的。看问题要从各方面去看，不能只从单方面看。

不能把过程中所有的矛盾平均看待，必须把它们区别为主要的和次要的两类，着重于捉住主要的矛盾。

抓革命，促生产，促工作，促战备。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

目 录

正交设计在我厂应用的情况	北京化工厂技术科情报组	(1)
改进长效磺胺精制成品质量的正交表试验	北京第二制药厂五车间	(12)
正交表应用在气相氧化3-甲基吡啶制备菸酸	北京第二制药厂三车间	(14)
正交表在试制痛可宁中的应用	北京制药工业研究所一室四组	(16)
检验羟基脲的正交表试验	北京制药工业研究所分析组	(18)
邻氯苯甲酸乙酯的制备	北京制药厂化一车间	(19)
北京无线电唱机厂家属连的煮蓝试验		(20)
利用正交设计挑选拖鞋帮配方	北京塑料三厂拖鞋二车间	(21)
用正交设计选定 EVA 泡沫拖鞋的配方和工艺条件	北京塑料三厂试验组	(23)
用正交表试制 $GaAs-Ga_{1-x}Al_xAs$ 双异质结激光器	北京大学物理系激光一组	(25)
用正交设计选择砷还原为砷化氢的最宜条件		
	北京大学化学系分析专业72级1班工农兵学员和部分教员	(26)
用正交表改进白地霉核酸的生产工艺	北京市腐乳厂白地霉核酸三结合实验小组	(29)
羊绒条染工艺的探讨	北京清河毛纺织厂	(30)
优选法确定了条炭的工艺配方	北京光华木材厂	(33)
热风冲天炉试验报告	南京农机配件厂	(36)
缩短球磨时间的正交试验	南京陶瓷厂	(39)
高频电炉生产的合金导板的配方的多因素试验	无锡钢铁厂	(40)
E-25 型减震器配方的试验	无锡减震器厂	(41)
除虫菊工艺的挑选	无锡化工研究所	(44)
聚碳酸酯初步稳定分子量的试验	无锡树脂厂和宁夏化工研究所	(46)
烧结矿配料试验	镇江钢铁厂	(51)
铰链镀铬试验	镇江市有线电厂	(53)
支架发黑试验	镇江市有线电厂	(55)
稻瘟净农药合成的多因素实验报告	镇江农药厂	(56)
液体葡萄糖生产工艺的挑选	镇江市新生食品厂	(59)

应用正交试验设计提高了42支棉纱条干均匀度	丹阳棉纺织厂	(62)
轴承圈热处理退火试验	扬州轴承厂	(64)
涤纶二甲脂酸析工段试验	扬州合成化工厂	(65)
挑选M1040最佳磨削条件	扬州轴承厂	(68)
解放CA-10偏心轴热处理试验	扬州汽车配件厂	(69)
18-甲基炔诺酮环合反应试验	扬州市制药厂	(70)
低熔点合金配比正交试验小结	泰州海光机械厂	(72)
镀锌钝化工艺的正交试验	泰州电镀厂	(74)
用正交表对植酸钙得率试验的小结	泰州油脂化工厂	(75)
胃蛋白酶正交试验小结	泰州生物药厂	(76)
利用正交表安排油选试验	山东省地质局613实验室	(79)
正交表试验的资料		(81)
正交表试验项目索引		(82)
编后记		(84)

正交设计在我厂应用的情况

北京化工厂技术科情报组

1974年1月18日

一、什么是正交设计：

正交设计是用于安排多因素试验的一种科学方法。在多因素的情况下选择最佳条件，采用正交设计法比一般的优选法要方便得多。

根据事物之间普遍联系的法则，决定一个事物的结果，总是多种原因联合造成的。因此我们必须反复领会和深刻理解伟大领袖毛主席关于全面看问题和抓主要矛盾的教导。

科学实验的目的是探索和认识未知的事物，通过实验化未知为知之。

正交设计是同时考察多种因素，多个位级的试验设计，它利用一系列的正交表，可以有计划有步骤地安排试验，正交表具有均衡分散和整齐可比的特点，可以用比较少的试验次数迅速、科学地抓住主要因素，并且找到产生好结果的条件。它的分析计算简单清楚，能为进一步安排试验，提供有分量的依据，节省人力物力和时间，符合多快好省的原则，正交设计法学着容易，用着方便，广大群众易于掌握，因此在试制和生产中，大有推广价值。

二、正交设计在我厂应用概况：

我厂于73年6月请北京大学老师讲了一次正交设计的课，有六十多人参加，有个车间当即报了铬酸钡的题目，随后，车间技术组和生产小组的师傅们在北大老师的协助下，作了两批共17个实验就找到了生产中的好条件，提高了质量，产量由过去的75kg/人月提高到330kg/人月，现在又进了一步，达到500kg/人月的水平，较前提高了七倍。与此同时，另一车间在处理含汞废水和为提高彩色粉质量的工作中应用正交设计也取得了很好的效果。这些都使我们受到了很大启发，认识到正交设计在化工产品的生产上是有广阔的应用前途的，实践证明它是科学的进行实验的先进方法，符合多快好省的原则，很值得进一步推广，于是去年八月份我们召开了经验交流会，有各车间技术班长，老工人等近百人参加，会上介绍了该车间的经验，又请北大老师进一步介绍了正交设计的应用，厂领导同志到会讲了话。会后不少车间都上报实验题目，尤其是一车间，他们领导重视，技术班抓的紧，发动群众继续在更广的范围内进行实验，又取得了一系列的成果。他们把正交设计应用在改革工艺，提高质量，“三废”治理，母液处理等方面，甚至还灵活地运用于选择原料，以及降低消耗等。技术人员，工人同志在实践中尝到了甜头，现在遇到工艺改革以及生产上的难题，需要进行试验的时候，都自然的联想到用正交设计来解决，他们的应用效果十分显著。

其他车间也取得了不少成绩，如含汞废水的处理经过了半年多的努力，进行了多次实验，取得了一千多个数据，这项实验之所以见效较快，除了同志们有明确的指导思想和十足的干劲以外，主要是由于应用了科学的方法——正交设计，合理安排实验，仅选择离子交换条件一项，就使实验工作量降低了80%，现在已试验处理了近20吨含汞200mg/l的污水，处理后

含汞量降至 0.05mg/l 以下。含汞废气汞含量也由大于国家标准 $100\sim200$ 倍，降到符合国家标准，目前已在科学实验的基础上进行设计。

此外还应用正交设计解决了一个老大难问题——醋酸钙的质量难题，这个品种经常出现酸度、含量、不溶物三者之间的矛盾，很难对付。不溶物合格了，酸度却偏高，含量偏低；若含量、酸度合格了则不溶物又不合格，因此合格率只有 20% ，经常返工。应用正交设计后找出了影响产品质量的主要因素在于产品的结晶形状，只要能将各种形状的混合结晶都作成针状结晶，就可解决。他们作了9个实验，其中有5个可以得到针状，从中又进一步找到酸度是关键，按此条件投入生产全部合格，而且质量稳定，作了五批，合格率 100% ，且有一批达到Ⅱ级。该组同志们提出，正交设计还可以广开思路，看看能否进一步提高。于是他们又继续努力用正交设计找工艺条件，解决醋酸呛人的问题，使醋酸用量节约了三分之一，同时又使结晶时间由原来的 $3\sim5$ 天，缩短为 $1\sim2$ 天，按新条件生产的醋酸钙结晶松散，干燥省事，生产周期缩短，质量稳定，也不呛人，取得了很大的成绩。现在小组里遇到什么生产上的困难，同志们就说“是不是来点正交呀！”可见这一新生事物，在他们那里已经多么深入人心。

又如 $2.4-\text{二硝基苯肼}$ ，过去工作量大，经常不合格，完不成任务。他们用正交表作了两批实验，找到了较佳工艺条件，不仅节约了原料，提高了产率，而且质量得到了根本的改进，全部达到Ⅱ级品，顺利地完成了出口任务。

到现在为止，据不完全统计，正交设计在我厂推广应用以来，已经取得成效的品种和项目有13个（到74年7月，已超过30个），简单介绍如下：

1. 改革工艺，提高质量方面：

铬酸钡——总结了经验，北大已收集为教材的实例，《化学通报》74年第1期即将发表。

氯化钡——找出了不溶物不合格的原因，改进了工艺条件，达到Ⅱ级标准，完成了出口任务。

硫酸钡——改革工艺，用正交设计选择溶液的浓度和操作的关键，采取了连续沉淀的方法，使产量翻了三倍，已有文字总结，准备近期发表在《化学试剂资料汇编》上。

$2.4-\text{二硝基苯肼}$ ——改革了合成工艺，现在工艺短，产率提高 $30\sim40\%$ ，质量好，完成了出口任务。北大也已收集作为教材的实例。

醋酸钙——本文前面已作介绍，此处从略。

红色萤光粉——找到了基质的合成条件，取得一定进展，但所得产品受测试条件的限制，许多工作目前不能开展。

氢氧化锶——用正交设计找到了去杂质铁的良好条件，为今后生产打下良好基础。

五硫化锑——过去因为工艺不过关，产品含量不合格，先后经过多次试制，都没解决，最近用正交设计的方法，进行了两批共17个实验，就找到了温度、通硫化氢的速度、五氯化锑浓度、等关键条件，小样和放样实验效果都很好，现正进行放大样的实验。

2. “三废”治理方面：

含汞废水——本文前面已有介绍，此处从略。

含镉，锌废水——原来认为除去镉和锌用沉淀剂 Na_2CO_3 较好，但经正交设计实验后，证明用 NaOH 比前者好得多，现在找到了处理条件，可将废水处理到合乎国家规定的标准。

3. 选择原料方面：

铬酸铅——过去所用原料有醋酸铅、重铬酸钾、硝酸铅、铬酸等，究竟那种更好，经正

交设计试验，选了硝酸铅和铬酸，并重新确定了工艺条件，质量提高，劳动强度降低，生产率有很大提高。

4. 选择处理母液的条件：

磷钼酸——去铁，把过去多年来积聚的次品和渣子处理成了合格品，两个月为国家创造了40万元的财富，作到了综合利用。

5. 分析测试方面：

盐酸羟胺——含量测定，受一些因素的干扰较大，经用正交设计找出了影响的主要因素是酸度和速度，使含量测定能顺利进行。

目前正在用正交设计进行试验的有二氧化铅工艺改革试验，碳酸氢钠的降低消耗试验，酒精新工艺的脱水效果试验，等。

凡是应用过的单位都有深刻体会，正交设计听起来比较新，但用起来并不难，它确实是一种科学的方法，象我厂具有生产品种多、数量小、工艺变化大、生产规模也经常变化这些特点，应用正交设计选择最佳条件尤其必要。

三、几点看法：

最近我们邀请几个车间和研究所等单位进行了一次座谈，综合十余位到会同志的意见，提出如下几点看法。

1. 必须进一步加强宣传，切实推广

“正交设计”，我们许多同志对它还不熟悉。和任何新生事物一样，人们对它有一个认识过程，因此有必要向领导同志和广大职工同志介绍和宣传。

“正交设计”是由北大老师介绍到我厂后开始应用的，现在取得的成果是无产阶级文化大革命在教育革命方面的直接结果，体现了教育、生产、科研三结合，体现了理论与实践相结合，说明了具有丰富实践经验的广大工人同志们是最聪明的，他们完全能够掌握先进的科学技术，也再一次雄辩的证明，实践出真知，人民群众有无限的创造力，而“天才论”，则是没有科学根据，不符合人类发展的基本事实的反动谬论。

通过这段推广正交设计的实践，我们深刻体会到，这不单纯是应用一项新技术的问题，更重要的是进一步认识到毛主席革命教育路线的巨大生命力，使我们受到一次很生动的路线教育，在思想上、业务上都得到很大的提高。

2. 推广正交设计，关键是思想问题

参加座谈的同志，一致认为推广正交设计不单是个技术性问题，关键是思想问题，而最大的思想障碍是旧的习惯势力，有以下种种表现：

——“正交设计，新玩艺，我们啃不动，高不可攀”。对正交设计还不太了解。

——“以往我们没有用正交设计，就是这么做的，也生产出来了，干嘛要用呢！”或是不了解正交设计，或是因循守旧，不求上进，吃老本的思想。

——“我们生产的是多品种，产量小，作几天就完了，费半天劲搞正交有什么用”。怕麻烦，缺乏精益求精的高度负责精神。化工厂品种多，变化大，都采取这种态度，不可能进一步提高工艺技术水平。

——“功夫小小的，收获大大的，最好费力不多就能出好成果”。懒汉思想。

——“正交设计，真那么有用吗？不太信”。错误地认为实验就是“试试看”，“走着瞧”，“碰大运”，不相信探索未知的实验可以做科学的安排。

——“搞了一下正交设计，实验结果和我过去的好经验正好对上，正交设计没有什么”。

其实这正说明正交设计是个科学方法，它可以很快地找到一般需要长时间摸索才能得到的好经验，好条件。

科学实验是三大革命斗争之一，我们要提倡树立科学态度，克服游击习气，利用科学的方法，切切实实地作点工作，才能多快好省地建设社会主义。正交设计既能帮助我们全面看出生产工艺中的问题，又能帮助我们抓住工艺条件中的主要矛盾，作到心中有数，关键因素认真细致地操作，次要因素以方便节约为原则，即所谓该细则细，该粗则粗，我们就能真正掌握住生产上的主动权。只要我们思想问题解决了，正交设计的技术问题是不难掌握的，它的运算简单易学，我厂广大工人同志都能掌握，事实上现在已有不少同志会应用了。

3. 切实搞好三结合，加强组织领导

到会同志一致认为，一车间的组织形式值得学习推广，他们车间领导很重视，并组成了以技术班为主的一个推广队伍，发挥了重要作用，他们还分配专人按生产计划找出有问题的品种，和技术革新课题，结合开展群众性技术革新，解决生产实际问题，他们参加到小组一块研究，一块实验，真正从组织上提供了有力的保证，因此计划落实，进展很快，效果显著。

4. 分析测试要大力配合实验

由于正交表具有均衡分散的特点，实验中选点必然较多，用正交表作实验，一般要有8~9个，实验结果必然有好有差，对于差的结果也应一分为二，它能为我们提供上升的趋势和改进的途径，表面上看分析测试多做了几个样品，增加了工作量，但如果不用正交设计要达到同样结果还需要再作很多倍的实验，因此分析测试应大力配合，同时还要不断提高分析测试水平，如红色粉目前就因受测试条件的限制，实验还不能顺利进行。

5. 在更大的范围内开展正交设计的实验

正交设计不仅能用于化学工艺实验的安排，而且也能用于机加工工艺参数的选择和仪表调试等科学实验上，在设备动力方面也应大力推广应用这个科学方法。

我们对正交设计试验的推广应用，时间还很短，认识还很肤浅、不全面，组织工作还存在很多缺点和不足，我们将继续努力，不断实践，不断学习，努力使我们在科研和生产活动中，应用科学的方法，多快好省地建设社会主义。

附录1. 磷钼酸的正交试验

一、因素和位级。

因 素	加 磷 酸 量	加 硝 酸 量	磷 钼 酸 比 重
位 级 1	0.5%	0	1.90
位 级 2	2%	0.5%	1.95
位 级 3	5%	2%	2.00

我们用正交表L₉(3⁴)作了以上三因素三位级的条件试验。

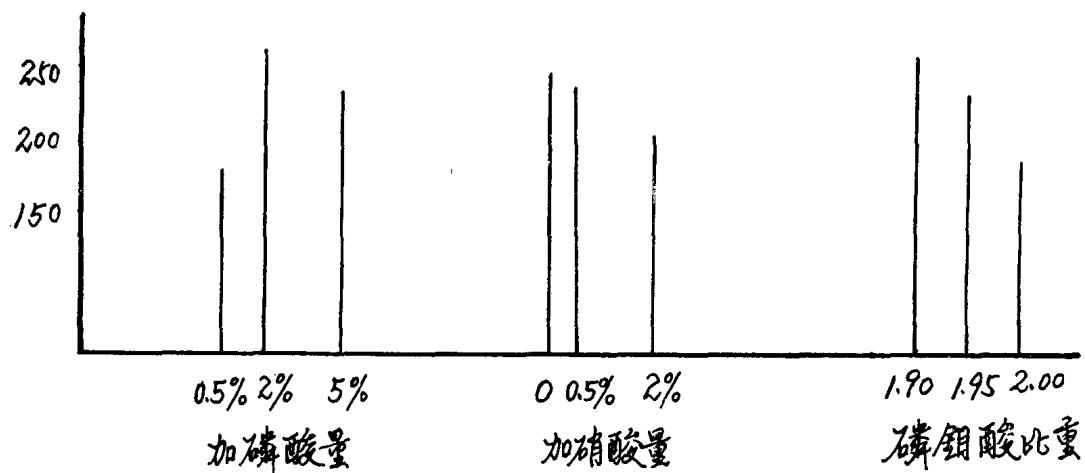
二、试验计划和数据分析。

试 验 号	试 验 计 划			试 验 结 果			
	因 素 列 号	加磷酸量	加硝酸量	磷钼酸比重	含铁*(%)	含磷酸*(%)	综合** 评分
	1	2	3	3			
1	1 (0.5%)	1 (0)	3 (2.00)	0.0033	0.05	60	
2	2 (2%)	1	1 (1.90)	0.0022	0.10	90	
3	3 (5%)	1	2 (1.95)	0.0012	0.40	80	
4	1	2 (0.5%)	2	0.0050	0.05	50	
5	2	2	3	0.0022	0.40	70	
6	3	2	1	0.0012	0.25	100	
7	1	3 (2%)	1	0.0045	0.05	55	
8	2	3	2	0.0022	0.15	87	
9	3	3	3	0.0030	很大(算作1.00)	40	
I = 三次位级 1 评分之和	165	230	245	综合 评 分 效 应	**综合评分是根据产品含铁、 含磷酸的指标，结合产品评级标 准综合给出的。 I + II + III = 总和 = 632		
II = 三次位级 2 评分之和	247	220	217				
III = 三次位级 3 评分之和	220	182	170				
IV = I , II , III 中最大一最小	82	48	75				
V = $\frac{IV}{3}$	27.3	16	25				

* 产品二级标准：含铁0.002%以下，含磷酸0.3%以下。

产品三级标准：含铁0.002%以下，含磷酸0.5%以下。

评分愈高愈好，每种因素和得分的关系如下：



三、以上试验结果和数据分析表明：

1. 加磷酸量是主要因素，加0.5%太少了，但试验过程表明5%多了些。决定加3%—4%。
2. 磷钼酸比重愈小愈好，但比重1.90和1.95差别不很大，为了提高生产效率，采用比重1.95。
3. 不加硝酸比加硝酸好，当然就不加硝酸了。

四、投产效果：按以上结果投产，将积聚下来的次品和渣子处理成合格品，两个月的时间，为国家创造了约四十万元的财富。并且通过正交试验，发现了原来没有料到的主要因素，加深了认识，使生产安排更合理化、科学化。

附录2. 醋酸钙的正交试验

第一批作了以下两因素三位级的全面(共九次)试验，由试验结果及数据分析知道加酸量是主要因素，不能太大，不能超过48ml；而蒸发程度影响不大，为了提高生产效率，采用稠。

因 素	加酸量(ml)	蒸 发 程 度
第一位级	30	稀
第二位级	48	中
第三位级	60	稠

第二批对加酸量进行仔细考察，同时为了缩短转化时间和改善劳动条件，增加了加酸方法和加晶种方法二因素进行考察。以下具体介绍第二批试验。

一、因素和位级

因 素	加酸量	加酸方法	加晶种和冷却
第一位级	20ml	先 加	加晶种，自然冷却
第二位级	30ml	分两次加	加晶种，水冷
第三位级	40ml	后 加	不加晶种，水冷

我们用 $L_9(3^4)$ 作了以上三因素三位级的条件试验。

二、试验计划及数据分析。

试 验 号	因 素 列 号	试 验 计 划			试 验 结 果
		加 酸 量	加 酸 方 法	加 晶 种，冷 却	
		1	2	3	
1		1 (20ml)	1 (先加)	3 (不加，水冷)	90
2		2 (30ml)	1	1 (加，自然冷)	85
3		3 (40ml)	1	2 (加，水冷)	80
4		1	2 (分两次加)	2	95
5		2	2	3	85
6		3	2	1	80
7		1	3 (后加)	1	65
8		2	3	2	50
9		3	3	3	45
I = 三次位级 1 评分之和		250	255	230	*综合评分是根据 酸度、含量、产率 评出的。 $I + II + III = \text{总和}$ $= 675$
II = 三次位级 2 评分之和		220	260	225	
III = 三次位级 3 评分之和		205	160	220	
IV = I, II, III 中最大一最小		45	100	10	
V = $\frac{IV}{3}$		15	33.3	3.3	

三、投产条件：对于加酸量和加酸方法采用加酸量20ml，加酸方法为分两次加。对于加晶种和冷却方法这个因素，第二位级加晶种、水冷的转化时间最短，所以采用此位级。

四、投产效果：结晶松散，质量稳定，合格率达100%，生产时间缩短，干燥方便，劳动条件改善。

附录3. 2.4二硝基苯肼的正交试验

一、第一批试验的因素和位级。

因 素	乙 醇 用 量	水 合 肿 用 量	温 度	时 间	水 合 肘 浓 度	搅 拌 速 度
第一位级	200ml	2倍(理论量)	回流	4 小时	50%	中快
第二位级	0	1.2倍	60°C	2 小时	20%	快

我们用 $L_8(2^7)$ 作的以上六因素二位级的条件试验。

二、试验安排和数据分析。

试 验 号	因 素 列 号	试 验 计 划						试 验 结 果	
		乙 醇 用 量	水 合 肿 用 量	温 度	时 间	水 合 肿 浓 度	搅 拌 速 度	产 率	其 它 指 标
		1	2	3	4	5	6		
1		1 (200ml)	1 (2 倍)	1 (回流)	2 (2 小时)	2 (20%)	1 (中快)	56%	
2		2 (0)	1	2 (60°C)	2	1 (50%)	1	65%	
3		1	2 (1.2倍)	2	2	2	2 (快)	54%	合
4		2	2	1	2	1	2	44%	
5		1	1	2	1 (4 小时)	1	2	63%	
6		2	1	1	1	2	2	60%	
7		1	2	1	1	1	1	42%	格
8		2	2	2	1	2	1	42%	
$I = \text{四次位级“1”产率之和}$		215	244	202	207	214	205	$I + II = \text{总和}$	
$II = \text{四次位级“2”产率之和}$		211	182	224	219	212	221	$= 426\%$	
$III = I - II$		4	62	-22	-12	2	-16		
$\text{效应IV} = \frac{III}{4}$		1	15.5	-5.5	-3	0.5	-4		

三、以上数据分析表明：

- 水合肼用量是首要因素，位级1比位级2好得多，下批试验在位级1(理论量2倍)附近考虑。
- 温度是次要因素，60°比回流好，取定在60°到70°之间。搅拌速度采用快速。
- 乙醇用量和水合肼浓度对产率没什么影响。决定不加乙醇，水合肼浓度取20%和50%皆可。
- 时间2小时比4小时稍好，准备在第二批试验再比一下这两个位级。

另外，在作上述试验时，第2号和第7号出现了紫色的外形不合格品，重作一次又得到桔黄色合格品(上表中列出的是重作合格品的指标)。经讨论，大家猜想可能加料速度影响产品外形，决定在第二批试验进行考察。

四、第二批试验的因素和位级。

因 素	水合肼用量	时 间	加料速度
第一位级	1.7倍	2 小时	快
第二位级	2.3倍	4 小时	慢

五、试验安排和数据分析。

试 验 号	因 素 列 号	试 验 计 划			试 验 结 果		
		水合肼用量	时 间	加料速度	产 率	外 形	其它指标
		1	2	3			
1		1 (1.7倍)	1 (2小时)	1 (快)	62%	不 合 格	合
2		2 (2.3倍)	1	2 (慢)	86%	合 格	
3		1	2 (4小时)	2	70%	合 格	格
4		2	2	1	70%	不 合 格	
I = 两次位级“1”产率之和		132	148	132	产 率 的 效 应 分 析	I + II = 总和 = 288	
II = 两次位级“2”产率之和		156	140	156			
III = I - II		-24	8	-24			
效应IV = $\frac{III}{2}$		-12	4	-12			

六、结合以上两批试验的试验结果和数据分析，决定了新的工艺条件为：用工业2.4二硝基氯代苯与水合肼在酒精溶剂中合成。采用水合肼用量为理论量的2.3倍，时间为两小时，温度为60°—70°之间，加料速度为慢速，搅拌速度为快速，水合肼浓度为20%，50%皆可。用此工艺投产，效果很好，平均产率达80%以上，质量指标全部达二级标准，顺利完成了出口任务。

附录4. 小苏打的正交试验

工业用小苏打，原料消耗定额为1。但由于原料的改变，操作人员的更换，小苏打生产的原耗一度超过1。每天有大量碱液流入地沟。车间领导决定结合生产作试验，来降低原耗。于是在生产设备上作了以下五因素二位级的共八罐试验。

(一) 因素和位级。

因 素	冷 却 时 间	出 坩 温 度	反 应 温 度	上 坩 溶 液 比 重	压 力
位级 1	刚出结晶开冷却水	50°C	85°C	1.24	5公斤/cm ²
位级 2	出结晶30分开冷却水	30°C	100°C	1.23	3公斤/cm ²

压力改变表示通CO₂的速度有改变。过去用3公斤/cm²，这次有意加大压力，看看能否增加产量、降低原耗。反应温度过去认为是95°C—100°C较好，但从化学反应原理上解释不通，这次试验之前，技术班负责同志向有经验工人请教，并结合查阅有关书籍，决定在这次试验中比一下85°C和100°C两个位级。

(二) 试验计划和数据分析：我们用L₈(2⁷)作了以上五因素三位级的条件试验。

试验号	因 素 列 号	试验计 划					试验结果	
		冷却时间 **	出塔温度**	反应温度	上塔溶液比	压 力	原料消耗	原耗* 简化值
		1	2	3	4	5		
1	1 (刚出结晶)	1 (50°C)	1 (85°C)	2 (1.23)	2 (3公斤)	0.912	12	
2	2 (出结晶后30分)	1	2 (100°C)	2	1 (5公斤)	0.942	42	
3	1	2 (30°C)	2	2	2	0.955	55	
4	2	2	1	2	1	0.823	-77	
5	1	1	2	1 (1.24)	1	0.879	-21	
6	2	1	1	1	2	0.939(喷)	39	
7	1	2	1	1	1	0.876	-24	
8	2	2	2	1	2	1.040	140	
I = 四次位级 1 原耗之和	22	72	-50	32	-80	原耗的效应	* 此处简化值，即将原耗值乘上1000再减去900。不影响效应分析。 I + II = 166	
II = 四次位级 2 原耗之和	144	94	216	134	246			
III = I - II	-122	-22	-266	-102	-326			
效应IV = $\frac{II}{4}$	-30.5	-5.5	-66.5	-25.5	-81.5			

** 在作试验时，才发现冷却水设备有问题，所以冷却时间和出塔温度，这两个因素的位级没有严格掌握好。

(三) 对试验结果的分析及投产效果。

由(二)中附注看出，结合生产作试验，比起作小试验来说要复杂一些。因为有些因素的位级不易掌握，因此效应的准确性会受到影响。但就是这样，结合生产作试验，效果还是相当好的。通过这八罐试验的效应分析，我们可以清楚的看出压力是最重要的因素，取5公斤比3公斤好得多；反应温度也是重要因素，85°C比100°C要好；而溶液比重是次要因素。于是，我们将压力提高到6公斤/cm²，温度保持在80°C—85°C，比重为1.23到1.24之间，原耗立即降低到0.9以下，而且很稳定，由此顺利地提前完成了小苏打的生产任务。

附录5. 污水去汞正交试验

含汞污水流入农田，危害性很大。为了降低污水含汞率，我们用离子交换纤维交换的办法来除去污水中的汞，作了以下四因素三位级的条件试验。

(一) 因素和位级。

因 素	接 触 时 间	装 填 密 度	管 型	污 水 pH 值 及 纤 维 型 号
位 级 1	6分	0.12	1 : 5	pH 7 , H型
位 级 2	9分	0.16	1 : 10	pH 7 , Na型
位 级 3	12分	0.18	1 : 15	pH 9 , H型

管型的不同位级表示直径与管长的比例不同。装填密度的不同位级表示管内装纤维的密度不同。污水 pH 值及纤维型号本来为两个因素，作试验前估计它们不是重要因素，为了节约试验次数，把它们合在一起分作三种状态，当作一个因素的三个位级看待。

(二) 试验计划及数据分析。

我们用 $L_9(3^4)$ 作了以上四因素三位级的条件试验：

试 验 号	因 素 列 号	时 间	密 度	管 型	纤 维 型 号 pH 值	出水含汞 (毫克/升)	最 大 流 量 (ml/分)	综 合 评 分
		1	2	3	4			
1	1 (6分)	1 (0.12)	3 (1:15)	2 (Na-7)	0.047	62	50	
2	2 (9分)	1	1 (1:5)	1 (H-7)	0.042	262	90	
3	3 (12分)	1	2 (1:10)	3 (H-9)	0.052	150	60	
4	1	2 (0.16)	2	1	0.049	145	80	
5	2	2	3	3	0.044	30	55	
6	3	2	1	2	0.038	62	80	
7	1	3 (0.20)	1	3	0.066	140	55	
8	2	3	2	2	0.042	44	60	
9	3	3	3	1	0.027	28	60	
I = 三 次 位 级 1 评 分 之 和		185	200	225	230	综合评分效 应分析	* 综合评分是根据出水含汞，污 水流量，及管型（因短粗易于 基建，故给分高，细长给分低） 给出的。 $I + II + III = \text{总和} = 590$	
II = 三 次 位 级 2 评 分 之 和		205	215	200	190			
III = 三 次 位 级 3 评 分 之 和		200	175	165	170			
IV = I, II, III 中 最 大 一 最 小		20	40	60	60			
效 应 $V = \frac{IV}{3}$		6.7	13.3	20	20			

(三) 对试验结果的分析。

由效应分析看出纤维型号污水 pH 值及管型是重要因素。决定将废水调成中性，纤维采用 H 型，即 H—7，管型比例取 1 : 6，装填密度取 0.16，接触时间取 9 分～12 分，利用正交试验结果进行了中型试验，效果较好。已处理近 20 吨含汞废水，含汞量降到 0.05 mg/l 以下。

改进长效磺胺精制成品质量的正交表试验

北京第二制药厂五车间

前 言：

去年冬季，我们曾用单因素循环法作了一百几十次试验；今年生产以后，长效磺胺质量仍然不好，优品率约为20%。三月份有出口任务，质量方面压力很大。车间发动群众大搞技术革新，提出“突破质量关”的口号。这次用正交表安排试验，通过两批12次试验，考查出影响精制效果的关键因素，改进了精制方法，四月份优品率高达91.5%，是历史上从未出现过的指标。实现了“突破质量关”的口号，保证了出口任务的胜利完成。我们体会到正交设计法的确是一个多、快、好、省的方法，对我们搞科学实验是个很有用的工具。

我们首先选用L₈表对可能影响精制效果的几种因素进行考查、对这几种因素谁是关键，意见不一

第一次作了如下七因素二位级的条件试验。

因 素	1	2	3	4	5	6	7
	脱色前处理	加保险粉方法	加炭温度	溶 媒	滤液升温处理	中和速度	脱色pH
第一位级	过 滤	滤前加入	40℃	洗炭水	不加沸	快	调pH9.3
第二位级	不过滤	滤后加入	80℃	自来水	加沸30'	慢	不 调

列号 因 素 试验号	1	2	3	4	5	6	7	试 验 结 果			
	脱色前处理	加保险粉方法	加温 炭度	溶 媒	滤液升温处理	中 和 度	脱色pH	溶液色	外 观	晶 形	综合评分
1	1 过滤	1 滤前加入	1 40℃	2 自来水	2 加沸30'	1 快	2 不调	2.15	×	松	60
2	2 不过滤	1	2 80℃	2	1 不加沸	1	1 调pH9.3	2.3	=	细	65
3	1	2 滤后加入	2	2	2	2 慢	1	1.5	=	稍松	95
4	2	2	1	2	1	2	2	1.5	II	松	100
5	1	1	2	1 洗炭水	1	2	2	2	II	松	85
6	2	1	1	1	2	2	1	2	=	松	80
7	1	2	1	1	1	1	1	1.7	✓	细	90
8	2	2	2	1	2	1	2	1.7	✓	细	90
I	330	290	330	345	340	305	160*	注：✓最好 II其次 =第三，与优级 标准相当 —第四 ×第五			
II	335	375	335	320	325	360	160				
III = I - II	-5	-85	-5	25	15	-55	0				
III / 4效应	-1.25	-21.25	-1.25	6.25	3.75	-13.75	0				

* 因洗炭水pH高不能调，所以，按试验1—4统计（试5—8未试比项）

结果分析：因为评定成品质量是按成品的外观、溶液色、晶形等方面综合评定。因此，分析结果采用综合评分的办法，溶液色、外观、晶形都好评 100 分，以下再酌情定分。分析如下：

①因素 2，即加入保险粉方法效应最大，其次是因素 6 即中和速度，从这两个关键因素来看，保险粉宜后加入，中和应当慢。

②因素 4、5 即溶媒及溶液升温处理，不十分重要，即说明用蒸汽抽滤对成品质量无影响。

③因素 1、3、7 即钠盐滤与不滤，加炭温度，调 pH 等效应极少，可以认为这些因素无影响。

通过以上试验明确了加入保险粉方法及中和速度对成品质量有明显影响。生产上应革新加入保险粉的方法，打破传统的老框框，但考虑全部保险粉均在后期加入生产上比较麻烦，可否移取一小部分在后期加入，来到达同样或更好的效果，我们就在生产上安排了一个 L₄ 的试验，来验证小试验的结果，及上面这个新设想，并对脱色用溶媒量这个小试验未考查的因素，补充试验，内容如下：

因 素	1	2	3
	保 险 粉 加 入 方 法	中 和 速 度	水 量
第一 位 级	分 次	慢 30—40'	1000 l
第二 位 级	一 次	快 10—15'	700 l

列 号 因 素 试 验 号	1	2	3	结 果			
	保 险 粉 加 入 方 法	中 和 速 度	水 量	溶 液 色 (ml)	外 观	等 级	综 合 评 分
1	1 分 次	1 慢 30—40'	1 1000 l	1.4	好	出 口	100
2	2 一 次	1	2 700 l	1.75	稍 次	合 格	80
3	1	2 快 10—15'	2	2	稍 次	合 格	70
4	2	2	1	2	次	合 格	60
I	170	180	160				
II	140	130	150				
I = I - II	30	50	10				
- $\frac{I}{2}$ 效 应	15	25	5				

结果分析：

因素 1、2 效应大，为主要因素，验证了小试验的结果的可靠性。所设想的分次加保险粉方法有效。

因素 3，即加水量影响不大，多加水稍有好处。

第 1 号试验，集中了几个好条件，为了核实一下，对这个条件进行一次重复，结果成品溶液色仍为 1.4 ml，外观好等级出口。