

1958年

全国氮肥技术交流

資料汇编

化学工业出版社圖書編輯部 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

1958年

全國氮肥技術交流資料彙編

內 部 資 料

化學工業出版社

1958年

全国氮肥技术交流资料汇编

书号: (内)173

定价: 2.60元

化学工业出版社(北京安定门外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业登记证出字第0022号

化学工业出版社印刷厂印刷

内部发行

1958年10月第1版

1958年10月第1版第1次印刷

规格: 787×1092 1/16 字数: 443 千字

印张: 18- $\frac{15}{16}$

印数: 3000

目 录

編者的話	3
舒兰煤在 ГИАП—4 型发生炉中气化試驗报告	4
干法脫 NO 的研究报告	11
活性炭脫硫生产情况总结	19
硫化鈉硫酸鈹制备硫化鈹溶液試驗报告	27
一氧化碳变换的生产情况	35
低温变换触媒升温还原总结(7号变换炉)	41
銅氨液制备小结	47
銅氨液中間試驗再生部分小结	53
用碳酸銅氨液洗滌 CO	60
銅氨液洗滌工段高温常压再生試驗小结	66
关于非产品精制塔半产品精制塔的使用操作还原过程中有关几个問題的总结	71
精制塔高压低温触媒还原总结	75
二号低压合成生产总结	79
4号合成塔生产1000天情况介紹	86
合成塔新内件生产能力中間試驗报告	94
1 Г266/320 型压缩机六段衬套胀圈活塞改进总结	101
1 Г266/320 型压缩机的生产技术改进	114
精制塔电炉的改进	119
合成氨車間儲氮罐崗位操作自动化概况	122
液位計自动控制技术总结报告	124
利用滾板机弯制氮蒸发器蛇形管	129
苏联专家講課資料(精制甲醇部分)	131
硝酸車間第二次最大生产負荷試驗总结报告(NH_3 处理量达10000标准米 ³ /时)	135
直硝工段加快高压釜升压速度及縮短反应時間的操作經驗总结	144
直硝原料混合物的分析由化学方法改为查表方法	148
采用冷冻进行稀硝酸生产的强化試驗报告	150
硝酸尾气含硝硫酸吸收試驗总结报告	161
混合填料試驗总结	170
关于添加有机染料防止硝酸鈹結块傾向的試驗报告	173
硝酸鈹生产中蒸发系統的改进	178
如何降低硝酸鈹的結块性	181
介紹硝酸鈹生产中采用“热分离”方法	186
用菱鎂矿作硝酸鈹填料試驗	188
关于再度提高混合气中氮浓度的試驗总结	189
磷石膏制硫酸鈹的試驗研究报告	192
碳酸氢鈹稳定剂試驗的初步結果	196
硫酸鈹散裝压块試驗初步报告	202
硫鈹工段分离机时间繼电器的改进	213
旋风炉焙烧硫鉄矿第一阶段實驗室小型試驗报告	214
土洋結合制造氮触媒	230

SO ₂ 泡沫吸收試驗報告	232
空分車間制取液氧總結	246
BP-4A空分裝置純氮試驗總結	251
BP-4A空氣分離裝置的高負荷試驗	254
2800瓩同步电动机全电压直接启动的改装經驗	257
2400馬力及1250馬力同期电动机改全压启动的總結	271
綜合气体分析裝置及操作法介紹	278
赵永允简化同步电动机启动过程簡介	285
吉林肥料厂开工生产一年来設備腐蝕情况报告	286
革新技术真空加料简化流程节约大量不銹鋼材的總結报告	291
碳鋼加氢脫硫試驗	300
对硅鋼冶炼的一些認識	303
高硅耐酸鉄一次熔炼方法介紹	305
250、750公斤/厘米 ² 水泵泵制造简单總結	306
鉻錳鉍銅耐酸鋼的試制及試用情况	308
生漆改良試制成功专题报告	311

編 者 的 話

1958年9月化工部在吉林召开了“全国氮肥技术經驗交流會議”。在會議上化工部所属有关厂、矿及研究部門提供了許多資料。鉴于这些資料絕大部分对有关部門及厂、矿有重要的参考价值，我們特将这些資料选择汇集起来，并按氨生产、氨加工的流程加以編排，作为內部資料出版。

本匯編中有些資料請化工部生产司，化工設計院等部門的技术人員作了校正，謹此致謝。

化学工业部化学工业出版社图书編輯部

1959年6月

舒兰煤在ГИАП—4型发生爐中气化試驗报告

吉林化学工業公司肥料廠

一、緒 言

正当化学工业蓬勃发展，遍地开花之际，煤的用途愈来愈大了，并将朝着以煤为基础的无机、有机合成化学工业的方向发展。煤的综合利用是发展国民經济的主要一环。

吉林化学工业公司肥料厂，使用的原材料——褐煤是来自距厂100公里的营城煤矿。

营城1、2、3、7坑煤曾在1953年送往苏联試驗炉作气化試驗。試驗結果認為，营城1、2、7坑煤属于低活性的，可以用于ГИАП型的沸騰层煤气发生炉中制取合成氨与甲醇用的工艺气体。

但是，自从1954年以来，营城煤田发生了变化，新开了銀矿山煤坑，对所用的煤的活性不明，所以当吉林肥料厂在1957年开工生产时，煤气发生車間首先提前开工进行气化，经过一段生产实践，得到了关于銀矿山煤的气化的评价。

在开工一年的具体生产操作、检修过程中，对于营城煤在沸騰层发生炉中的气化情况已經有了認識，它的气化特点是：

1. 化学活性低；
2. 灰分高；
3. 适宜于操作的温度，沸騰层 $940\sim 960^{\circ}\text{C}$ 二次风区 $1040\sim 1050^{\circ}\text{C}$ ；
4. 工艺气体中 CO_2 高，达 $17\sim 20\%$ ；富氧浓度高，达 $54\sim 56\%$ ；
5. 煤层厚，压力降正常在 $800\sim 1000$ 毫米水柱之間；
6. 由于灰分高出灰量大，因而灰室温度高；
7. 碳的气化反应高于碳氢化合物的分解。

工艺气体中 CO_2 的含量高，势必使氨合成能力有所損失，因而不得已将沸騰层区温度提到最高限度，但又經常发生結渣事故；高的煤层阻力，也就是煤层厚，易使二次风区形成結渣；高的灰含量，使灰室排灰量增加。排灰量增加，会使灰室温度升高，加剧设备的磨损和变形。

所以营城煤虽然可以作为沸騰层气化的原料，但有很多不足之处。并且按照化工区五年规划，每年将消耗煤120万吨。按营城矿目前蘊藏量实难满足需要，因之不得不另找煤源。

舒兰煤田是我国著名褐煤煤田之一，蘊藏量达十数亿吨。煤田分布从舒兰鎮直到永吉县口前，有数十公里宽，在解放前日本帝国主义曾作开采，以作煤液化的原料。新生代的褐煤是化工生产的主要原料，如能加以使用，将使吉林化工区的面目一新，变今日化工区的肥料、电石、染料生产为化工石油联合企业。

二、舒蘭煤的特性

煤的成分：

	水分	灰分	挥发分	固定碳
二道河子坑	23.75	23.53	28.73	24.49

老煤窖	22.34	17.25	34.59	24.49
	約22.8	約17.45	約34.25	約25.82
	21.19	18.57	47.48	13.86

元素分析:

总硫	碳	氢	氧	氮
3.02	68.66	5.8	23.09	1.84

灰分成分:

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO
48.17	28.63	6.05	7.64	2.48

煤的灰熔点°C:

T ₁	T ₂	T ₃
1404	1480	1530
1313	1387	1420
1279	1313	1356

煤的化学活性(相同試驗条件):

	800°C	850°C	900°C	950°C	1000°C	1050°C
昔城	—	—	14	48	74	90
老煤窖	—	19	40	73	88	92.8
二道河子	—	22	53.7	80	88	92.8

煤的粒度(經过粉碎之后):

710	5~10	2.5~5	1.2~2.5	0.6~1.2	0.15~0.6	<0.15
23.4	23.28	17.53	7.56	9.55	6.82	11.85
30.9	27.7	19.55	6	8.62	5.86	1.1
22.1	28.01	20.51	7.62	8.61	8.95	4.2
25.85	20.0	19.08	7.8	9.32	4.21	3.8

煤的湿度(干燥后)

15.35	%	16.04	12.25
17.06	%	18.97	18.06
16.30	%		

舒兰煤的机械强度較差,易于风化,形成粉末、碎片;并且吸水性高及結晶水較多,未干燥前在20%以上,干燥以后也在15%左右。但是表面十分干燥,不致使煤粉的运输发生困难。

三、气化試驗的准备

試驗前对气化条件的估計(1958年5月11日报告):

1. 由于灰含量高必須保持高的阻力;
2. 增加排灰量;
3. 机械强度較低,将造成多量气体带出物,使热效率降低;
4. 揮发物含量高,有利于气化强度的改善,同时必須保証二次风量使甲烷足够裂化;
5. 由于化学活性較高,必然能降低富氧空气中氧气的浓度;
6. 根据灰熔点及活性曲綫的情况,沸騰层温度应控制在950~970°C之間;但是,考虑到含碳量較低,假比重較小,必須降至900~930°C之間;
7. 可以降低蒸汽比例。

試驗的步驟計劃

試驗原来計劃分四个阶段，目的使工艺气体质量更好些。

第一阶段——

一次风4800标准米³/小时 二次风2200标准米³/小时

蒸汽4.8吨/小时 沸騰层温度900~920°C

二次风区温度1000~1020°C

阻力700~800毫米水柱 富氧55~56%。

第二阶段——在第一阶段基础上进行

一次风4800标准米³/小时 二次风2200标准米³/小时

蒸汽4.8吨/小时 沸騰层区920~940°C

二次风区1020~1050°C

必須保持阻力700~800毫米水柱。

第三阶段——在第二阶段基础上进行

調整富氧浓度使制得气体中成分 $\frac{\text{CO} + \text{H}_2}{\text{N}_2} = 3.1 \sim 3.2$

第四阶段——根据富氧浓度，相应地改变蒸汽比例

在試驗中估計到煤粒的細灰多，规定任何情况煤层阻力不得低于700毫米水柱，保持700~800毫米水柱之間。

四、試驗的进行

从1958年6月22日开始到30日，中途26日—27日停車一次，27日以后情况保持一致，沒有变化。

本次試驗是在第二号煤气发生炉中进行的，当时炉子情况是：自从6月18日以来，炉內已經結块，第4点溫度計处經過測定結块很厚。在使用舒兰煤前，由于結块关系，将炉温降至910°C，这时CO含量只有20~21%，甲烷在1.25%左右。

試驗期生产指标如下表所列，表中也将来使用舒兰煤前的情况，列在表內，以作比較。其中所用的富氧浓度，是有第一，三号发生炉产生气体的质量的影响因素在內，并不十分正确的。

对于舒兰煤炭的評價

这次試驗用的煤，目前存量已不多，将来开采的将是断层以外的存量，因此这次試驗結果，并不能代表将来所开采的煤炭。并且由于二号发生炉上的一些計量仪表裝置沒有准备，所以未能获得消耗定额中碳的平衡。

但是，这次試驗对于較高活性的煤的操作有了認識。如果舒兰煤层变化不大，在今后大规模开采时，再作一次比較完全的試驗以后，可以正式用以代替营城煤。

从气化的情况來看，舒兰煤有以下的特性

1. 耐热崩潰性差，煤粒进入炉內即粉碎，因此气体带出物多，形成沸騰层煤层薄。
2. 因为沸騰层煤层薄，必須降低炉温以增加煤层厚度。

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
时间	一次吹入	二次吹入	蒸汽	1.2米	0.5米	二次风区	炉顶	炉下压力	炉中压力	阻力	灰室温度	出灰机	可燃物
六月二十一日													
17	4600	2300	4.6	910	900	980	945	2030	1200	970	370	4.5	普城煤 37.6%
18	4600	2300	4.6	915	905	985	950	2000	1200	960	380	4.5	
19	4600	2300	4.6	915	900	990	950	1970	1180	950	375	4.5	
20	4600	2300	4.6	910	900	975	950	2050	1170	990	385	4.5	
21	4600	2300	4.6	910	900	970	940	2060	1190	1010	345	4.5	
22	4600	2300	4.6	910	900	970	940	2050	1200	960	380	4.5	
23	4600	2300	4.6	910	900	970	940	2020	1180	980	355	4.5	
24	4600	2300	4.6	910	900	980	940	2010	1175	940	380	4.5	
六月二十二日													
1	4600	2300	4.6	908	900	975	935	2020	1180	945	409	4.5	33.5%
2	4600	2300	4.6	915	900	980	940	2010	1200	950	400	4.5	
3	4600	2300	4.6	920	910	980	950	2050	1210	970	380	4.5	
4	4600	2300	4.6	920	910	980	950	2050	1210	970	360	4.5	
5	4600	2300	4.6	920	910	980	950	2050	1210	970	400	4.5	
6	4600	2300	4.6	920	910	980	950	2000	1210	970	380	4.5	
7	4600	2300	4.6	920	910	980	955	2010	1140	980	400	4.5	
8	4600	2300	4.6	920	910	980	955	2010	1140	1000	390	4.5	
9	4600	2300	4.6	920	910	980	955	2000	1150	1000	390	4.5	37.00%
10	4600	2300	4.6	920	910	980	955	1950	1150	940	380	4.5	
11	4600	2300	4.6	920	910	980	950	1950	1150	950	380	4.5	
12	4600	2300	4.6	920	910	980	950	1950	1150	950	380	4.5	
13	4600	2300	4.6	920	910	980	950	1980	1150	950	380	4.5	
14	4600	2300	4.6	940	925	1000	950	1980	1150	880	400	4.5	
15	4600	2300	4.6	940	930	1030	970	1900	1150	860	370	4.5	
16	4600	2300	4.1	930	915	1010	970	1800	1150	800	335	4.5	
17	4600	2300	4.1	930	915	1020	975	1820	1130	810	384	4.5	22.55%
18	4800	2300	4.1	935	920	1010	970	1870	1180	830	395	4.5	
19	4800	2300	4.1	930	920	1005	970	1930	1200	830	385	4.5	
20	4800	2300	4.1	930	920	1010	970	1870	1150	840	350	4.5	
21	4800	2300	4.1	930	920	1010	970	1800	1140	790	380	4.5	
22	4800	2300	4.1	925	910	1015	970	1800	1130	810	360	3	
23	4800	2300	4.1	925	900	1019	970	1820	1170	800	360	3	
24	4800	2300	4.1	905	895	995	960	1860	1240	780	370	2	
六月二十三日													
1	4800	2300	4.1	910	900	1000	960	1900	1240	800	370	2	26.7%
2	4800	2300	4.1	910	895	1010	970	1875	1210	800	375	2	
3	4800	2400	4.1	910	890	1010	975	1850	1260	750	350	2	
4	4800	2400	4.1	910	890	1020	975	1850	1260	750	370	2	
5	4800	2400	4.1	910	890	1015	980	1850	1200	800	390	2	
6	4800	2500	4.1	910	890	1015	980	1900	1200	810	400	2	
7	4800	2500	3.7	900	875	1020	990	1800	1220	708	320	2	
8	4800	2500	3.7	900	875	1020	990	1800	1200	720	340	2	21.2% 灰室不加水
9	4800	2500	3.7	890	875	1030	990	1800	1200	760	280	2	
10	4800	2500	3.7	900	880	1040	1000	1800	1200	740	290	1.5	
11	4800	2500	3.7	890	880	1020	990	1800	1200	740	270	1.5	
12	4800	2500	3.7	885	865	1020	990	1800	1200	740	275	1.5	

續上表

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
時間	一次吹入氣	二次吹入氣	蒸汽	1.2米	0.5米	二次風區	爐頂	爐下壓力	爐中壓力	阻力	灰室溫度	出灰機	可燃物
13	4800	2500	3.7	885	865	1020	990	1800	1200	740	270	1.5	
14	4800	2500	3.7	890	865	1030	990	1800	1200	720	270	1.5	
15	4800	2500	3.7	890	860	1030	990	1800	1200	720	270	1.5	20.77%
16	4800	2500	3.7	885	850	1020	1000	1800	1230	720	240	1.5	
17	4800	2500	3.7	895	860	1030	1005	1780	1200	720	230	1.5	16.83%
18	4800	2500	3.7	890	860	1025	1000	1750	1150	720	230	1.5	
19	4800	2500	3.7	890	860	1030	1005	1750	1180	720	240	1.5	15.51%
20	4800	2500	3.7	885	855	1025	1005	1800	1200	720	250	1.5	16.07%
21	4800	2500	3.7	885	855	1020	1000	1850	1250	720	250	1.5	
22	4800	2500	3.7	880	845	1010	985	1850	1250	730	250	1.5	
23	4800	2500	3.7	885	840	1000	980	1880	1280	740	250	1.5	
24	4800	2500	3.7	880	850	1000	980	1900	1240	780	240	1.5	
六月二十四日													
1	4800	2500	3.7	885	865	1000	980	1875	1240	780	270	1.5	15.8%
2	4800	2500	3.7	885	865	1000	980	1900	1250	780	280	1.5	
3	4800	2500	3.7	883	855	1000	980	1900	1240	800	300	1.5	17.05%
4	4800	2500	3.7	885	860	1005	985	1900	1240	800	310	1.5	
5	4800	2500	3.7	890	865	1015	995	1850	1230	760	300	1.5	
6	4800	2500	3.7	885	860	1010	990	1800	1220	750	270	1.5	
7	4800	2500	3.7	885	850	1005	985	1800	1220	750	260	1.5	
8	4800	2500	3.7	890	850	1000	985	1850	1200	750	260	1.5	26.22%
9	4800	2500	3.7	890	850	1015	985	1850	1200	730	255	1.5	
10	4800	2500	3.7	855	836	1000	980	1850	1200	730	255	1.5	25.95%
11	4800	2500	3.7	870	840	1000	980	1850	1250	730	255	1.5	
12	4800	2500	3.7	840	830	980	960	1850	1200	730	255	1.5	
13	4800	2500	3.7	850	840	960	955	1850	1250	740	280	1.5	
14	4800	2600	3.7	850	835	960	955	1850	1200	700	280	1.5	
15	4800	2600	3.7	850	840	960	955	1850	1200	740	280	1.5	
16	4800	2600	3.7	855	835	980	970	1850	1230	720	260	1.5	
17	4800	2600	3.7	855	835	985	960	1850	1230	750	270	1.5	
18	4800	2600	3.7	855	835	980	965	1850	1230	780	260	1.5	
19	4800	2600	3.7	860	840	990	970	1880	1250	800	250	1.5	24.65%
20	4800	2600	3.7	860	840	990	970	1880	1200	810	280	1.5	
21	4800	2600	3.7	870	845	990	970	1900	1230	810	290	1.5	22.1%
22	4800	2600	3.7	875	850	990	975	1900	1230	810	300	1.5	
23	4800	2600	3.7	875	845	980	965	1900	1230	800	300	1.5	
24	4800	2600	3.7	865	840	980	970	1875	1240	780	260	1.5	
六月二十五日													
13	4800	2500	3.7	857	840	955	955	1930	1260	820	335		六月二十五日 1时到12 时因运错煤 不正确
14	4800	2500	3.7	860	840	960	940	1900	1250	800	325		
15	4800	2500	3.7	860	840	960	940	1890	1250	790	325		
16	4800	2500	3.7	860	840	970	945	1880	1250	760	320		
17	4800	2500	3.7	860	840	970	950	1880	1250	750	320		
18	4800	2500	3.7	860	835	970	950	1880	1250	750	300		31.27%
19	4800	2500	3.7	860	835	970	950	1900	1250	750	300		
20	4800	2500	3.7	860	840	970	950	1900	1250	760	300		28.45%
21	4800	2500	3.7	860	830	970	950	1900	1270	760	300		
22	4800	2500	3.7	860	830	970	950	1900	1280	760	310		
23	4800	2500	3.7	860	830	970	950	1880	1250	760	320		
24	4800	2500	3.7	860	830	970	950	1880	1250	760	320		

吹入气的成分和水煤气的成分

1	2	3	4	5	6	7	8	9
	吹入气中O ₂	CO ₂	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	H ₂ S
六月二十一日								
17	56.5	22.2	0.1	22.1	37.65	0.7	17.25	
18	56.5	22.6	0.1	21.7	33.3	1.25	21.05	
19	56.5	22.2	0.1	22.0	37.33	1.25	17.12	
20	56.5	—	—	—	—	—	—	
21	56.5	22.3	0.1	21.6	37.53	1.25	17.22	
22	56.5	22.4	0.1	21.9	36.53	1.25	17.82	
23	56.5	—	—	—	—	—	—	
24	56.5	—	—	—	—	—	—	
六月二十二日								
1	56.5	22.0	0.1	22.65	36.3	1.25	17.75	
2	—	22.3	0.1	21.90	35.85	0.8	19.05	
3	—	22.0	0.1	22.1	37.62	0.8	17.38	
4	—	—	—	—	—	—	—	
5	—	22.3	0.1	21.8	37.24	0.8	17.76	
6	—	22.7	0.05	21.25	37.74	0.8	17.46	
7	57	—	—	—	—	—	—	
8	—	—	—	—	—	—	—	
9	—	23.6	0.1	19.80	36.54	0.8	19.16	
10	—	23.0	0.1	21.30	33.60	1.2	20.80	
11	—	22.8	0.1	20.80	35.80	1.2	19.30	
12	—	22.4	0.1	22.10	35.0	1.2	19.20	
13	—	—	—	—	—	—	—	
14	—	21.20	0.1	23.3	35.4	1.2	18.8	
15	—	—	—	—	—	—	—	
16	—	—	—	—	—	—	—	
17	56.5	22.1	0.1	22.5	35.24	1.0	18.86	
18	—	20.3	0.1	24.5	33.80	1.0	20.30	
19	56	20.3	0.1	25.60	35.37	1.0	17.63	
20	—	—	—	—	—	—	—	
21	55.5	20.70	0.1	24.80	35.27	1.0	18.13	
22	—	19.3	0.1	27.30	33.87	1.0	18.43	
23	—	19.9	0.1	27.00	33.97	1.0	18.03	
24	—	—	—	—	—	—	—	
六月二十三日								
1	55.5	19.8	0.05	26.45	34.33	1.0	18.37	
2	—	18.9	0.1	27.2	33.2	0.7	19.9	
3	—	19.2	0.05	27.05	34.87	0.7	18.13	
4	—	—	—	—	—	—	—	
6	—	20.2	0.1	26.1	34.8	0.7	18.10	
7	—	19.3	0.1	26.9	34.87	0.7	18.13	
8	—	—	—	—	—	—	—	
9	—	19.5	0.1	26.3	35.17	0.7	18.23	
10	—	20.1	0.1	27.0	32.2	0.8	19.80	
11	—	—	—	—	—	—	—	

積上表

1	2	3	4	5	6	7	8	9
	吹入気中O ₂	CO ₂	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	H ₂ S
12	—	19.4	0.1	28.2	33.83	0.8	17.67	
12	—	19.5	0.1	27.6	35.14	0.8	16.86	
14	—	19.5	0.1	27.6	33.84	0.8	18.18	
15	—	—	—	—	—	—	—	
16	—	—	—	—	—	—	—	
17	—	19.9	0.1	27.1	34.90	0.8	17.2	
18	—	19.35	0.05	28.5	32.35	0.65	19.10	
19	—	19.80	0.1	27.8	33.28	0.65	18.37	
20	—	19.10	0.05	28.05	34.66	0.65	17.49	
21	—	—	—	—	—	—	—	
22	—	19.80	0.1	28.10	34.55	0.65	16.50	
23	—	—	—	—	—	—	—	
24	—	—	—	—	—	—	—	
六月二十四日								
1	55.5	19.2	0.35	27.75	34.81	0.65	17.54	
2	55	19.0	0.1	27.20	33.0	0.55	19.45	
3	—	19.6	0.1	27.3	34.6	0.55	17.85	
4	—	—	—	—	—	—	—	
5	—	19.0	0.1	28.4	34.27	0.55	17.68	
6	—	19.1	0.05	27.65	34.57	0.65	17.92	
7	—	—	—	—	—	—	—	
8	—	19.0	0.1	27.9	34.43	0.65	17.92	
9	—	18.70	0.1	27.5	32.89	0.65	20.25	
10	—	19.8	0.1	27.4	34.74	0.65	17.31	
11	—	19.8	0.1	26.3	36.03	0.65	17.12	
12	—	—	—	—	—	—	—	
13	—	—	—	—	—	—	—	
14	54.5%	19.8	0.1	26.50	35.63	0.65	17.32	
15	—	—	—	—	—	—	—	
16	—	—	—	—	—	—	—	
17	—	20.4	0.1	26.6	34.37	0.65	17.68	
18	—	20.1	0.1	27.4	33.70	0.5	18.20	
19	—	19.4	0.05	27.25	34.86	0.5	17.94	
20	—	20.3	0.05	25.35	35.35	0.5	18.45	
21	—	—	—	—	—	—	—	
22	—	—	—	—	—	—	—	
23	—	20.00	0.05	27.05	35.46	0.5	16.94	
24	—	—	—	—	—	—	—	
六月二十五日								
13	55	19.8	0.1	26.5	35.41	0.8	17.39	1.02克/标准(米 ³)
14	—	20.3	0.1	25.7	36.28	0.8	16.62	
15	54.5	—	—	—	—	—	—	
16	—	—	—	—	—	—	—	
17	—	19.35	0.05	26.7	34.14	0.8	18.96	
18	—	20.35	0.05	26.3	33.20	0.8	19.30	
19	—	19.10	0.1	26.05	35.45	0.8	18.50	
20	—	19.50	0.1	26.60	34.13	0.8	19.47	

續上表

1	2	3	4	5	6	7	8	9
	入吹氣中O ₂	CO ₂	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	H ₂ S
21	—	—	—	—	—	—	—	
22	—	19.50	0.1	25.7	35.80	0.8	18.10	
23	—	—	—	—	—	—	—	
24	—	—	—	—	—	—	—	

气体带出物的测定:

粒度

含炭 0.6—1.2 0.15—0.6 < 0.15

24/M 組式除尘器 26.4% 1.28 29.8 68.8

复式除尘器 23.8%

100%

3. 为保持必要的煤层阻力, 操作温度830~870°C为适宜。
4. 含碳量高的炉灰排出, 必须相应的减少排灰机的速度。
5. 气体带出物为数很多时, 应将二次吹入气调整在35%左右, 这样使带出物含碳量减少。
6. 由于煤炭中含水量较多(在15%左右), 可以将蒸汽用量适当减少。
7. 煤的化学活性虽好, 但是因为操作温度较低, 在煤气中仍然存在19~20%的 CO₂, 如果能够提高炉温而不影响阻力下降, 就能改善气体质量。
8. 由于排灰量少, 可以不加水, 而灰室温度只有250°C, 可以使炉底传动机构保养良好, 减少磨损和影响气体质量。
9. 根据以上情况说明舒兰煤是可以用于沸腾层发生炉供制造合成氨原料气之用。
10. 比营城煤少消耗氧、蒸汽, 但似乎相同的煤炭消耗量, 在经济指标上是合理的。
11. 气体带出物中灰尘含量虽然很多, 但是其残余固定碳较少, 所以对于铝制件的磨损并不增加。

干法脱NO的研究报告

化工部上海化学工业研究院

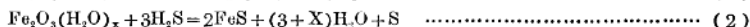
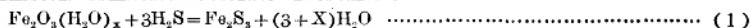
(一) 緒 言

目前利用钢铁企业的炼焦所得到的焦炉气作为合成氨原料气是很普遍的。因为在资源的利用和经济上都很有利, 特别是为我国钢铁工业的飞速发展提供了有利的保证。当用深冷法由焦炉气制取氨时, 在深冷分离之前焦炉气还必须经过一系列的净制过程, 以除去各种不需要的和有害的组份。其中微量一氧化氮(1~3P.P.M左右)的除去, 就是避免微量的一氧化氮与焦炉气中不饱和烃、特别是环戊二烯类化合, 而形成含氮5~9%具有强烈爆炸性的硝化物^[1,4]。因为这种气相胶体, 会由于气流速度和方向的改变, 而沉积在氢分设备和精密仪器孔道之中, 而引起堵塞和故障, 缩短设备运转期甚至引起爆炸^[1,4]。我们的工作就是在高线速下, 用干法除去焦炉气中微量一氧化氮。

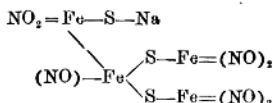
经过試驗，找出了利用朝鮮褐鉄矿为主要原料的硷性吸附剂的适宜的配料。进行了吸附剂的溫度試驗，气体中一氧化氮、硫化氢等浓度对吸附剂寿命的影响的試驗。結果証明“中硷”配料的吸附剂經充分硫化以后，当焦炉气以70~150毫米/秒的綫速和空速500~1000通过时，气温为15~25°C，气体中氧含量不高于1%，硫化氢含量为3~5克/米³和1.2~1.8克/米³的条件下，吸附剂的性能是良好的，在溫度的稳定性方面和耐久力（寿命）方面都比較良好。如果在进口的一氧化氮为2.5P.P.M，出口浓度不高于0.5P.P.M的条件下，即淨化率維持在80%左右，吸附剂以500空速計算，可以連續地工作約2~3个月。同时采用吹淨方法（即吸附剂氧化后用气体吹去其中一氧化氮）来再生。在第二次的寿命試驗中性能仍然是很良好的。

(二) 高綫速干法脫一氧化氮的反应

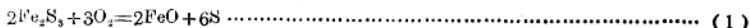
焦炉气中一氧化氮的生成主要是焦炉結構不良，較多地漏入空气或烟道气所致。而一般的焦炉在沒有漏气的情况下，一氧化氮含量通常在0.8P.P.M左右。干法所用的吸附剂能够除去微量一氧化氮，是因为其中的褐鉄矿（含Fe₂O₃約50%）呈碱性，經過焦炉气中含有的硫化氢硫化，而生成活性的硫化鉄。它的反应如下：



〔以上(1)式为硷性反应，(2)式为中性或酸性反应〕。活性硫化鉄能够与焦炉气中微量一氧化氮反应，而生成一种黑色的复盐，普通称为黑盐（black salt）或Roussin盐。根据Rosenberg的意见，这种盐的結構式是：



由于这种反应，吸附剂就能够在一定的条件下起着脫除一氧化氮的作用⁽³⁾。而再生时吸附剂經過含氧气体的氧化（即提高气体中氧含量）后，再利用气体吹淨放出的一氧化氮后，即可重复使用。氧化是根据下列反应进行的：



再生后的吸附剂內分析出許多元素硫。其实，在使用过程中，由于氧化和硫化在某种程度同时進行，使硫的积累逐渐增加，而使吸附剂結块和阻力增大。

(三) 試驗裝置及流程

配好的吸附剂是装在 $d_{\text{內}}=1.5$ 厘米 $h=50\sim60$ 厘米的玻璃管內。焦炉气貯于鋼瓶中，經减压后，通过一氧化氮发生器和硫化氢发生器，气体中即帶有微量的一氧化氮和一定量的硫化氢，然后通过吸附剂管。由于吸附剂与一氧化氮的作用，一氧化氮就大部分被除去。測定脫一氧化氮的效率，是在吸附剂前后接上一氧化氮分析的裝置中进行的，以前后一氧化氮含量的变化百分率來計算。試驗流程见图(1)。

使用的煤气来自吳淞煤气厂，压缩到90大气压装入鋼瓶中使用，其組成如下：

CO₂ 2.4~3%

CH₄ 27~29%

C_mH_n 3~3.5%

 O_2 0.8~1%

 CO 7.5~9%

 H_2 54~58%

 N_2 2.5~1.5%

 NO 約 1P.P.M 左右

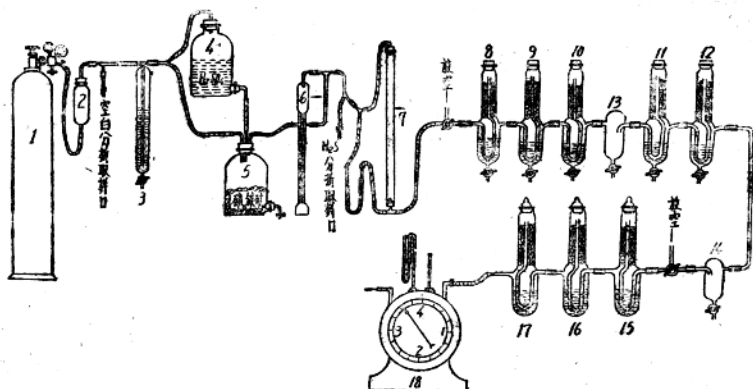
 H_2S 在 1~3 克/米³ 之間


图 1 干法脫NO試驗室流程图

1—焦炉气鋼瓶；2—NO发生器；3—平衡管；4—广口瓶(盛 H_2SO_4)；5—广口瓶(盛硫铁矿)；6—銳孔流量計；7—吸附剂；8—吸收管——盛 $NaOH$ ；9—吸收管(盛 H_2SO_4)；10—吸收管(盛格氏液)；11、12—氧化管(盛 $KMnO_4$)；13、14—气液分离器；15、16、17—吸收管(NO 分析专用)；18—湿式流量計。

不过由于压缩和装瓶之后，一氧化氮和硫化氢完全消失，所以在实验室的条件下需要用人工加入一氧化氮和硫化氢。

加入硫化氢的方法，是利用約10%的硫酸滴入盛有硫铁矿的玻璃瓶內，以硫酸的滴入量来控制所需的硫化氢含量。

使焦炉气中含有微量的一氧化氮是很困难的，开始时把鋼瓶抽成真空，先放入定量的純一氧化氮，然后压入焦炉气約到90大气压。但由于在灌装鋼瓶的条件下，一氧化氮的含量始終无法掌握，以至有时达数10P.P.M，有时小于1P.P.M，而且使用時間內一氧化氮的浓度往往迅速下降。所以要得到 1~10P.P.M 一氧化氮是很难的。后来采用使焦炉气通过被純一氧化氮飽和的吸附剂，則可帶出1P.P.M 左右的一氧化氮。

(四) 試驗数据

(1) 吸附剂的配制

吸附剂是以朝鮮褐铁矿为主要原料，根据需要加入一定量的碳酸鈉与木屑，經均匀混合后加以适量的水制成一种潮湿而疏松的硷性混合物(各物料均通过0.25~0.43毫米的篩子)。在实验室的条件下，通常用浓硫化氢进行若干小时的硫化。它的顏色由黄褐色而变为黑色，硫化以硫化氢飽和至恒重为止。然后进行各种試驗。

表 1

吸附剂的配比(干基):

成分	高碱	中碱	低碱
褐铁矿	48.2	57.0	61.1
木屑	37.0	36.0	36.0
碳酸钠	12.8	7.0	2.9
氧化钙	2.0	—	—
加水量为湿基	45.0	45.0	45.0
加水量为干基	81.8	81.8	81.8

朝鲜褐铁矿的成分:

Fe_2O_3	50.41	FeO	1.47
Al_2O_3	9.00	杂质损失	10.35
CaO	3.18	其它	0.96
SiO_2	24.63		

注:高碱配料的吸附剂经试验证明活性不良。

(2) 条件试验

1. 从用氮-氮混合气加一氧化氮进行中碱与低碱配料的活性试验结果表明:两种配料都有相当高的活性;特别是低碱配料,它的活性更大,而中碱配料的活性则有缓慢上升的趋势。

表 2

配料	空速	入口的NO含量,P.P.M	效率%	配料	空速	入口的NO含量,P.P.M	效率%
中碱	260	13.9	99.4	中碱	600	11.7	99.4
	400	9.03	98.8		1000	11.7	96.7
	460	7.85	98.3		4000	8.80	96.6
	520	0.900	97.7		7630	9.83	89.3

根据后来较长时间的试验,证明中碱配料在1000空速下,脱除一氧化氮的效率也经常保持在90%以上。

2. 温度试验:

温度对吸附剂的影响在使用初期是不显著的,如中碱配料当空速等于400时,温度从25.5°C升到45.0°C时,一氧化氮的净化率始终保持在90%以上;低碱配料也只不过略有影响,这是因为吸附剂在初期具有很高的活性,足以抵消温度的不良影响的原因。但在使用后期来看,由于吸附剂的活性较差(或者说它饱和一氧化氮的程度提高了),因此温度的影响就非常显著。

表 3

名 称	中碱	低碱	备 注
装填高度(厘米)	22.6	20.9	硫化增重: 中碱=1.29克 低碱=2.04克
装填重量(克)	15	16.0	
装填体积(毫升)	30	29.6	
装填密度(克/毫升)	0.5	0.548	

下面就是当以发生炉气作为原料气时,中、低碱配料在后期受温度影响的数据(空速均为1000)。

吸附剂装在小U形管内,放置在恒温水浴中进行试验,其装填情况如表3所示:

从数据中可以看出,在工作后期温度对一氧化氮净化率的影响是很明显的,特别是低碱配料,其对温度的稳定性更差。