

科学技术成果选编



·121

78

北京市化学工业局

科 学 技 术 成 果 选 编

1978年



北京市化学工业局

1979年6月

目 录

(48)

一、农 药

1. 25%稻瘟净杀螟松超低容量油剂复合剂型的研究 (1)

二、有 机 合 成

2. 偏三甲苯硝酸加压液相氧化制备偏苯三甲酸及偏苯三甲酸酐 (5)

三、合 成 材 料

3. MC-DCPD 聚氯乙烯新配方 (9)
4. 卫生材料无纺布 (10)
5. 无线胶订热熔胶粘剂用 EVA 树脂中间试验 (11)
6. 聚醋酸乙烯乳液生产工艺革新 (13)

四、医 药

7. 抗癌新药——斑蝥酸钠 (17)
8. 消炎痛栓 (18)

五、染 料

9. 分散红玉 S-2GFL (23)

六、油 漆

10. 四旋瓶盖外涂料——白色热固型丙烯酸..... (27)

七、橡 胶 加 工

(14)

11. 2~6英寸玻棉普通吸引管..... (31)
12. 提高纺织皮圈使用寿命的研究..... (32)
13. 橡胶活动围堰..... (33)
14. 铅锡合金高温涂复胶辊..... (34)

八、分 析 方 法

15. 煤气中硫化氢含量的色谱法分析..... (37)
16. 三氯三氟乙烷作提取剂的红外法测定..... (38)

九、新工艺、新技术、新设备、新材料

17. 管道电解新技术试验成功..... (41)
18. 正型光刻胶 207、208 (42)
19. 负型光刻胶 302 (43)
20. 气控式多层流态化床回收“二氯乙烷尾气”
 中试..... (44)
21. 液压不锈钢弯头齐口机..... (46)
22. 聚氯乙烯树脂自动码垛机..... (49)
23. 简易液体色谱仪的制作和应用..... (50)
24. 聚乙烯醇成品半自动包装机..... (52)
25. 聚乙烯醇生产系统残渣蒸发器的化学清理法..... (53)

- 26. 冷却水塔塑料旋转布水器 (54)
- 27. 氨水溶液清洗脱硫塔 (55)

十、三 废 治 理

- 28. 综合性染料污水联合处理 (59)
- 29. N-503 煤油萃取杀螟松含酚废水 (60)
- 30. N-503 煤油体系萃取脱酚试验 (62)

25%稻瘟净杀螟松超低容量油剂 复合剂型的研究

研究单位：北京农药一厂

主要协作单位：华北农业大学

农药超低容量喷雾油剂，经过大面积试用，证明防治害虫效果好，工效高，节省人力和农药，防治及时，在使用时又不需加水稀释，因此对缺水的山区和草原，省工的优越性表现更为突出。为发挥稻瘟净杀菌剂的杀虫作用，根据稻瘟净、杀螟松的联合毒性无显著增毒作用的特点而又能适当发挥其兼治多种重要水稻害虫作用，并考虑取代一部份来源较少而成本较高的杀螟松，所以研究在水稻作物上使用稻瘟净，杀螟松的超低容量复合剂型。从溶剂选择，毒性、药效、药害、施药方法等方面进行大量试验研究，初步提出25%稻瘟净、杀螟松（1:1）、（2:1）的超低容量油剂剂型。

配方主要有25%稻、杀（1:1）清油， α -甲基苯乙烯（3~4:1）25%稻杀（2:1）清油， α -甲基苯乙烯（4:1），清油比重 >0.816 ，按此配方往反应罐投料，充分搅拌均匀，进行静置去掉杂质，抽样分析含量合格，即可进行包装。通过试验基本肯定：这种油剂防治水稻灰飞虱、稻蓟马、稻螟蛉及蝗虫的效果好，对褐飞虱，黑尾叶蝉，二化螟，稻纵卷叶的药效好，25%稻、杀油剂还具有一定的防治穗颈瘟效果。

上述配方溶剂来源比较丰富，价格低廉，配制工序简单，不须特殊设备；该制剂的化学稳定性、耐寒性均进行了研究，这种复合制剂毒性较低，在多地区较大面积施药均较安全，每亩施150ml 25% 稻、

杀油剂防治效果可达90%以上。

1978年12月已通过技术鉴定，一致认为此种25%稻、杀超低容量喷雾油剂，使用效果很好，建议提供批量产品，进一步扩大示范推广。

有 机 合 成

偏三甲苯硝酸加压液相氧化 制备偏苯三甲酸及偏苯三甲酸酐

研究单位：北京焦化厂研究所

偏苯三甲酸又名1,2,4—苯三甲酸，熔点216℃，常态为白色粉末，脱水可得偏苯三甲酸酐，熔点168℃，白色晶体。

北京焦化厂研究所开始以硝酸一步氧化制取偏苯三甲酸及偏苯三甲酸酐。但由于反应激烈，难以控制，产率低，产品中混入硝化副反应杂质较多。为了克服这些缺点，改用硝酸二步氧化法来解决。第一步先以较稀浓度硝酸氧化苯环上的第一个甲基，所生成的烷基芳香酸对硝化副反应有可能比较不活泼，然后第二步采用较高浓度的硝酸将余下的甲基完全氧化得到偏苯三甲酸。硝酸浓度分别为17%、50%。克分子比为1:6.6，产率稳定在55%左右。1977年~78年曾在200升高压釜中进行扩试，重复了小试数据，产率稳定在55~60%。反应比一步法缓和，真空升华成酐率为85%。

全套半工业化试验装置，经过三年运转，已为国家提供了10多吨产品，解决了急需，偏苯三甲酸中和当量70.05±1.00，偏苯三甲酸酐中和当量64.04±1.00，酐含量>97%。产品原料费估算偏酸为每公斤7.93元，偏酐为每公斤9.33元。产品质量符合聚酯亚胺，聚酰胺—酰亚胺等H. F 级绝缘材料，及水溶性涂料的要求。

1978年9月已通过技术鉴定，认为工艺路线可行，原料来源易得，设备及流程较简单，技术经济比较合理，能够得到合格产品。此间歇法工艺适于小吨位生产。应继续改善氧化条件，提高氧化收率，

进行三废处理，改善操作环境，抓紧后处理工艺改革，做到设备配套，进一步完善工艺研究，为设计工业化装置提供技术依据，生产优质产品。



合 成 材 料

MC-DCPD聚氯乙烯新配方

研究单位：北京化工二厂

所谓聚氯乙烯聚合新配方即以甲基纤维素（MC）为分散剂，过氧化二碳酸二环己酯（DCPD）为引发剂，进行氯乙烯悬浮聚合新配方试验，以生产疏松型树脂。北京化工二厂于78年4月以来，已先后试产12000余吨，并经有关加工单位试用，证明所制产品性能良好。1979年3月已通过技术鉴定，一致认为：

1. MC-DCPD 体系聚合配方工业试验是成功的，自七八年四月以来，已先后试产12000余吨，树脂质量符合部颁疏松型树脂标准。说明该配方是可行的，稳定的。

2. 在工艺上，考查了整个工艺过程的操作控制，聚合反应的放热和传热，以及粘釜情况和影响聚合时间的因素。认为所确定的聚合配方操作方便，易于控制，放热较均匀，粘釜较轻，适于工业生产。

3. 在树脂性能及加工应用方面，经有关加工单位试用，证明该树脂颗粒形态疏松，增塑剂吸收性能好，鱼眼少，易于加工。所制产品质量，均达到部颁标准。可以生产。

北京化工二厂拟在提高疏松型树脂质量方面继续进行试验，改进配方，以提高树脂的热稳定性，进一步改进颗粒形态和粒度分布，适当提高表观密度，并加强管理，严格操作控制，确保产品质量。

（北京化工二厂情报组）

卫生材料无纺布

研究单位：北京合成纤维厂

北京化工研究所

无纺织布具有生产工艺流程短，设备简单，成本低，透气性好，弹性好，手感柔软等优点。因此，近年来广泛用于人民生活。卫生材料无纺布的试制研究工作，主要以无纺布来替代棉布，用作医用卫生敷料基材——膏剂布，为国民经济节约医用棉布之消耗和为卫生敷料的发展提供理想的敷料基材，以适应于国民经济和备战的需要，卫生材料无纺布的试制工艺是采用了纤维气流成网，浸渍粘合剂的气流法无纺布的生产工艺。其工艺流程为原棉准备-解纤-风运-集棉-梳棉-剥棉-成网-浸渍-压榨-烘干-成卷。选用的纤维材料为棉型粘胶短纤维和聚丙烯酸酯皮革酸（改性的天津20#皮革胶）。试制设备的生产能力为 $72M^2/时$ 。试制品价格为 $0.80元/M^2$ ，其质量水平与目前国际相仿类型无纺布制品质量相接近。此项试制品由北京卫生材料厂加工为愈创膏，在北京友谊医院，宣武医院等单位进行临床试用，反映效果很好。1978年已通过技术鉴定，一致认为此项新基材，不但可以替代棉布应用为医用敷料基材，而且它还具有柔软、富有弹性、透气、质轻等特性，体现在敷料的应用上则表现为轻巧柔软，贴用舒服，剥离无痛，透气吸湿并有利于伤面愈合和伤区皮肤新陈代谢等疗效，是一种较之与目前的医用棉布及其代用基材（塑料、纸张）更为实用的敷料基材，深受医务工作者和患者的欢迎。迫切要求投产推广。

无线胶订热熔胶粘剂用 EVA 树脂中间试验

乙烯-醋酸乙烯共聚树脂（简称 EVA）是六十年代发展起来的一种新型高分子合成材料。EVA 树脂具有无毒、耐酸、耐碱、耐湿、耐寒、耐候性和高弹性等优点，因此也是一种多用途的新型材料。近十年来发展很快，EVA 树脂产量和品种都在迅速增长，根据产品中醋酸乙烯含量的不同，性能亦不同，有橡胶型、粘合剂型和塑料型等，可广泛用于国防、国民经济、及生活用品等各个门类，是一个“热门”产品。

北京有机化工厂继北京化工三厂和新华印刷厂在1971～1973年共同协作完成 EVA 聚合小试的基础上，于1975年开始筹建中试车间至1978年完成中间试验。在试验过程中，根据用户不同要求，改变工艺条件，提供了不同样品进行了应用试验。本中间试验所得 EVA-3020 产品，系采用溶液聚合法的工艺，即将乙烯、醋酸乙烯在叔丁醇水溶液中以偶氮二异丁腈为引发剂在温度70至80℃ 和压力80～85公斤/厘米²下共同聚合再经分离回收制得。先后历经六个半月的实际运转，产品质量已达到了小试标准，聚合时间由小试的12小时缩短为8小时，醋酸乙烯转化率由50～60%提高到70～80%，经上海印刷技术研究所、中国青年出版社印刷厂大力协助，将 EVA 树脂为基料，配制成 EVA 树脂热熔胶粘剂，实行了书籍无线胶订联动化，所装订的十多万册书籍，在使用一年过程中尚未发现脱页、散页现象，更主要的此种热熔胶粘剂无需溶剂的蒸发-冷却就固化粘合，具有凝固速度快

的特点，一般5~30秒，甚至1秒钟之内即凝固。因此，它比用白胶（聚醋酸乙烯乳液）装订，出书速度快。白胶装订最快在第二天出书，而EVA热熔胶粘剂装订可以当天出书，提高劳动生产率一倍以上，节约人员二分之一，利于印刷工业实行无线胶订联动化，解决印刷平衡，缩短出书周期，为印刷工业现代化所不可缺少的一种新型高分子材料。1979年3月18日—21日由国家出版事业管理局与北京化工局组织了技术鉴定，一致认为：

一、年产20吨无线胶订热熔胶粘剂用乙烯醋酸乙烯共聚树脂中间试验的工艺流程、工艺条件以及对高压釜等设备和原料的要求是合理的，技术上亦较易掌握，可以扩大生产。

二、在中间试验期间试制的EVA3020产品，质量比较稳定，其质量标准为特性粘度 $0.50\sim0.75$ ，软化点 $80\sim120^{\circ}\text{C}$ ，醋酸乙烯含量 $30\sim40\%$ ，熔融指数 $200\pm50\text{克}/10\text{分}$ 。主要技术指标如醋酸乙烯含量熔融指数等与国外同类产品接近。此类树脂经上海印刷技术研究所、中国青年出版社印刷厂配成热熔胶粘剂，使用于书籍的无线胶订，质量符合要求。

三、在正常情况下，三废污染不大。

四、鉴于EVA树脂是一种多用途的新型材料，国内当前又系缺门产品，尤其要满足印刷工业当前对粘结剂型EVA树脂的迫切需要，除进一步提高产品质量，降低消耗，会议代表一致要求EVA树脂在中试基础上扩大规模，尽快投入工业生产。