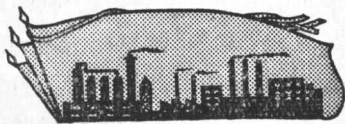


毛主席语录

社会主义不仅从旧社会解放了
劳动者和生产资料，也解放了旧社
会所无法利用的广大的自然界。

溶蓼素蓝IBC废水的综合利用



工业技术资料

1970年
第29号

溶蕙素蓝IBC废水的综合利用

上海染料化工三厂

我厂溶蕙素蓝 IBC 车间生产中的工业废水浓度大、耗氧量高、色度大、腐蚀性强，含有价值很高的染料。在废水处理问题上历来存在着两条路线的尖锐斗争。

文化大革命以前，在刘少奇反革命修正主义企业路线影响下，我厂存在只依靠少数“专家”、“权威”，“利润挂帅”，只管生产，不管“三废”现象，因此，这个车间每天就有一百多吨废水排入苏州河，严重影响苏州河水质，腐蚀河堤，影响工农业生产。为了解决这个问题，当时资产阶级技术“权威”曾提出不切实际的计划，既浪费国家财产，又要花费很长时间。工人同志多次提出搞回收利用，夺回国家原材料，但受到压制。

革命就是解放生产力，革命就是促进生产力的发展。

无产阶级文化大革命的伟大胜利，激发了工人群众的冲天干劲，新生的革命委员会积极支持工人的革命精神，本着勤俭节约的精神，利用旧设备、旧材料，建成了综合利用车间，为国家回收了大量的原材料，每年可节约资金 150 万元。狠狠批判了修正主义工业路线的流毒。

在搞综合利用的试验过程中，工人们文化低吓不倒，困难多难不倒，他们凭着对毛主席的一片忠心和丰富的实践经验，回收还原灰，还原蓝染料，反复试验了 80 多次；回收二氧化铅，单洗漆就达 120 多次。以顽强的革命毅力，战胜一个一个的困难，终于取得了成功。

试验成功了，但斗争没有结束。IBC 染料的回收，遭到资产

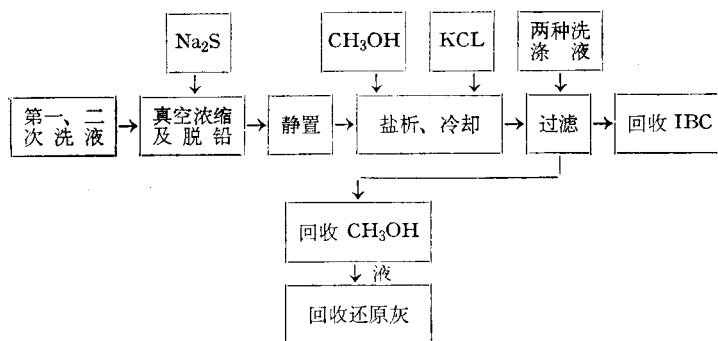
阶级技术“权威”和洋框框洋教条的迷信者的压制和反对，他们说：“这不是染料，是杂质。”不让出厂。工人同志到使用单位去了解，试验证明不但完全可以使用，而且质量相当好，有力地驳斥了资产阶级技术“权威”的谬论。经过反复的斗争，综合利用在染化三厂结出了胜利的果实。

一、回收溶蒽素蓝 IBC 的方法

1. 原料:

- (1) 车间氧化压滤后含 PbO (氧化铅) 的第一、二次洗液。
- (2) 车间脱铅抽滤后含 PbS (硫化铅) 滤渣的第一、二次洗液。

2. 工艺流程示意图:



(1) 由车间氧化压滤后的滤渣 1.5 吨，加水 3.2 吨，升温到 60°C ，搅拌 2 小时，然后静置 24 小时。

(2) 将静置后的上澄液吸入蒸浓锅内，温度控制在 60°C ，进行真空蒸浓 24~32 小时。到体积约为 2.2 立方米时，加 Na_2S (硫化钠) 35 公斤脱铅，搅拌 15 分钟。

(3) 将脱铅后的浓缩液放入铁桶中自然沉淀，沉淀时间冬天约 48 小时，夏天约 72 小时。

(4) 将静置沉淀后的脱铅浓缩液吸至盐析锅内盐析，以 500 升脱铅水为例，加入 280 升 CH_3OH (甲醇) 升温至 55°C ，加 KCl (氯化钾) 90 公斤 (于 30~45 分钟内加完)，保温 1 小时 ($55\sim60^\circ\text{C}$)，然后徐徐投冷至 $37\sim40^\circ\text{C}$ ，再用冰水投冷至 $18\sim20^\circ\text{C}$ (夏天)，冬天则冷却至室温，不必再用冰水降温，保持 20°C 搅拌 2 小时，IBC 在 28°C 时就逐渐析出。

(5) 放料到抽滤桶，抽滤液中含 CH_3OH ，送往回收 CH_3OH ，回收后的下水水再加工回收还原灰。

抽干时在料中加入两种洗涤液，淋洗。第一种是 8 公斤 KCl ，6 公斤 30% NaOH (氢氧化钠) 和 16 公斤水的混合液；第二种是 8 公斤 K_2CO_3 (碳酸钾) 和 8 公斤水的溶液。第一种先加，抽干后再加第二种。目的在于去除杂质和保持碱性。

以上是用 PbO 滤渣作为原料生产 IBC 的工艺，如用 PbS 滤渣为原料时，工艺流程基本上相同，因已脱铅，所以在蒸浓锅不再加 Na_2S 。

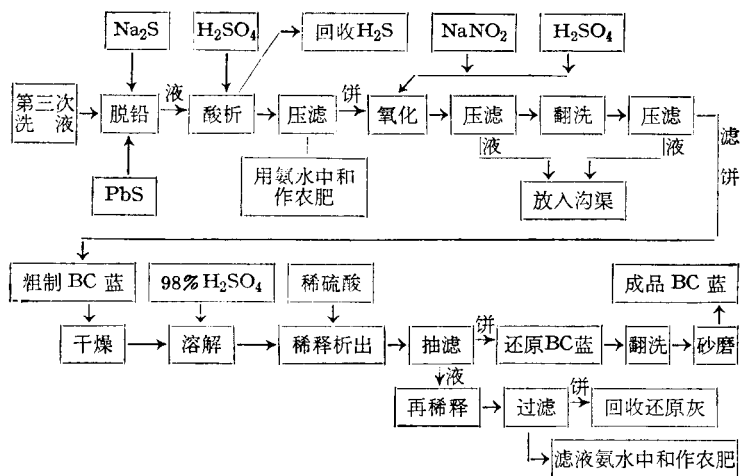
二、回收 BC 蓝的方法

1. 原料:

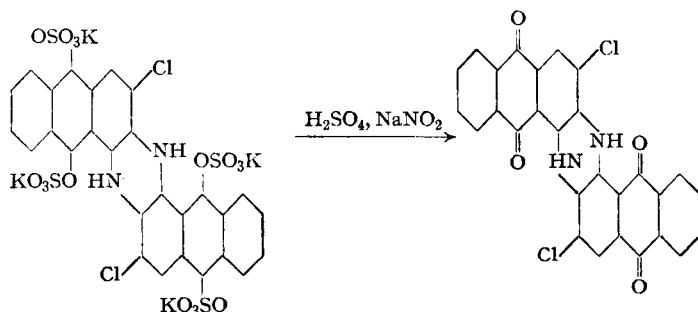
(1) 由车间氧化压滤后滤渣的第三次洗液。

(2) 由车间脱铅后的 PbS 滤渣的第三次洗液。

2. 工艺流程示意图:



反应式:



(1) 将第三次水洗液 2800 升吸入反应锅内进行搅拌。

(2) 在锅内加入 Na_2S 脱铅，所加数量以达到反应终点为准。终点的测定方法如下：在一小块滤纸上滴以锅中的料液，液滴四周即出现扩散圈，再在其旁滴以 Na_2S 溶液，也会有扩散圈，两扩散圈交接处如呈现灰褐色，说明料液中尚有铅的离子没有沉淀出来。须继续加 Na_2S ，再行测定，直至交接处不呈现灰

褐色,说明反应已到终点。

反应到达终点后,关闭搅拌桨,静置 48 小时,将上面的液体吸到另一锅内,进行酸析。底部黑色沉淀为 PbS 另行处理。

(3) 在此锅内加入 H_2SO_4 进行酸析,直到料液酸度能使刚果红试纸变浅蓝色为止,连续搅拌 1 小时,酸析时有 H_2S 气体逸出,现在用 NaOH 喷雾装置吸收 H_2S ,成为 Na_2S ,再行回用。酸析后的料液吸入搪瓷锅内,升温至 $70\sim 80^\circ\text{C}$,保温 20 分钟。

(4) 放料到压滤机进行压滤,酸性滤液与氨水中和后作为肥料。

(5) 将滤饼重新放入反应锅内,加水搅拌,并加 NaNO_2 进行氧化,同时加 H_2SO_4 ,用刚果红试纸测定至呈浅蓝色为止。加 NaNO_2 的量以达到终点为准,终点的测定方法如下:将料液滴一滴在小块滤纸上,在其旁再滴以 KI (碘化钾)淀粉溶液,如两者的扩散圈交接处呈现蓝色,并保持 10 分钟,说明已到终点,否则须再加 NaNO_2 。

(6) 反应完毕后将料液放入搪瓷锅,升温到 $70\sim 80^\circ\text{C}$,保温 20 分钟,同时不断搅拌。

(7) 放料压滤,将滤饼放入反应锅内,加水搅拌 1 小时,进行水洗,然后全部放入搪瓷锅内,加热,保温 20 分钟,放料压滤。同法连续水洗三次,即得粗制品 BC 蓝。

(8) 精制。在干燥粗制品内加 98% H_2SO_4 ,使之溶解再加淡酸到酸度为 75%,抽滤,滤饼再行水洗,最后经砂磨,即得成品 BC 蓝。

三、回收还原灰(甲醇灰)的方法

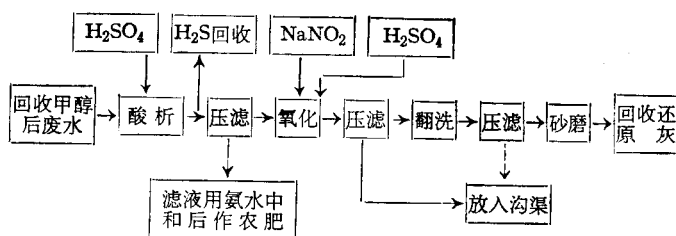
1. 原料:

(1) 车间盐析、压滤后的滤液经过回收 CH_3OH 后的下脚

水。

(2) 回收车间生产 IBC 的下脚水经回收 CH_3OH 后废水。

2. 工艺流程示意图:



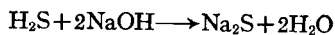
(1) 工艺过程同 BC 蓝的回收相同。

(2) 上述两种原料所得产品,在色光方面有所不同,染纱时第一种原料的产品显绿光,第二种原料的产品显黄光。

(3) 酸析过程中产生大量 H_2S 气体,现用 NaOH 喷淋设备可回收 Na_2S 产品。

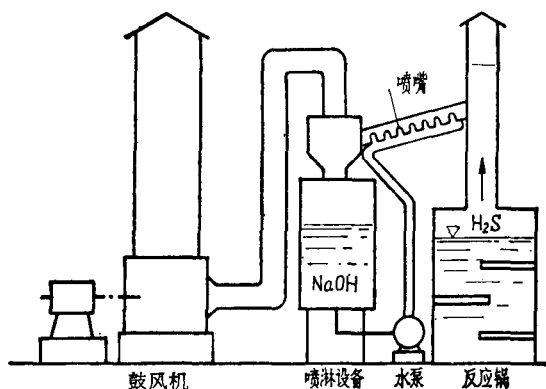
四、回收 H_2S 的方法

用 NaOH 喷淋设备回收 Na_2S 。



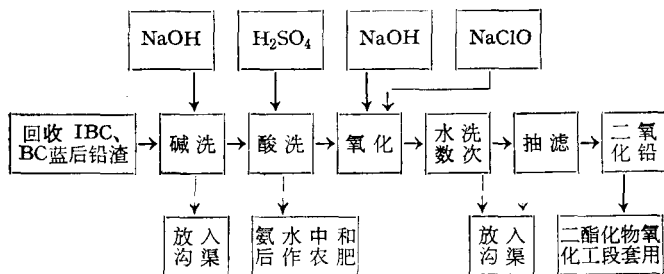
NaOH 溶液的浓度为 16~17%, 循环吸收到 Na_2S 达饱和浓度为止,即须另换新的 NaOH 溶液, Na_2S 作为本车间脱铅的原料。

回收设备如图:



五、回收 PbO_2 (二氧化铅) 的方法

1. 原料：车间氧化压滤后的铅废渣。
2. 工艺流程示意图：



(1) 铅渣放入反应锅内，加水搅拌 2 小时，静置 24 小时。以同样方法水洗数次，每次洗涤废水放至沟渠排出。

(2) 水洗过的铅渣加液碱 250 升，再加水至满锅，通蒸气加热到 80°C ，搅拌 1 小时，静置 2 小时后，将上层清液排入沟渠，再加水满锅，升温到 $50\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，搅拌 1 小时，静置 2 小时，将上

层清液排去。依次重复八次。

(3) 经过上法洗涤后的铅渣中加 250 升 30% NaOH 进行碱洗, 过程同(2)所述一样。

(4) 经过上述洗涤后的铅渣, 加 160 升 92.5% H_2SO_4 进行酸洗, 加水至满锅, 搅拌 1 小时, 静置 2 小时, 过程和碱洗相同。

(5) 洗后的铅渣中加入 NaClO (次氯酸钠) 氧化, 浓度为 10% 时须加 2 吨, 浓度 6% 时则加 3.5 吨。加 NaClO 时, 须同时加 NaOH, 使 pH 值保持在 5~6 左右。反应终点的测定方法与 BC 蓝氧化时终点测定方法相同。达到终点后, 还须加适量 NaClO 使反应完全, 搅拌 1 小时(此时 pH 值达 8.6), 静置 2 小时, 将上层清液排入沟渠。

(6) 加水至满锅进行水洗, 加热到 50~60°C, 搅拌 1 小时, 静置 2 小时, 放去上层清液, 按此法重复 6~8 次, 用亮黄试纸测定至无色时为止。

(7) 取铅样分析, 使单锅样的干品含 PbO_2 90% 以上就算合格。

(8) 真空抽滤得浆状 PbO_2 (二氧化铅)。