

农药研究报告选集

1949—1979

科学技术文献出版

前 言

合理地使用农药，是防治农林病、虫、草害，病媒害虫和仓储害虫的重要手段。

我国是使用农药最早的国家之一。早在一千八百多年前就已经使用汞剂、砷剂和植物性农药。一九四四年开始研制有机合成农药——滴滴涕，并于一九四六年正式生产。新中国成立以后，在党和人民政府的正确领导下，由于有关科学技术工作者、工人、干部的共同努力，我国的农药科学技术获得迅速发展，科研工作取得很大成绩。我们依靠自己的科学技术，建设了相当规模的农药工业，为支援农业发展，保护人民身体健康，做出了重要贡献。

但是，近十年来，不少单位的农药技术资料失散较多，零散不全，查阅困难，给工作带来许多不便。为了使过去的研究资料在生产、科研中充分发挥作用，我们征集了卅年来的农药研究报告，编辑成《农药研究报告选集》，以供有关人员参考。

本选集包括建国后卅年期间，完成的新品种研究、老品种技术改造、原料与中间体合成、剂型加工与助剂、毒性与残留、基础理论等方面的研究报告。鉴于由中国农业科学院植物保护研究所农药研究室编著、并于一九五九年出版的《农药研究论文集》已经收集过一九四九至一九五八年期间完成的许多研究报告，为避免重复，故本选集选登的重点是一九五九至一九七九年间完成的研究报告。

本选集的编辑工作，承蒙张立言、张少铭、胡秉方、王君奎、陈茹玉、王大翔、张泽溥、丁渭泉、卞绍庄、樊德方、戴寅、吕伯钦、王绪卿、宋大康、雷松僧诸位专家审阅指导。参加编辑工作的有浙江省化工研究所梅世俊、王志法、陈永光，沈阳化工研究院王坤范，安徽省化工研究所姚大犹、许圭南同志。在此，谨致热忱感谢。

由于本选集编辑仓促，经验不足，不妥以至错误之处，在所难免，恳请读者和暇翻阅本选集的专家予以批评指正。

化工业部科学技术局
中国科学技术情报研究所

一九八〇年八月

第一部分

农药合成工艺研究

目 录

前言

第一部分 农药合成工艺研究

杀虫剂

一、有机氯杀虫、杀螨剂

六六六	(1
滴滴涕	(
毒杀芬	'
三氯杀螨醇	
氯丹和七氯	
三氯杀螨砒	
氯苯砒	
杀螨酯	
开蓬	

二、氨基甲酸酯杀虫剂

西维因	
速灭威	
异丙威	
仲丁威	
灭除威	
害朴威	

三、有机磷杀虫、杀螨剂

	敌百虫	
	敌敌畏	
	乐果	
	氧乐果	
	茂果	
	马拉硫磷	
	对硫磷	
38)	甲基对硫磷	
243)	飞螟松	
246)	敌硫磷	
	胺磷	
250)	酞甲胺磷	
	螟畏	

磷胺.....	(133)
久效磷.....	(136)
皮蝇磷.....	(140)
治螟磷.....	(143)
内吸磷.....	(146)
辛硫磷.....	(150)
蝇毒磷.....	(156)
嘧啶氧磷.....	(158)
哒嗪硫磷.....	(162)
亚胺硫磷.....	(166)
乙基谷硫磷.....	(169)
硫磷.....	(174)
磷.....	(177)
.....	(178)
.....	(180)
乙基稻丰散.....	(185)
.....	(189)
.....	(191)
剂.....	(193)
.....	(198)
.....	(200)
.....	(204)
.....	(207)
.....	(215)
.....	(221)
.....	(226)
.....	(230)
.....	(232)
.....	(237)
.....	(238)
.....	(243)
.....	(246)
.....	(250)

砷酸铅.....	(253)
氟乙酰胺.....	(255)
菌剂	
一、取代苯类杀菌剂	
六六六无效体制五氯硝基苯.....	(258)
六六六无效体直接氯化制六氯苯.....	(261)
氯硝胺.....	(263)
邻酰胺.....	(265)
敌克松.....	(269)
二、有机磷杀菌剂	
克瘟散.....	(271)
异稻瘟净.....	(274)
稻瘟净.....	(277)
多硫磷.....	(280)
乙磷铝.....	(282)
三、三氯甲硫基杀菌剂	
克菌丹.....	(285)
灭菌丹.....	(288)
四、杂环化合物杀菌剂	
叶枯净.....	(292)
萎锈灵.....	(297)
五、二硫代氨基甲酸酯类	
代森锰.....	(300)
福美双.....	(302)
退菌特.....	(305)
代森铵.....	(309)
福美锌.....	(311)
代森锌.....	(314)
六、亚胺型杀菌剂	
菌核净.....	(318)
七、氨基甲酸酯类	
托布津.....	(323)
多菌灵.....	(326)
多菌灵及其中间体氰氨基甲酸甲酯的工业分析方法.....	(330)
氰甲酸甲酯 (多菌灵的重要中间体)	(333)
八、杂环类	
半种灵.....	(337)
九、其他	
敌稻瘟.....	(340)
抗菌剂401和402.....	(342)

有机磷农药粉剂高温贮存与常温贮存分解率的对照试验	(544)
用剧毒液体农药加工混合粉剂的技术	(548)
真空气动混合与输送在农药粉剂加工上的应用	(549)
二、可湿性粉剂	
六六六可湿性粉剂干法生产试验	(551)
六六六可湿性粉剂的粒度与毒力关系的研究	(554)
提高和稳定六六六可湿性粉剂悬浮率的研究	(555)
速灭威可湿性粉剂配方研究	(558)
多菌灵可湿性粉剂配方研究	(559)
三、乳油	
固体贮备棉油乳剂的研究	(561)
40%乐果乳油配方研究	(562)
以轻柴油芳烃为溶剂配制农药乳油试验	(565)
降低农药乳油中乳化剂用量配方试验	(567)
亲水型、亲油型乳化剂在有机磷农药乳油配方中的应用	(569)
四、乳粉、固体乳剂	
以亚硫酸纸浆废液为分散剂调制滴滴涕乳粉、除草醚乳粉的研究	(572)
碱法纸浆废液调制滴滴涕乳粉的研究	(574)
喷雾干燥法制备除草醚乳粉	(577)
以水解蛋白质为分散剂调制滴滴涕乳粉	(578)
桐籽饼蛋白水解加工滴滴涕乳粉	(579)
滴滴涕固体乳剂后处理成型工艺	(580)
五、颗粒剂、微粒剂	
颗粒剂的试制及其在防治玉米螟上的应用	(582)
包衣法制对硫磷颗粒剂	(583)
呋喃丹颗粒剂与微粒剂加工技术研究	(586)
异稻瘟净颗粒剂配方和加工研究	(589)
25%五氯酚钠颗粒剂加工研究	(592)
六、可溶性粉剂、水溶剂	
80%敌百虫可溶粉喷雾结晶工艺试验	(593)
喷雾冷却成型法制造高浓度敌百虫可溶性粉剂	(596)
杀虫脒加工剂型的研究	(598)
多菌灵可溶性粉剂配制试验	(600)
复合新剂型——速效磷水溶剂	(603)
七、烟雾剂	
硫磺烟剂的配制和应用	(605)
敌畏插管烟雾剂配方研究	(608)
热熔加工法配制烟剂	(610)
容量剂、油雾剂	
降低容量剂的研究	(611)

九二〇	(442)
矮壮素	(444)
矮健素	(448)
比久	(452)
乙烯利	(457)
昆虫激素	
昆虫保幼激素的类似物——增丝素 (ZR512)	(464)
农用抗菌素	
春雷霉素	(468)
灭瘟素	(470)
庆丰霉素	(472)
井冈霉素	(477)
多抗霉素	(480)
多效霉素	(483)
第二部分 中间体制备研究	
O, O-二乙基硫代磷酸氯	(485)
O, O-二甲基硫代磷酸氯	(495)
亚磷酸三甲酯	(498)
硫磷酯	(504)
共熔油中对、邻-硝基氯苯的分离	(507)
乙硫醇	(511)
甲氨甲酰氯	(43)
甲基异氰酸酯	(54)
四氢萘法合成甲萘酚	(513)
六氯环戊二烯	(519)
邻乙基苯胺	(521)
第三部分 剂型加工与助剂	
剂型加工	
一、粉剂、混合粉剂	
甲基对硫磷、六六六混合粉剂配方试验	(523)
乙基对硫磷、六六六混合粉剂	(525)
苏化 203、六六六混合粉剂加工研究	(525)
马拉松与六六六等混合粉剂配方研究	(528)
敌百虫、滴滴涕混合粉剂配方试验	(530)
杀螟松、西维因混合制剂配方研究	(531)
乐果粉剂稳定性的研究	(53)
马净、甲六净等混合粉剂配方研究	()
有机磷农药粉剂稳定性研究——填料高温焙烧处理	
滑石片岩用作有机磷农药粉剂填料的试验	
多福、多灭等混合粉剂的配方研究与生产	

农药对硫磷用混合型乳化剂的研究.....	(703)
有机磷农药乳化剂“S型磷乳”的研究.....	(706)
农药O/W型乳化剂应用技术研究.....	(708)
增效剂八氯二丙醚(S ₂).....	(711)

第四部分 毒性与残留

因体六六六毒性研究.....	(713)
毒杀芬毒性研究.....	(716)
车间空气中杀螟松最高允许浓度的研究.....	(719)
噻啉氧磷毒性研究.....	(724)
甲拌磷毒性研究.....	(726)
乐果经皮肤吸收的研究.....	(728)
异丙威毒性研究.....	(729)
西维因毒性研究.....	(732)
杀虫双毒性研究.....	(733)
杀虫脒的毒性及其劳动卫生的研究.....	(781)
杀虫脒致癌试验.....	(789)
甲氧甲基苄菊酯的毒性评价.....	(736)
取代硫脲类农药的致畸性.....	(737)
退菌特毒性研究.....	(738)
敌枯双毒性和残留研究.....	(740)
菌核利毒性研究.....	(744)
利谷隆毒性研究.....	(747)
十种农药对小白鼠骨髓细胞染色体畸变的影响.....	(749)
赤麂离体细胞测定化合物诱变活力研究.....	(751)
31种化学物质诱变性检测(Ames法).....	(753)
农药对鱼类的毒性及其机制.....	(754)
棉田土壤滴滴涕、六六六的污染及其防治.....	(759)
食物中有机氯农药残留量在加工烹调过程中的变化.....	(761)
乙酰甲胺磷在茶树上的残留、代谢、吸收和运转.....	(763)
杀虫脒的残留问题.....	(786)
水稻施用杀虫脒后亲体与其代谢产物的残留动态.....	(792)
耐光性拟除虫菊酯残留特性研究.....	(765)
应用整体放射自显术研究辛硫磷在小白鼠体内的代谢.....	(768)
杀螟丹在体内分布排除动态研究.....	(770)
GC-FPD测定水中有机磷农药残留量.....	(772)
薄层色谱——酶抑制测定方法的研究.....	(774)
作物中对硫磷残留量及其代谢物对氧磷薄层色谱—酶抑制扫描定量分析法.....	(776)
多菌灵残留量紫外光谱分析法.....	(778)
附表 若干种农药的LD ₅₀ 值.....	(798)

第五部分 基础理论与其它

飞机超低容量剂的应用研究·····	(641)
油雾剂研究和应用·····	(616)
九、胶悬剂	
利用碱法造纸废液制备氯硝柳胺胶悬剂·····	(618)
拌种灵胶悬剂的研究·····	(619)
西玛津胶悬剂的研究·····	(621)
十、缓释剂	
环糊精配制农药缓释剂·····	(624)
十一、其它 (原粉制备、性能测定)	
用盐析法制备杀虫脒原粉·····	(625)
农药填料性能的测定方法·····	(629)
农药填料阳离子交换量测定·····	(632)
农药粒剂强度的简易测定法·····	(633)
十二、制剂基础理论	
盐析法制备杀虫脒原粉有关的几个体系溶度的研究·····	(634)
杀虫脒的比热、盐析热和热分解动力学参数的测定·····	(637)
助剂	
烷基苯磺酸钙的研究·····	(640)
蒽油磺酸钠缩合物用作可湿性农药的分散剂·····	(644)
乳化剂磷辛-10 号的合成研究·····	(647)
烷基酚聚氧乙基醚研究·····	(649)
农乳300号-二苄基联苯基聚氧乙基醚研究·····	(653)
苄基酚聚氧乙基醚 (简称 BP) 的合成研究·····	(654)
农乳 400 号合成研究·····	(656)
农用乳化剂苄基“复酚”聚氧乙基醚的合成·····	(658)
农乳 600 号合成工艺研究·····	(660)
农乳 600-2 号合成研究·····	(665)
农用乳化剂 α -甲基苄基“复酚”聚氧乙基醚的合成·····	(668)
农乳 700 号烷基酚甲醛树脂聚氧乙基醚·····	(671)
宁乳36号·····	(673)
农乳 700-2 号合成研究·····	(675)
宁乳32号·····	(679)
农乳1600号合成工艺研究·····	(681)
农乳 1600-Ⅰ号合成工艺研究·····	(686)
农用乳化剂丰乳 300 号·····	(689)
松香乳化剂合成研究·····	(692)
农用乳化剂 BL 的研究·····	(693)
油酸聚氧乙基酯、油酸聚氧乙基二硫代磷酸酯合成研究·····	(695)
BS和P-BS乳化剂的研究·····	(697)
敌稗乳化剂的研究·····	(700)

农药对硫磷用混合型乳化剂的研究.....	(703)
有机磷农药乳化剂“S型磷乳”的研究.....	(706)
农药O/W型乳化剂应用技术研究.....	(708)
增效剂八氯二丙醚(S ₂).....	(711)
第四部分 毒性与残留	
丙体六六六毒性研究.....	(713)
毒杀芬毒性研究.....	(716)
车间空气中杀螟松最高允许浓度的研究.....	(719)
嘧啶氧磷毒性研究.....	(724)
甲拌磷毒性研究.....	(726)
乐果经皮肤吸收的研究.....	(728)
异丙威毒性研究.....	(729)
西维因毒性研究.....	(732)
杀虫双毒性研究.....	(733)
杀虫脒的毒性及其劳动卫生的研究.....	(781)
杀虫脒致癌试验.....	(789)
甲氧甲基苄菊酯的毒性评价.....	(736)
取代硫脲类农药的致畸性.....	(737)
退菌特毒性研究.....	(738)
敌枯双毒性和残留研究.....	(740)
菌核利毒性研究.....	(744)
利谷隆毒性研究.....	(747)
十种农药对小白鼠骨髓细胞染色体畸变的影响.....	(749)
赤麂离体细胞测定化合物诱变活力研究.....	(751)
31种化学物质诱变性检测(Ames法).....	(753)
农药对鱼类的毒性及其机制.....	(754)
棉田土壤滴滴涕、六六六的污染及其防治.....	(759)
食物中有机氯农药残留量在加工烹调过程中的变化.....	(761)
乙酰甲胺磷在茶树上的残留、代谢、吸收和运转.....	(763)
杀虫脒的残留问题.....	(786)
水稻施用杀虫脒后亲体与其代谢产物的残留动态.....	(792)
耐光性拟除虫菊酯残留特性研究.....	(765)
应用整体放射自显术研究辛硫磷在小白鼠体内的代谢.....	(768)
杀螟丹在体内分布排除动态研究.....	(770)
GC-FPD测定水中有机磷农药残留量.....	(772)
薄层色谱——酶抑制测定方法的研究.....	(774)
作物中对硫磷残留量及其代谢物对氧磷薄层色谱——酶抑制扫描定量分析法.....	(776)
多菌灵残留量紫外光谱分析法.....	(778)
附表 若干种农药的LD ₅₀ 值.....	(798)
第五部分 基础理论与其它	

“H ₂ -Cl ₂ -CO”三组元爆炸相图的测定·····	(807)
灭蚜净及其类似物的几何异构体研究·····	(809)
O-烷基-O-芳基-N-烷基硫代磷酸酯类化合物的合成及其结构与除草活性定量关系的研究·····	(815)
O-乙基-O-取代苯基硫(醇)代磷酸酯类杀虫剂的研究·····	(823)
O,O-二甲基二硫代磷酸酯中性副产物分离鉴定·····	(828)
O,O-二乙基硫代磷酸酯中副产物分离鉴定·····	(829)
有机磷化合物的研究·····	(832)
有机磷杀虫剂的研究·····	(837)
在两相介质中的催化磷酸化反应·····	(840)
含萘环磷酸酯杀虫剂的研究·····	(846)
苯基有关取代基硫代磷酸酯的水解及胺解反应·····	(848)
某些苯基对位取代硫代磷酸酯的合成·····	(850)
硫代氨基甲酸酯类除草剂的研究——结构与活性的关系·····	(856)
氯代乙酰苯胺除草剂的研究——结构与活性的关系·····	(861)
选择性杀虫剂——灭蚕蝇三号防治柞蚕饰腹寄蝇的研究·····	(865)
柞蚕饰腹寄蝇的选择性化学防治研究·····	(866)
农药名称索引·····	(868)
附件	
农药残留试验方法暂行规定·····	(871)
农药毒性试验方法暂行规定·····	(874)
农药通用名称的命名原则和程序·····	(878)
农药通用名称(第一批)·····	(879)
农药安全使用试行标准·····	(891)
编后语	

六六六的连续化生产及其改革

上海联合化工厂

常温间歇法合成六六六的研究工作是1949~1952年进行的（详见中国农业科学院植物保护研究所农药研究室编的“农药研究论文集”1949~1958）。1951年投入工业化生产。我厂1958年投产。由于间歇法在玻璃瓶内进行氯化反应，劳动强度高，生产环境恶劣，玻璃瓶易碎，以致引起燃烧和爆炸，很不安全。为了使六六六的产品在工艺上得到发展，在上海医药工业设计院的帮助下，我厂于1961年由间歇法氯化反应改为连续化的搪瓷釜氯化反应。这是我国六六六生产中的一项重大技术改造。

在完成整个连续化工艺的过程中，我们主要攻克了两个难关：

1. 连续氯化。分析过去氯化不能连续进行的原因，主要是主氯化反应器、氯化吸收器、变白器三者的液位差没有达到连续化生产的要求。通过改革，抬高了主氯化反应器的位置，使主氯化反应器的液面比变白器的液面高出40厘米，调节氯化吸收器的理想高度，使之高出主氯化反应器液面的1.5米以上。

2. 选择理想规格的氯化吸收器和变白器，氯化液必须在变白器内均匀照光，使氯化液在变白器内按顺序先后进出。为此，我们把原来300升的氯化吸收器改为100升，把单个搪瓷釜变白器改成五支串联（每支25升）成梯形卧式搪瓷变白管，氯化液在变白管内成锯齿形流向。

1964年，连续氯化工艺开始正常生产。以后的十几年中，我们在工艺、技术、设备等方面进行了改革，分述如下。

一、防腐材料的改进

六六六车间氯化工序的青铅管道和蒸馏工序的生铁弯头、管道及青铅弯头、管道，由于耐酸强度不高或振动而经常发生渗漏和冲料，不仅操作工维修量增加，而且造成环境污染，影响工人身体健康，浪费了原材料。近十年中，我们逐渐淘汰了青铅管和生铁管，代之以耐酸强度高的搪瓷管。但是搪瓷管的费用和使用寿命还不能令人满意。经过改进，目前氯化工序基本上都使用了秦皇岛出产的有色玻璃管和上海出产的钢衬玻璃管。玻璃管虽然有安装困难，不能敲击的缺点，但是耐酸强度高，价格便宜，平时只要注意上述缺点，即是一种很好的防腐材料。钢衬玻璃管道虽然价格不便宜，但使用寿命长，管道规格化，安装和维修都很方便。蒸馏工序除少量搪瓷管道外，也基本上安装了钢衬玻璃管道。由于防腐材料的改进，给车间的文明生产创造了良好的环境。

二、操作上的改进

1971年以后，我们将氯化 and 蒸馏两工序的操作合并，并增设了控制操作室，配置了集中遥控所需要的部分仪表和设备。从此以后，六六六车间完成了一项从手工操作发展到用仪表化进行集中遥控的大改革。操作人员只要在控制室内就可以通过仪表及指示灯的显示，用按钮（或开关）、遥控板等进行氯化及蒸馏的操作。通过集中控制，讯号报警、自控等方式，

对全车间整个生产工艺过程实现集中控制。到目前为止的八年中，集中控制操作室对氯化工序的供氯压力、氯化反应温度的调节、蒸馏工序的供苯、蒸汽稳压等实现了全自动控制，对蒸馏锅的加水、进料、蒸馏、废气等装置实现了遥控。

三、设备的改进

1961年，连续化生产的氯化设备只有两套，主氯化反应器300升，产量一年不到2000吨。1964年，为了提高产量又增加了两套。至1966年已完备了五套氯化设备，主氯化反应器换成400升。苯流量从250~300公斤/小时增加到450~500公斤/小时，蒸馏工序的蒸馏锅、碱洗槽、冷凝器、干燥器也随之增加或放大。

自从蒸馏锅顶部安装了缓冲塔以后，蒸馏时六六六粉末不再冲入碱洗槽，保证了回收苯的质量，使回收苯比重控制在0.890（20℃）以下。

为了增加苯冷凝器的冷凝效果，把原来28M²列管式冷凝器换成18.2M²的螺旋式冷凝器。效果很好。

蒸馏工序的出料由过去人力车拉料改成机械干燥车出料加搅拌，物料直接干燥成粉状六六六原粉。

氯化工序主氯化反应器内青铅管冷凝盘向管改用钛管。在每套氯化液变白管中也装上三支钛W型冷凝管，提高了丙体含量。

经过这些改革，形成了5000吨/年规模的生产能力。一级品率达到90%；单耗：纯苯285公斤/吨，液氯760公斤/吨，液碱（30%）60公斤/吨；成本（去除液氯，液碱购差价）等各项经济技术指标全部完成国家计划。

废气处理系统增设了喷淋吸收器及碱洗槽。经吸收和碱洗，基本解决了废气为害。

（供稿人 蔡麒麟）

气升法外冷式连续化六六六合成工艺

沈阳化工厂

我厂1952年投产六六六，采用间歇法在玻璃瓶子内合成。该工艺设备多（289只瓶子），而且易破损、阀门多、胶管接头多、跑冒滴漏多，劳动条件差。操作作业次数达1470多次/天·人，劳动强度大。针对上述情况，自1956年起，进行了四次较大的工艺改造，但还是未能取代该工艺。

1959年初，参考连续合成资料，结合我厂六六六生产的具体实践，提出了一条“气升法外冷式连续化合成工艺”路线。经过三年实验，1972年在万吨级设备上获得成功。1979年4月全面竣工投产。

一、问题分析与工艺路线的选择

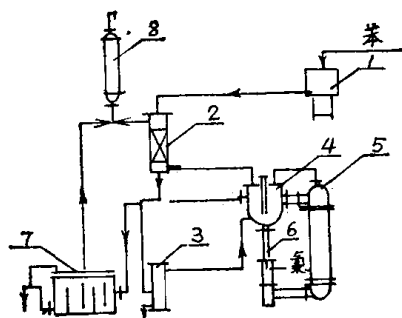
过高的温度影响氯的溶解度、光的吸收系数和氯代反应的正常进行。六六六的生成热较大（36.8千卡/公斤），因此，及时移去反应热，控制好温度是六六六合成的关键。

利用气升现象，靠过量的原料氯气推动反应液在反应釜与外冷却器间循环，移去反应

热。这个方法与提高温差法相比，没有因大量苯的循环，以致增加苯耗的缺点；也没有为提高传热面积造成设备制造上的困难；在操作中不用冒氯浓度和温度场梯度增大的危险，同时又可割去大功率防腐泵。

二、工艺流程与操作条件

1. 工艺流程



工艺流程示意图

- | | |
|---------------|----------|
| 1. 苯高位槽 | 2. 尾气吸收罐 |
| 3. 酸水分离罐 | 4. 氯化器 |
| 5. 石墨冷却器 | 6. 气升管 |
| 7. 变白器(二次反应器) | |
| 8. 尾气冷却器 | |

苯加入尾气吸收罐中，与氯化器排出的尾气相接触，其中氯气被吸收，同时通入少量氮气（在填料层中），排掉苯中的氧；残余的尾气经尾气冷却器降温冷凝回收一部分苯后放空。吸氯的苯，经酸水分离罐，分出其酸水后进入氯化器中。氯气喷入气升管中，在循环系统中借助出现的重度差，推动反应液进入氯化器中，在碘化铊灯的照射下反应，接着在石墨冷却器中移去反应热，再进入气升管，又被喷入的氯气推入氯化器，实现循环。部份合成液（与进苯量相等）溢流入变白器中，使残余的氯气反应掉，然后进入蒸馏罐中通气蒸馏。

2. 操作条件

反应温度 氯化器50~55℃，变白器50~60℃。

反应液比重 D_4^{20} 1.01~1.02

含氯浓度 氯化器控制在13~20g/l，变白后控制在1g/l以下。

石墨冷却器进口水温 22~28℃

三、实验情况

1. 气升效果及其影响因素

氯气升液能力V的计算（以热量的带出速度进行测算）：

$$V = \frac{(Q_1 + Q_2 + Q_3) - (Q_4 + Q_5)}{(C)(\Delta t)}$$

式中：Q₁ 六六六反应生成热量 $Q_1 = 1200 \times 368 = 441600$ 千卡/小时

Q₂ 氯气在管中溶解热量 $Q_2 = 894 \times 70 = 62580$ 千卡/小时

Q₃ 光源发出的热量 $Q_3 = 860 \times 8 = 6880$ 千卡/小时

Q₄ 原料苯进入氯化器后的显热 $Q_4 = 5652 \times 25 \times 0.43 = 60759$ 千卡/小时

Q₅ 碘化铊灯冷却水带出的热量 $Q_5 = F_1 K_1 \Delta t$
 $= 2 \times 260 \times 34 = 17680$ 千卡/小时

C 反应液比热0.4千卡/℃·公斤

Δt 氯化器进出口循环液温度差 $\Delta t = 4^\circ\text{C}$

$$V = \frac{(441600 + 62580 + 6880) - (60759 + 17680)}{0.4 \times 4} = \frac{432621}{1.6}$$

$= 270380$ 公斤/小时 ≈ 270 吨/小时 $\approx 270 \text{ M}^3/\text{小时}$

（系统的热损失未计算在内）

影响气升的主要因素：

(1) 气升管的断面面积对可溶性气体作气升推动力影响很大。气升管断面面积大，容量就大，流速就低，升液效果差；断面小、管阻上升。通过多次试验得到如下的气升管的断面面积与生产能力的经验公式：

$$S=fW$$

式中：S 所求气升管的内断面面积 (M^2)

f 气升管断面能力系数 ($M^2 \cdot \text{小时}/\text{吨}$)，其经验值为0.039~0.045 (仅限于六六六常温法生产)

W 生产能力 (吨/小时)

(2) 气升管长短影响：管长利于升液循环，但随长度的增加静压也增加，加快了溶解氯的速度。中试结果管长以1.5~1.8米为好。

(3) 氯气压力的影响：氯气压力大有利于气升。其最小允许压力可根据下式求得：

$$P=DL+1$$

式中：P所需氯气的最低压力，以水柱表示 (米)

D 反应液的比重

L 为液柱的总高度 (气升管高+氯化器的液柱高)

1 (米) 附加推动压头，水柱高为1 (米)

我们投产的一套能力年产万吨的设备所需氯气压力为：

$$F=1.01 \times (1.5+1.4)+1=3.929 \approx 4 \text{ 米水柱} = 0.4 \text{ kg/cm}^2$$

(4) 循环系统阻力越小越好。

(5) 氯化器与石墨冷却器上封头的尾气要连通，使其上方压力保持平衡。

(6) 氯气喷嘴喉径可根据生产能力大小而定，日产30吨情况下其喉径为 $\phi 60$ 即可 (指内径)。太小影响气升效果，太大反应液易压入氯气管中形成结晶将管子堵塞。

(7) 氯化器去变白器的合成液溢流管口位置应在氯化器与石墨冷却器连通管的上限，否则不能构成一个循环系统。

2 列管式石墨冷却器的使用

外冷式列管石墨冷却器一般要求进口水温不低于20℃，以免六六六结晶堵管。在正常运转情况下，总传热系数可稳定在160千卡/度·米²·小时左右。

3 变白器的选择

采用内加石墨隔板、磁砖衬里、玻璃蛇形管作内冷的箱式变白器，这种变白器反应液停留时间长，变白效果好，出口含氯可控制在0.5克/升左右。曾与玻璃管道变白器、串连式玻璃管道变白器作过比较，后面两种变白器不适用。

4. 关于光源

目前我国合成瓶和内冷罐式生产工艺，均采用40瓦日光灯照射。日光灯用于六六六生产上因波长、光强比较适宜，光照分布比较均匀，因而光电利用率较高。但对生产强度大的外冷式生产工艺不适用。一套日产30吨设备需安装100支日光灯，但受罐体限制安插不下。

本实验中采用1000瓦碘化铊灯作光源，该灯功率大，使用较安全。

四 投产情况

1. 自1969年4月投产以来，该工艺单套设备能力可达30吨/日左右 (年产万吨)，较内冷罐式连续化生产装置大3~10倍。该工艺传热面积不受内冷式罐体限制，便于控制反应温度，便于控制尾气发生量，可以利用回收水进行冷却，节约水约20万吨以上。