

综合利用

资 料 选 编

资 源 部 份

(内部资料 注意保存)

中国科学技术情报研究所重庆分所

1971.9.

毛主席语录

备战、备荒、为人民。

综合利用很重要，要注意。

综合利用大有文章可做。

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。

人民群众有无限的创造力。他们可以组织起来，向一切可以发挥自己力量的地方和部门进军，向生产的深度和广度进军，替自己创造日益增多的福利事业。

中国应当对于人类有较大的贡献。

自力更生，艰苦奋斗，破除迷信，解放思想。

选 编 说 明

在大搞综合利用的群众运动中，各行各业遵照伟大领袖毛主席关于“综合利用大有文章可做”和“综合利用很重要，要注意”的伟大教导，实行“一业为主，多种经营”，充分发挥厂矿企业的生产潜力，为我国社会主义建设增添力量。为了配合大搞综合利用，把综合利用的群众运动推向新高潮，现将我所馆藏的有关综合利用方面的资料，按专业选编成四册（资源、冶金、轻纺、化工），供有关厂矿企业参考。

选编时，对原资料进行了不同程度的删改。

由于我们水平有限，《选编》中难免存在缺点和错误，请批评指正。

编 者

一九七一年九月

目 录

一、黑钨矿中铌、钽的综合利用.....地质部矿产综合利用研究所（ 1 ）

二、高炉含氟尾气回收制冰晶石.....镇江磷肥厂 上海化工研究院（ 9 ）

黑钨矿中铌、钽的综合利用

我们对黑钨矿中铌、钽的回收作了冶金处理，即碳还原取铁富集铌、钽试验和用硫酸浸出铁、锰氧化物富集铌、钽试验。经过试验实践，查明了用硫酸浸出铁、锰氧化物富集铌、钽方法，使黑钨矿中铌、钽的综合利用目的基本得到解决。产品中铌、钽能富集到21%，其回收率可达90%以上。以上方法是把黑钨矿冶炼去钨的残渣作为原料。从炼钨开始所有试验过程及其结果概述如下。

(一) 黑钨矿用碳酸钠去钨取残渣

黑钨矿中铌和钽在黑钨矿冶金处理炼钨时，绝大部分（90%以上）在残渣中富集。我们为了获取残渣也作了黑钨矿熔炼钨试验。试验采取了在工业上广泛地被利用的黑钨矿精矿用苏打烧结法。试验过程为：

称取一定比例的黑钨矿样品与苏打，如：

黑 钨 矿 分 解 反 应	苏 打 量		
	理 论 值 (克)	合 计 (克)	实际量合计 (克)
$2\text{WO}_3 + 2\text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow 2\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{CO}_2$	33.3	65.0	87.0
$\text{MnO} + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{Na}_2\text{MnO}_4 + \text{CO}_2$	20.4		
$\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow 2\text{Na}_2\text{FeO}_2 + \text{CO}_2$	10.4		
$\text{SiO}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow 2\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{CO}_2$	0.5		
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow 2\text{NaAlO}_2 + \text{CO}_2$	0.2		
$\text{MgO} + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{Na}_2\text{MgO}_2 + \text{CO}_2$	0.2		
		100%	133.8%

烧结温度定于780°C；这时物料呈半熔化的糊状。在以上条件下黑钨矿烧结使钨变

为可溶于水中的钨酸钠，随后用水浸出钨酸钠。铌、钽成不溶于水中的铌、钽钠盐与

黑 钨 矿	编 号	残 渣			残渣中富集倍数
Nb_2O_5 0.55%	冶 6	Nb_2O_5	1.86	%	3.3
		Ta_2O_5	0.53	%	3.3
Ta_2O_5 0.16%	冶 7	Nb_2O_5	1.928	%	3.5
		Ta_2O_5	0.61	%	3.8
	冶 8	Nb_2O_5	2.018	%	3.6
		Ta_2O_5	0.60	%	3.7
Nb_2O_5 0.63%	冶 9	Nb_2O_5	1.63	%	2.5
		Ta_2O_5			
Ta_2O_5 0.519%	冶10	Nb_2O_5	1.85	%	3.5
		Ta_2O_5			

铁、锰氧化物及其他杂质进入于残渣中。残渣中铌、钽分析结果，如上表：

由此看，残渣（以下均称为试料）中铌、钽的品位比黑钨矿原样中一般地提高了三倍多。通过以上方法所获得的试料，就是为以下各工艺试验的原料。

（二）碳还原取铁富集

铌、钽试验

目的为试料中铁与其他成分得到分离，铌、钽富集到其一部分中。试验称取一定比例的试料与焦炭，100克试料取16.9克焦炭，混合装于石墨坩锅中，置于高频炉中加热熔融。炉温和炉料碱度变化使产品中铌、钽分布起变化，而炉料碱度变化（人工加 SiO_2 和 CaO 或萤石）可以使炉温改变。将试验条件及其结果表示于碳还原试验表一中（附于后）。

总结试验结果：当炉料碱度变化使产品中铌、钽分布起变化，熔炉料碱度变化（人

工加 SiO_2 和 CaO 或萤石）可以使炉温改变。将试验条件及其结果表示于碳还原试验表一中（附于后）。

总结试验结果：当炉料碱度为原试料碱度或加一些 SiO_2 时，炉料熔融温度为 1520°C 或 1450°C ，铌、钽富集于铁产品中品位 Nb_2O_5 达 3 % 士、 Ta_2O_5 1.1%，回收率 $>100\%$ （以化学分析误差所致）。当试料中添加一定比例的 SiO_2 和 CaO 或 CaF_2 时，铌分散于铁与渣中，当碱度增高时，铌在渣中含量增高，炉料熔融温度均为 1400°C ，碳还原取铁富集铌、钽方法所获得的产品中，铌钽品位尚不足于直接作为氯化或提取金属铌、钽的最终原料。

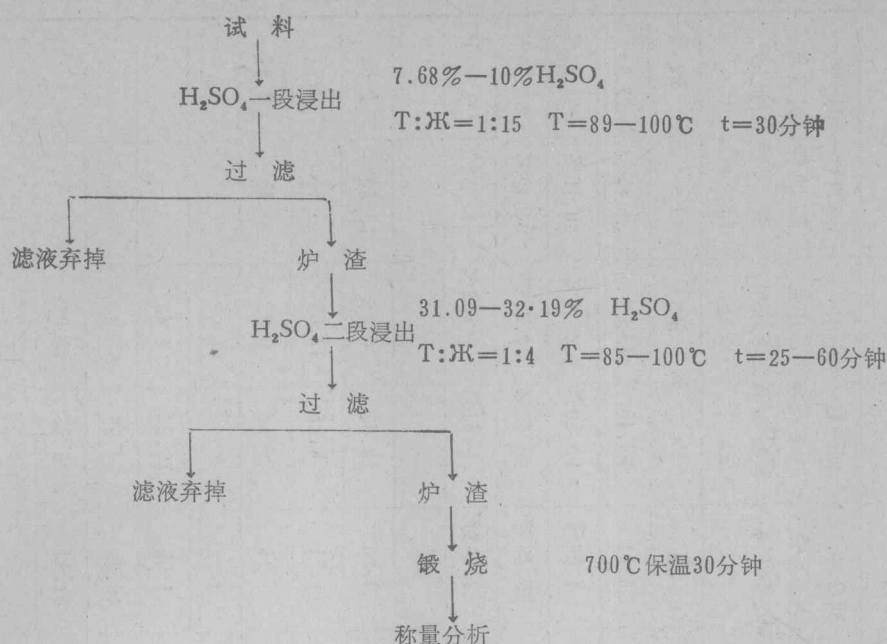
（三）用硫酸浸出铁、锰氧化物富集铌、钽试验

由试料中（黑钨矿炼去钨的残渣）主要成分分析，概述如下：

试料编号	试料成分分析				
	WO_3	Fe	Mn	Nb_2O_5	Ta_2O_5
冶 6	0.591	34.97	23.32	1.862	0.53
冶 7	1.71	34.43	25.37	1.928	0.61
” 8	0.525	38.68	25.54	2.018	0.60
” 9				1.630	
” 10				1.850	

铁和锰（金属量）占60%以上。因此，用硫酸把铁、锰氧化物浸出时，将铌、钽于

渣中得到富集。我们参考包钢的试验流程，进行了硫酸二段浸出试验。其流程为如下：



试验条件及其结果，如硫酸处理试验表二、三（附于后）。

从表中看，试料用硫酸二段浸出后所得的产品中，铌、钽富集到20%以上，其回收率90%以上。根据包钢的试验，产品中含有20%以上 Nb_2O_5 时，就能成为氯化或制取金属铌、钽的原料。

在试验中，由于对包钢试验流程中具体条件及其试验步骤领会错误，对固液比 $(\text{T}:\text{H})$ 均误取为试料重量与稀硫酸容积

比，并在二段浸出中落空了浓硫酸分解处理过程，结果试验中硫酸用量（比包钢少用一半以上）尚不足于全部铁等溶解所需量。因此，产品中尚存在着10%以上的铁。由此推测，如果试验要用足够全部铁等氧化物溶解所需的硫酸，并把它配制最适宜于溶解铁等氧化物的浓度时，在最后产品中铌、钽等将会更高的富集。

（地质部矿产综合利用研究所）

附 表

表 1-1 还原原试验表

原试料编号		冶 6				冶 7				冶 8		冶 (6+7+8) 混合	
试 验 编 号		火冶6-1		火冶6-2		火冶7-1		火冶7-2		火冶 8		火 冶 混	
变 更 条 件		100 克残渣配合 16.9克焦炭, 熔融 温度1520℃, 保温 30分钟。		1450℃—30分钟, 加SiO ₂ 4 克, 其他 条件同左。		熔点为 1520℃, 1600℃—30分钟, 其他条件同左。		1400℃—30分钟, 加 5 克SiO ₂ , 3 克 CaO, 其他条件同 左。		1400℃—30分钟, 加 6 克SiO ₂ , 10 克 CaF ₂ , 其他条件同 左。		1400℃—30分钟, 50 克样焦炭 8.45 克, 加 3 克SiO ₂ , 3克CaO。	
产 品 名 称		Fe	渣	Fe	渣	Fe	渣	Fe	渣	Fe	渣	Fe	渣
产 品 量, 克		65.18	11.24	59.51	22.13	71.50	7.33	58.19	33.01	53.40	45.37	22.45	21.55
分 析 结 果	Fe	52.25%	1.42%	56.10%	0.50%	50.59%	1.24%	55.04%	1.22%	55.30%	2.10%	60.10%	9.51%
	Mn	27.93%	23.60%	24.68%	32.35%	28.95%	24.94%	18.79%	35.49%	16.59%	32.36%	24.12%	31.15%
	Nb ₂ O ₅	3.09%		3.236克		2.918%	2.123%	1.116%	2.312%	0.61%	2.099%	1.922%	1.500%
	Ta ₂ O ₅	1.11%	0.12%	1.28克	0.118克								
产 品 中 总 量 克		34.05	1.59	33.38	1.10	26.117	0.09	32.02	0.40	29.53	0.96	13.50	2.04
		18.20	2.65	14.70	7.15	20.69	1.82	10.93	11.71	8.85	14.68	5.41	6.71
Nb ₂ O ₅		2.01		1.92		2.08	1.155	0.64	0.76	0.32	0.95	0.43	0.32
Ta ₂ O ₅		0.72	0.13	0.76	0.26								
Fe		97.36	4.54	95.45	3.14	96.63	0.02	85.54	1.06	76.34	2.48		
Mn		78.00	11.37	63.00	30.70	81.55	7.17	42.91	46.15	34.65	57.47		
Nb ₂ O ₅		107.94		103.110		107.88	8.03	33.19	39.41	15.85	47.07		
Ta ₂ O ₅													
进 入 产 品 中 的 %													
备 注													

第一段稀硫酸处理试验

原号	试 料										编 号	试 验 条 件	试 验 产 品 观 察		
	重量 (克)	WO ₃	TFe	MnO	Nb ₂ O ₅	Ta ₂ O ₅	Tr ₂ O ₃	Sc ₂ O ₃	SiO ₂				带 样 液	滤 液	残 渣
冶 6	各20	0.591	34.97	23.32	1.862	0.53					8785(化)	T:HK*=1:1.5 t=30分钟基本 固定其他条件及变更条件			黑 棕 色
											8786(化)	9.42% H ₂ SO ₄ T=89-91℃			灰 色
	加 各30										加 1	同 上			
冶 9											加 2	9.42% H ₂ SO ₄ T=90℃ 450me			
											1	同 上			
											2	9.50% H ₂ SO ₄ T=98℃ 450me	暗 绿 色	暗 绿 黄 色	黑 色
											3	同 上	同 上	淡 黄 色	同 上
											4	7.68% H ₂ SO ₄ T=100℃ 450me	暗 绿 黄 色	黄 色	同 上
											5	7.68% H ₂ SO ₄ T=98℃	暗 黄 绿 色	绿 黄 色	黑 色 (带 绿)
											6	同 上	同 上	淡 黄 色	同 上
冶10											7	9.5% H ₂ SO ₄ T=90℃ 450me	草 绿 色	绿 黄 色	黑 灰 色
											8	32.1% H ₂ SO ₄ 221me T=90℃, t=60分钟	暗 绿 灰 色	棕 黄 色	灰 色
											1	7.68% H ₂ SO ₄ 450me T=100℃	茶 红 色	淡 黄 色	黑 色
	各30										2	同 上	深 茶 色	同 上	同 上
											3	9.50% H ₂ SO ₄ 450me T=100℃	暗 绿 黄 色	淡 绿 黄 色	
											4	同 上	同 上	同 上	
	40										5	10% H ₂ SO ₄ , T:HK=1:15* T=85°-92℃, t=40分钟	同 上	茶 黄 色	黑 色

表 二

产 品 量 (克)	产 品 中 主 要 成 分 (%)							回 收 率(%)		备 注
	WO ₃	Fe	Mn	Nb ₂ O ₅	Ta ₂ O ₅		SiO ₂	Nb ₂ O ₅	Ta ₂ O ₅	
										预先焙烧700℃ 保温30分钟
				4.00						同 上
				2.518						同 上
13.624				6.576				91.60		
6.945				6.472				91.90		
12.00				4.178				102.52		
23.342				4.478				106.87		
18.038				1.845				68.05		产品经焙烧700℃ 保温30分钟
11.217				5.024				101.53		
11.038				4.688				93.23		
6.975				6.622				83.22		
8.196				6.110				90.22		
13.804				5.20				97.00		

第二段硫酸处理试验

试料为经第一段 处理产品重量 (克)	编 号	试 验 条 件 T:JK*=1:4 T=100℃ t=60	试 验 产 品 观 察				产 品 备 烧
			带 样 液	滤 液	残 渣	渣	
	8785	变 更 条 件 32.17% H ₂ SO ₄ T=98℃		棕 红 色	黑 紫 色		
	8786	同 上			灰 色		
6	1	31.09% H ₂ SO ₄ 24me t=25 因液干用水冲淡再搅拌5分钟	深 灰 色	黄 色	深 灰 色	700℃ 30分钟 渣呈灰黄色	
6	2	32.19% H ₂ SO ₄ 24me	同 上	同 上	灰 色	700℃ 30分钟 渣呈褐黄色	
6	3	同 上	同 上	绿 黄 色	同 上	700℃ 30分钟 渣呈灰绿色	
10	4	32.19% H ₂ SO ₄ 40me	暗 灰 绿 色	茶 黄 色	灰 绿 色	700℃ 30分钟 渣呈灰黄色	
10	5	32.16% H ₂ SO ₄ 30me T:JK=1:3*	深 灰 色	淡 黄 色	深 灰 色	700℃ 30分钟 渣呈褐红色	
	7	32.16% H ₂ SO ₄ 120me T=90℃	黄 绿 色	橙 黄 色	同 上	700℃ 30分钟 渣呈褐黄色	
5	3	32.17% H ₂ SO ₄ 25me T=98—89℃ t=47	深 灰 色	淡 黄 色	同 上	700℃ 30分钟 渣呈褐红色	
7	4	32.13% H ₂ SO ₄ 28me T=98—89℃	灰 色	茶 红	同 上	700℃ 30分钟 渣呈土褐色	

注: 1. *:重量比
2. *:T:JK=1:15 T——试料重量; JK——稀硫酸溶液容积。

表 三

产 品 量 (克)	产 品 中 主 要 成 分 (%)									回 收 率 (%)		备 注
	WO ₃	TFe	Mn	Nb ₂ O	Ta ₂ O ₅	Y ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Sc ₂ O ₃	SiO ₂	Nb ₂ O ₅	Ta ₂ O ₅	
10.158		25.48	12.75	22.471						总67.4		
1.46		10.6	0.33	22.65						总88.77		
1.822				21.88						101.03		
1.779				17.38						78.36		溶液洒了些
1.74				20.89						93.60		同 上
1.347				19.50						62.86		
2.017				15.3						68.91		溶解不完全
2.00				21.04						总86.05		
1.6259				20.18						99.08		
2.2651				16.79						88.91		

高炉含氟尾气回收制冰晶石

一、生产流程和基本原理

高炉含氟废气的洗涤，可以采用多种吸收剂，其中有水、碱和氨以及石灰水等，结合回收制冰晶石流程，以氨为最合适，它具有以下几个优点。

1. 氨吸收氟在回收制冰晶石以后是以铵盐形态残留在母液中，可回收循环使用或直接作硫酸液体肥料。在整个过程中 NH_3 的损失不大。

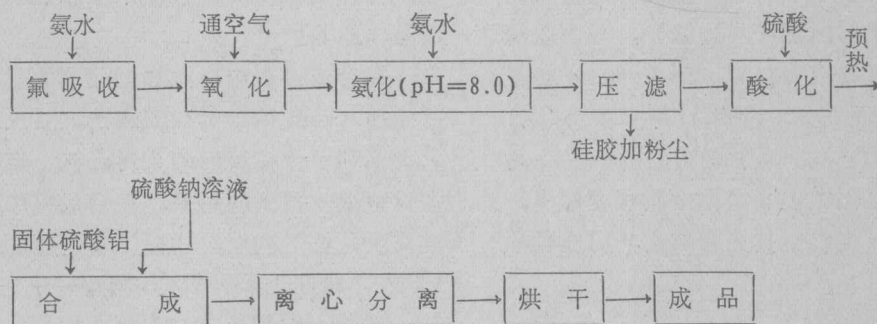
2. 用氨吸收氟，其吸收液中氟可达到较高浓度，高的可达100克/升左右，则可大大减少回收液的处理量。

3. 氨吸收氟具有一定选择吸收能力，对 SO_2 和 H_2S 等酸性气体吸收性较弱，通过后来氨化净化步骤，则可制取较高纯度的产品。

4. 在氨化过程所析出的硅胶，通过一定净化操作，可制取供塑料和橡胶工业上作填料用的硅胶，甚至可以加工成高质量的白炭黑，则它的经济价值就更高。

由于以上优点，故本试验采用氨水吸收。

以下是本试验采用氨法吸收氟气回收制冰晶石的示意图，（详见工艺流程图）：



将上述整个流程我们习惯地把它分为氟吸收和氟回收加工两个工序，以下均按两个工序分别叙述。

（一）氟吸收部分

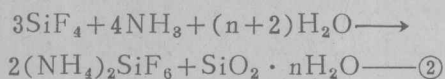
钙镁磷肥高炉尾气中含氟浓度一般在1~2克/米³，也有高达3克/米³，但也有低达0.5克/米³，其高低随着使用磷矿品位和配料决定，一般随着磷矿品位的提高而含氟浓度升高，炉气中主要成分是大量的氮气、10~13%一氧化碳、1%左右氧气、3~4%二氧化碳、少量 SO_2 和 H_2S （0.22~0.4克/

米³）除此之外，夹杂着大量灰尘（10~15克/米³）因此，当炉气进入吸收系统之前必须经过除尘，经过除尘器以后的炉气尚含尘0.8~1.5克/米³。而带入氟吸收系统中去，除尘器以干法为宜，目的是防止氟的损失和减少不必要的含氟污水的排放。

氟气吸收设备本厂采用了二只湿式旋风洗涤器所串连的逆流洗涤法，正如工艺流程图上所配置的一样，所达到要求浓度的氟吸收液是从第一洗涤器（以下简称1洗）中排放。1洗的补充液是从第二洗涤器（以下简称2洗）中打入，新鲜水是加入2洗中，控

制1洗吸收液的含氟浓度为50~55克/立升(相当于比重1.04~1.045),2洗循环吸收液一般较低,约在5克/立升以内,这样逆流洗涤的目的既可保证不断从1洗中得到较浓的氟吸收液,但又可保证2洗的尾气中氟的含量尽量降低,使达到排放要求。同时可减少氨的损失。在整个吸收循环液中加氨水量是以控制pH=5~6之间为宜。吸收液pH值控制在5~6之间的目的,为减少设备的腐蚀,同时降低氨的挥发损失量。

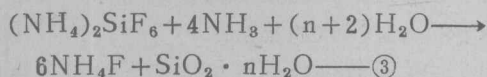
炉气中氟气是HF和SiF₄形态存在,其量约各一半,用氨吸收后,分别生成NH₄F和(NH₄)₂SiF₆。正如下列反应式:



因此在达到浓度的氟吸收液中除含有小部分细灰尘以外,还夹带一部分受分解而析出的硅胶,连同吸收液应送往后一步回收加工前的氟化过滤手续(若氟化硅胶需要利用时,应在氟化前增加一步过滤),氟吸收液中除主要是氟盐成分以外,还含有一定量SO₄(从亚硫酸盐氧化而来)和少量SO₂、H₂S、Fe²⁺、P₂O₅,其中亚铁很不稳定,为了使后一步氟化中提高净化杂质程度起见,故需要预先通空气使其充分氧化,将亚铁氧化成高铁。

(二) 制取冰晶石部分:

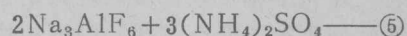
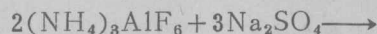
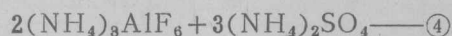
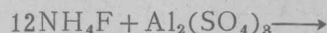
经过通空气氧化以后的氟吸收液用泵送入氟化槽,加氨水提高其pH=8.0左右,此时,原吸收液中的(NH₄)₂SiF₆即全部分解成NH₄F,并同时析出硅胶。反应式:



与此同时,由于溶液pH值提高,溶液当中的其他杂质也大部可沉降下来,如Fe是以Fe(OH)₃或FePO₄形式沉降,P₂O₅可成磷酸盐形式除去,故氟化脱硅过程也是杂质净化过程。

氟化后的溶液是浆糊状,需要通过压滤机压滤,分离出硅胶等杂质,并加水洗,回收其残留氟和氨(洗液送到2*洗循环池去)这里所过滤出的硅胶,若经过适当处理(酸洗)等,则可制取符合作橡胶和塑料工业用的硅胶填料,甚至加工成更高经济价值的白炭黑。由于我们尚未作过利用的研究,故暂时只好将它作为废物排除。(注:云南省光明磷肥厂利用生产冰晶石过程中产生的大量硅胶,经过一酸洗、二水洗的办法除去杂质,已制得合格的白炭黑产品。)压滤后所得滤液,基本上属于较纯的NH₄F溶液,再加入硫酸预酸化至pH=6.5左右,送往氟化铵预热槽,加热到90~95℃,再送往合成槽,在那里继续加入硫酸,使酸化至pH=5~5.5然后按分析计算量加入固体硫酸铝,接着定量加入预先在硫酸钠溶解预热槽中预热至90~95℃的硫酸钠溶液,然后再继续搅拌45~60分钟后,通过离心分离机过滤之,并适量水洗,再经过干燥和包装,即得成品冰晶石。

在合成过程中,添加沉淀剂的顺序是应首先加入硫酸铝,其次硫酸钠。若反之,则大大不利于合成反应的进行,这一点是通过实验室试验得到的结果,在合成槽中,其合成反应是按下列反应式分二步进行:



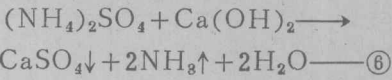
上述反应中所表示的冰晶石分子式,是通常所用的表示式,实际上在合成反应中不可能制成恰好符合这种分子式的冰晶石,国外研究学者,经过研究认为从水溶液中合成反应所结晶出的冰晶石Na/Al比为2.6,其组成为AlF₃(3-n)·NaF·nH₂O,据称其原因是因为冰晶石中部分碱金属(Na⁺)被水分子所取代。通过我们的研究结果,往往配料Na/Al比不同,可以得到不同Na/Al比的成品。不同Na/Al比的冰晶石究竟是

成复合物形式存在，还是部分是游离 NaF 或 AlF₃，结晶存在，这尚有待进一步科学实践加以证明。

经过离心分离后冰晶石除含有游离水外，还有结晶水，根据国外资料，还需要通过 600~650℃ 才能完全脱水。按我们的实践结果，初步证实冰晶石中也确有少量结晶水存在，且需要在较高温度下才能脱水（高于 300℃），但按工业规格要求，产品总水分不大于 1~1.5%，则在我们氨法生产的冰晶石中，只要控制好一定合成条件，可以使产品通过一般温度干燥（120~200℃ 左右）即可达到总水分小于 1.0% 的规格，这就可

大大简化干燥设备，故我们所采用的干燥设备是简单的烘箱式，用间接炉气加热。

分离产品后的母液中，一般含氨量在 3.0% 左右，根据钙镁磷肥厂副产冰晶石规模小的特点，以直接作液体肥料较为合适，但也不排斥作为回收氨循环使用的道路。其回收方法主要是在母液中加入定量石灰粉，在加热和搅拌条件下，使其氨逸出而冷凝收集之。其反应式为：



冶金部颁布的冰晶石质量指标如下：

级 别	F	Na	Al	SiO ₂ + Fe ₂ O ₃	H ₂ O	P ₂ O ₅	(近年来增加的 一项要求)
1	>53.0	<31.0	>13.0	<0.45	<1.0	<0.1	
2	>51.5	<32.0	>12.5	<0.60	<1.5	<0.1	

二、试验数据和结果

(一) 氟吸收部分：

1. 除尘效率的测定：

由于高炉炉气中带有大量灰尘，必须用

高效除尘设备加以净化，始能保证吸收系统正常运行。今因原重力除尘器效率有限，致使大量微尘在沉淀池与循环池析出，既增加每班清理泥浆的劳动强度，又严重影响氨和氟的损失。因此，在重力除尘器后串联一旋风除尘器经测定数据列于表 1。

炉 气 除 尘 情 况 的 数 据 表 1

序 号	高炉出口 炉气含尘 克/米 ³	重力除尘 器排灰 公斤/班	旋 风 除 尘器排灰 公斤/班	吸 收 前 含 氟 炉 气			除 尘 效 率 %	
				流量米 ³ /时	尘克/米 ³	总 尘 公斤/班	重力除尘器	旋风除尘器
1	6.43	280	92	8060	0.67	43.2	67.4	68.2
2	6.45	274	97	7660	0.72	44.0	69.5	63.7
3	10.60	563	123	8900	0.92	65.2	75.0	65.1
4	9.88	480	144	8500	0.71	48.3	71.2	75.0

以上序号 1、2 次测定系高炉炉料采用东海蛇纹石配料，而序号 3、4 二次测定则改用弋阳蛇纹石配料，由于两种蛇纹石机械强度、矿石结构绝然不同，前者坚固，后者疏松，故后二次的测定，高炉煤气含尘较高，重力除尘器与旋风除尘器排灰量都显著

增加，但从测定结果看，二种除尘器除尘效率都在 65~75% 之间，而沉淀池与循环池的灰量则显著减少，平均约 10~15 天，才清理一次，因此在原重力除尘器后串联一旋风除尘器已有效地解决排灰与降低氨和氟损的效果。

2. 吸收效率测定:

在整个氟吸收部分的试验过程中,由于受材料腐蚀问题的多次冲击,很长时间不能稳定求取数据,首先是泵、循环管道,原设

计用了一股钢管,系根据材料腐蚀试验结果,碳钢虽有一定耐腐蚀性,依计算钢管仍能使用半年左右,但实际上使用不到一个月,所有管道都陆续腐蚀穿孔,故现在都换用橡皮管,并用聚氯乙烯塑料短管作为连

吸收部分气体测定数据

表 2

编 号	总气量 米³	吸收系统压力降 (毫米水柱)				喷淋量 吨/时		吸收液 pH		吸收液 浓度 (Be°)		吸收液 温度 ℃		炉气中 氟 浓 含 克/米³ 度			备 注
		一 洗 进	一 洗 出	二 洗 进	二 洗 出	一 洗	二 洗	一 洗	二 洗	一 洗	二 洗	一 洗	二 洗	一 洗 进	一 洗 出	尾 气	
11		190	150		90	17	13	6	6	6	4	54	53	1.22	0.54	0.15	单 单 单 效 效 效
12		190	170		90	17	13	6	6	6	4	53	53	1.24	0.53	0.14	
13		190	170		90	17	13	6	6	6	4	53	53	1.37	0.56	0.20	
14		130	100		60	17	13	6	6	6	4	53	53	1.07	0.42	0.16	
20		370	320	310	160	10		6	6	4		55		1.23		0.34	
22		290	210	220	140	10		6	6	5.2		54		2.20		1.35	
24		440	350	310	150	13		6	6	4.3		56		0.79		0.38	
53	10700	450	400	270	120	19.5	13	6	6	2.7	0	53	53	0.48	0.19	0.10	
54	12000	470	400	290	100	19.5	13	6	6	5	0	53	53	0.50	0.18	0.12	
55	12000	450	310	290	130	19.5	13	6	6	5	0	53	53	0.43	0.19	0.12	
56	8250	180	130	100	40	11.5	13	6	6	4	0	50	48	0.61	0.39	0.15	
57	830	220	200	130	45	11.5	13	6	6	2.2	0	51	49	0.47	0.21	0.13	
58	830	240	210	150	45	11.5	13	6	6	2.2	0	51	49	0.46	0.21	0.10	
16		407	350	328	239	9.2	13	6	6	5.5	0	56	56	1.05	0.31	0.25	
17		426	391	370	260	7.3	10	6	6	7.1	0	53	48	1.03	0.45	0.30	
18		420	390	360	280	10	10	6	6	4	0	50	50	0.96		0.24	
19		565	418	381	320	10	10	6	6	6	0	52	52	1.10	0.38	0.23	
F20	6500~ 7000					10~ 11	10~ 11	5~6	6.0	4.5	0	48~ 50	48~ 50	0.82	0.38	0.09	
F21	6500~ 7000					10~ 11	10~ 11	5~6	6.0	4.5	0	47.0	45.0	0.89	0.32	0.09	
F22	6500~ 7000					10~ 11	10~ 11	5~6	6.0	4.5	0	46.0	49.0	0.64	0.38	0.08	
F23	6500~ 7000					10~ 11	10~ 11	5~6	6.0	4.5	0	48.0	49.0	0.72	0.38	0.09	
F24	9000~ 10000	260	230	190	60	10~ 11	10~ 11	6	6	3.4	0	50	50	0.63	0.39	0.08	
F25	8900~ 9500	290	250	200	50	10~ 11	10~ 11	5	6	4.1	0	49	49	1.37	0.52	0.13	
F26	8900~ 9500	340	310	200	40	10~ 11	10~ 11	5	6	4.1	0	50	49	1.33	0.54	0.12	
F27	8900~ 9500	370	320	265	60	10~ 11	10~ 11	5	6	4.6	0	49	49	1.13	0.53	0.19	
F28	8900~ 9500	310	285	240	50	10~ 11	10~ 11	5	6	4.5	0	48	48	0.77	0.30	0.05	

注: F24#~F28#是在新装水泥制和木制洗滌器条件下测定

接,使用已有半年多,尚未发现多大问题。其次是泵的材质问题,原装置六台不同材料的泵,铸铁泵、铜泵、衬胶泵、铅泵、高硅铁泵等,试用结果只有铅泵和衬胶泵较耐用,铸铁泵腐蚀性极大,运转几天,叶轮就腐蚀,铜泵叶轮使用不久也有较大腐蚀,原装一台衬胶泵由于轴是碳钢制成,仍不能正常运转,因此,大大影响了试验的顺利进行,直至最后安装立式衬胶沙泵以后,吸收试验才能转入正常运转。吸收部分吸收效率测定数据列入表2中。

1) 从表2可以看出用氨水作介质吸收炉气中的氟是获得成功的,尾气放空指标可以达到卫生标准0.15克/米³。同时可以看出吸收液浓度在6Be°(约50克/立升·F)以下对吸收效率没有影响。

2) 从表2看出喷淋强度对吸收是有影响的,根据气量大小作适当调节是必要的。

3) 采用湿式旋风洗涤器作为吸收设备是好的,设备结构简单,制作方便,阻力降在70~100毫米水柱,效率1洗和2洗都在65%左右,两只串联效率在85~90%。

4) 吸收液循环采取逆流淋洒是好的,表2数据都是在此种情况下测定的,不妨碍吸收效率,同时有利于操作和1洗浓度稳定。

5) 新装水泥和木制洗涤器,已经过

4~5月的实际使用,情况良好,说明水泥和木材是耐蚀的有效代材。

6) 吸收效率数据有所波动,原因很多,高炉煤气的时大时小和气体取样常易造成误差。

3.吸收部分尾气含氨量测定:

从表3尾气含氨测定数据表明:

1) 由于炉气温度较高,进口气温在200°C左右,为了防止氨损失,故2个洗涤器串联逆流吸收是十分必要的,试验测定了第1洗涤器出口气相含氨量,24小时计算要损失30公斤的氨,相当于氨水180~200公斤,所以,在无特殊情况下,要保证2洗正常吸收运转。

2) pH值应严加控制在5~6,尤其2洗切勿过高,因气体进入2洗含氟量不高,pH值难以降低,绝大部分游离氨造成挥发损失,从表3中可以看出2洗pH值在7.5~8时,一天也要跑掉30公斤的氨。

添加氨水的速度不能过猛,以免局部pH值过高而挥发损失。

3) 在1洗和2洗正常喷淋和控制吸收液pH=5~6的条件下,尾气中氨的损失并不大,低的可达0.01~0.024克/米³,相当每天损失量5公斤氨(换算为氨水30公斤),

吸收部分尾气含氨量测定数据 表3

编 号	总 气 量 米³	吸收系统压力降 (毫米水柱)				喷淋量 吨/时		吸收液 pH值		吸收液 浓 度 (Be°)		吸收液温度 °C		尾 气 含 氨 (克/ 米³)	备 注
		一 洗 进	一 洗 出	二 洗 出	尾 气	一 洗	二 洗	一 洗	二 洗	一 洗	二 洗	一 洗	二 洗		
FNH ₃ -1		167	127	96	52	13.5	12.8	6	6	6	0	52	52	0.0222	
FNH-2		390	350	310	150	14		6		3.5		53		0.142	2洗停
FNH-3		360	260	240	130	14		6		3.4		52		0.260	2洗停
FNH-4	8250	230	210	130	45	11.5	12.8	6	8	3.6	0	50	50	0.134	II洗pH 值超过
FNH-5	8500	270	240	150	75	11.5	12.8	6	6	3.4	0	48	46	0.079	
FNH-6	8250	270	240	150	75	11.5	12.8	6	6	3.9	0	48	48	0.0687	
FNH-7	8500	215	200	145	60	10.5	12.8	6	6	5.2	0	50	48	0.236	
FNH-8	7500~8000	230	210	150	55	10.3		5~6	5~6	4~5	0	45~50	45~50	0.0196	
FNH-9	7500~8000	240	200	160	60	10.3		5~6	5~6	4~5	0	45~50	45~50	0.0325	
FNH-10	7500~8000	240	200	160	60	10.3		5~6	5~6	4~5	0	45~50	45~50	0.010	