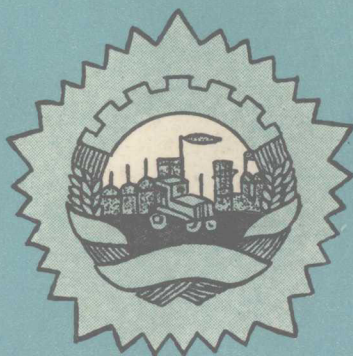
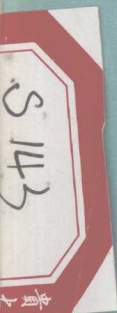




工业建設技术經驗小叢書

化学肥料和农藥

重慶人民出版社





中国科学院植物研究所

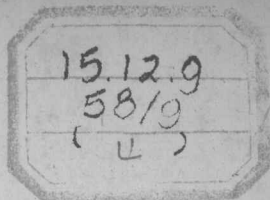
化学肥料和农药

曹国良 周西 著



S143

3



工业建設技术經驗小叢書

化学肥料和农藥

四川省工业建設
經驗交流展览会編

化学肥料和农藥

四川省工业建設
經驗交流展览会編

*

重 庆 人 民 出 版 社 出 版
(重庆嘉陵路 344 号)

重庆市書刊出版業營業許可証出字1号
重 庆 印 制 第 一 厂 印 刷
新华書店重庆发行所发行

*

开本787×1092 1/32 印张2 字数40千
1958年6月第1版 1958年9月第5次印刷
印数75,001—110,000

統一書号：15114·9

定价：(9) 0.24元

前 言

为适应全党办工业，全民办工业，多、快、好、省地发展地方工业的需要，给专、县、乡兴办工厂提供一些参考资料，特从省工业建设经验交流展览会的展出项目中，选编了这一套工业建设技术经验小丛书。内容包括采矿和冶炼、化学、电力、机械、轻工业、房屋建筑设计及施工、交通运输等七个部分，分二十余册出版。

这些经验，是我省广大职工辛勤劳动创造的积累，值得重视和推广。但在运用这些经验时，希望有关部门充分发挥因地制宜，因时制宜的精神，结合自己的具体情况，创造性地从事生产实践。

我们在编选这些经验的过程中，由于时间仓促和技术力量的限制，难免有不够完善的地方，希望读者指正，使再版时得以补充和修订。

編者

1958年6月

目 录

化学肥料

奉节县硫磺厂利用硫渣生产硫酸铵的经验	[2]
云阳制盐厂利用苦卤制造钾镁混合肥料的经验	[14]
钼法制氨	[17]
1. 钼法原理	[17]
2. 氰化钼	[27]
3. 四川省地方国营青龙硫磺厂钼法制氨试验报告	[31]
4. 氰法制氨	[37]
5. 用间接法以绿矾试制硫酸铵及氧化铁的中型试验总结	[44]
附: 绿矾的制造过程	[53]

农药

重庆农药厂小型生产“六六六”及“DDT”粉剂的技术经验	[56]
-----------------------------------	--------

化学肥料

奉节县硫磺厂利用硫渣 生产硫酸铵的经验

(这个材料系根据中共万县地委、奉节县委
及四川省工业厅总结资料整理。)

一 硫酸铵及硫渣的概述

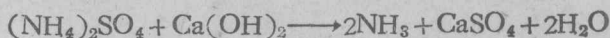
1. 土法制的硫酸铵的性质

硫酸铵简称硫铵，旧名硫酸銨，在农业上有的叫肥田粉。从硫渣中提制的硫酸铵，系白色透明的晶体，有时由于铁盐没有除尽，烘干后，往往呈现绿色或土黄色，有咸味，不结块，不吸潮，比重为1.7，它对水的溶解度，基本上与一般化工手册上的资料极接近。硫酸铵在水中的溶解度及在几种温度下的重量百分率、波美度与一般比重的关系如下表。

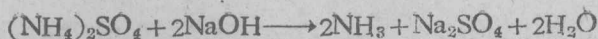
硫酸铵在水中的溶解度 表 I

温度, C°	0	10	20	30	40	60	80	100
溶解度, 克/100克水	70.6	73	75.4	78	81	88	95.3	103.3

硫酸铵在常温下极稳定，但加热到513度时(本书各篇文章中所用温度均指摄氏)，即开始完全分解。与烧碱、石灰等碱性物质作用时，容易放出氨。



硫酸铵 氢氧化钙(石灰乳) 氨 硫酸钙 水



硫酸銨 氫氧化鈉(燒鹼) 氨 硫酸鈉 水

因此，在提制過程中加石灰乳除酸除鐵時，石灰乳加得過多，就要跑氨，就是這個道理。

在幾種溫度下，硫酸銨的重量百分率、波美度與一般比重的相互關係：

表 2

溫度c°	6		20		40		80		100	
硫酸銨 重量%	波美度	一般 比重	波美度	一般 比重	波美度	一般 比重	波美度	一般 比重	波美度	一般 比重
1	0.88	1.0061	0.592	1.0041	0.279	0.9930		0.9777		0.9644
2	1.775	1.0124	1.450	1.0101	1.279	1.0039		0.9886		0.9750
4	3.509	1.0248	3.121	1.0220	2.214	1.0155		0.9953		0.9826
8	6.839	1.0495	6.324	1.0456	5.402	1.0387	2.603	1.0187	0.951	1.0066
12	9.991	1.0740	9.372	1.0691	8.455	1.0619	5.953	1.0421	4.265	1.0303
16	12.941	1.0980	12.265	1.0924	11.255	1.0849	8.888	1.0653	7.416	1.0539
20	15.709	1.1215	15.002	1.1154	14.098	1.1077	11.765	1.0883	10.391	1.0772
24	18.340	1.1448	17.617	1.1383	19.230	1.1304	14.503	1.1111	13.218	1.1003
28	20.824	1.1677	20.097	1.1609	22.160	1.1529	17.121	1.1338	15.890	1.1232
35	26.545	1.2072	24.167	1.2000	23.345	1.1919	21.487	1.1731	20.312	1.1629
40	27.591	1.2350	26.893	1.2277	26.108	1.2196	24.277	1.2011	23.255	1.1910
50	32.283	1.2859	31.940	1.2825	31.229	1.2745	29.548	1.2568	28.648	1.2466

根據目前化驗的結果，土法制的硫酸銨的含氮量為19—20.3%，游離硫酸在0—0.2%，水分2—5%；除水分含量較高外，其餘成分，基本上符合農業上的需要。

土法硫酸銨與國內外硫酸銨生產技術條件的比較：

表 3

項 目	全苏国定标准			大 連 化工厂	奉节各磺厂产品 (以湿体計算)		
	一級品	二級品	用焦爐 煤氣中 的氮制 成的		一磺厂	二磺厂	三磺厂
含氮量%不小于(以干基計)	21	20.8	20.5	21	19.89	19.91	20.3
水分%不大于	0.1	1.5	2.0	0.2	2.58	未測定	未測定
游离硫酸%不大于	0.2	0.3	0.4		無	無	無
鉄%不大于					—	—	0.70
还原物不大于					—	0.25%	無

如果我們进一步改进烘干設備，改进操作方法以減少水分，提高質量，土法硫酸銨要赶上国内外先进水平，是办得到的。

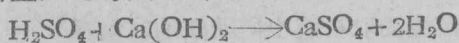
关于肥效方面，因为土法硫酸銨是新近出产的，沒有具体进行田間試驗；惟其成分既与进口和国产硫酸銨接近，从理論上講其肥效与一般硫酸銨亦不会兩样。

2. 硫渣的性質

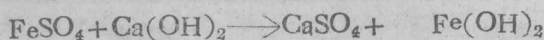
硫渣是从毛磺(粗磺)加热熔化、精制成块磺(精磺)的过程中，浮在液体硫磺上面或沉在底下的不熔物質，顏色灰黑，它的主要成分为硫酸銨、硫磺、鉄鹽、硫酸、泥沙、炭渣、亞硫酸銨及硫代硫酸銨等物質。硫渣中含硫酸銨的多少，与保存方法有密切的关系。經驗証明，放在露天壩里的硫渣，由于雨水的浸淋，硫酸銨的含量大为降低，并且經過長時間的潤湿，引起水溶性鉄鹽的大量生存，这由于在煉磺过程中随同磺粉进入到冷却室中的矿尘，与出磺时混入在毛磺中的爐頂灰，被氧化而生成硫酸亞鉄。因此，硫渣必須堆存在很干燥的庫房里。一

般硫渣含有硫酸銨的成分为25—47%，含游离硫酸的成分为0.9—5.6%。

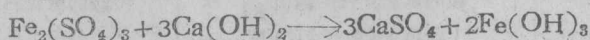
硫渣中游离硫酸的存在，不特在提制过程中对鉄器有腐蝕作用，而且对产品的质量更有严重的影响；由于它能伤害农作物的幼根，这是沒有好处的。因此，在提制过程中，必須加石灰乳或氨水，以除酸質(同时鉄質也析出)，使产品中游离硫酸的含量，达到规定限度以內。



硫酸 石灰乳 硫酸鈣(石膏)



硫酸亞鉄 石灰乳 硫酸鈣(石膏) 氢氧化亞鉄



硫酸高鉄 石灰乳 硫酸鈣(石膏) 氢氧化高鉄

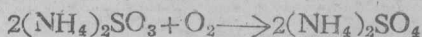
土法制硫酸銨在加石灰乳处理前后，成分的对比如后表：

表4

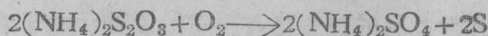
企业名称	类 别	化 驗 成 分 %					化驗日期
		硫酸銨	游离酸	鉄質	水分	还原物	
奉节一磺厂	未加石灰处理生产的硫酸銨	86.89	2.12	1.66	6.48		一九五八年 二 月
奉节二磺厂	未加石灰处理生产的硫酸銨	75.86	6.63				一九五八年 三 月
奉节一磺厂	未加石灰处理生产的硫酸銨	55.80	無	1.15	5.55	無	
奉节一磺厂	加石灰处理后，生产的硫酸銨	93.88	無		2.58	無	一九五八年 四 月 十 日
奉节二磺厂	加石灰处理后，生产的硫酸銨	93.67	無			0.25	
奉节三磺厂	加石灰处理后，生产的硫酸銨	95.65	無	0.7		無	

硫渣中所含亞硫酸銨及硫代硫酸銨等还原物質对农作物本是有害的东西，但是在提制过程中，与空气長時間的接触，被氧化成硫酸銨，因之在产品中还原物質的含量极少，对农作

物无大影响。



亞硫酸銨 氧气 硫酸銨



硫代硫酸銨 氧气 硫酸銨 硫

硫渣浸取料液中硫酸銨含量的多少，与其浓度有一定的关系，茲据化驗結果整理如下表，可供提制过程中参考。

在20°C时硫渣浸取料液中硫酸銨的含量表

表5

浓 度		硫酸銨 重 量 %	每立方公 尺含硫酸 銨的重量 (公斤)	成硫酸銨一 吨所需浸取 料液的体积 (立方公尺)	浓 度		硫酸銨 重 量 %	每立方公 尺含硫酸 銨的重量 (公斤)	成硫酸銨一 吨所需浸取 料液的体积 (立方公尺)
波 美 度	一 般 比 重				波 美 度	一 般 比 重			
1	1.0069	1.48	14.902	67.105	15	1.1154	19.50	217.503	4.597
2	1.0140	2.61	26.465	37.785	16	1.1240	21.02	236.265	4.233
3	1.0211	3.77	38.495	25.977	17	1.1328	22.54	255.333	3.917
4	1.0284	4.88	50.186	19.846	18	1.1417	24.07	274.807	3.617
5	1.0357	6.18	64.006	15.625	19	1.1508	25.70	295.756	3.381
6	1.0432	7.40	77.197	12.946	20	1.1600	27.27	316.332	3.161
7	1.0507	8.73	91.726	10.902	21	1.1694	28.83	337.138	2.966
8	1.0584	9.96	105.417	9.486	22	1.1789	30.61	360.861	2.771
9	1.0662	11.18	119.201	8.386	23	1.1885	32.11	381.627	2.620
10	1.0741	12.58	135.122	7.401	24	1.1983	33.89	406.104	2.462
11	1.0821	13.92	150.628	6.638	25	1.2083	35.59	430.034	2.326
12	1.0902	15.26	166.365	6.011	26	1.2185	37.46	456.450	2.191
13	1.0985	16.74	183.889	5.438	27	1.2288	39.21	481.812	2.075
14	1.1069	18.11	200.460	4.989	28	1.2393	41.01	508.237	1.969

二 提制硫酸銨的設備及其操作过程

1. 主要設備

(1) 粉碎設備：硫渣的粉碎設備，須視各礦廠的條件來決定。有動力設備的可用圓盤碾磨機；有水力可資利用的可用碾水臼；無上述條件的，可用人工碾臼，但須能充分滿足浸取工段的需要。

(2) 浸取設備：

1. 浸缸：用3—4公分厚的木板做成木桶，高1.2公尺，平均內徑1.4公尺，用鐵皮箍四道，保證不漏水，鐵皮上面塗油漆，以防腐蝕。其有效容積為1.69立方公尺，一次可處理硫渣1.4噸。

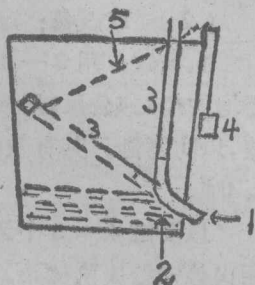
以浸缸4—5個為一組，安裝在一平面上。但也可以利用山勢安裝成階梯形。這樣，既方便放出浸取料液，又能節省勞動力。

在距桶底高約2—3公分的桶壁上穿一徑約4公分的小孔，開孔處安置有塞的竹筒，以利自由地放出浸取料液。在桶底上均勻地放青磚4—5塊，青磚上放一竹編簍子作假底，在假底上再放約6、4、2、1公分大的碎石各一層，再上放粗砂，最後放一竹編簍子，構成整個濾層，其厚度約20—30公分左右。必須注意，濾層中絕對不能放礦渣，因礦渣內含有鐵質，與浸取料液中的硫酸作用生成可溶性的鐵鹽，在以後過濾時，發生困難。

2. 儲存桶：在若干組浸缸的一端，掘地安兩個木桶。一個裝循環料液，另一個裝待熬料液。桶的大小高約1.5公尺，平均內徑1.2公尺，其有效容積為1.63立方公尺，這樣的桶剛剛儲存由浸缸放出一缸浸取料液。

3. 循环視道：在每組浸缸的地下，用石板或木板做成一寬約20公分，高約15公分的視槽，以便引导由浸缸內放出的料液，流入儲存桶內。次用竹制唧筒（俗称龙杆），將循环料液上抽到木制視盆內，再用去节的竹管引导循环料液流入浸缸內。这样即構成一个极簡單的循环系統。

(3) 澄清設備：用高約0.9公尺，平均內徑为0.8公尺的木桶，在距桶底高約1—2公分的桶壁上穿一徑約4公分大的小孔兩個，一个孔平时用木塞塞住，在卸出沉淀时，即打开塞子。另一个小孔，安一竹管1.，用硬橡膠管2.（用2—3层棉布縫成的布管也可）与竹管3.相連。在剛裝煮后料液时，將悬鍾4.放下使竹管3.上的上口与桶口相齐，料液不致流出；在料液澄清后，將悬鍾4.提上，竹管3.的上口沉入澄清料液內，使之自然流出。



圖一 澄清桶
1-3. 竹管 2. 硬橡膠管
4. 悬鍾 5. 麻繩

(4) 過濾設備：一般用棉布放在筲箕上作为過濾器。

为了节省棉布，過濾器用高約0.9公尺，平均內徑約0.8公尺的木桶，下开一徑約3公分大的小孔，孔內安一开关，以利放出料液，在桶底上放青磚3—4块，青磚上放一竹編箕子作假底，假底上放一层棕片，再上放焦煤（或卵石）、木炭碎粒及細砂，再上放棕片及稻草，再上放一竹編箕子，構成整个濾层。但過濾2—3次后，必須將上层棕片、稻草及竹編箕子一并取出，洗取沉淀后再用。

(5) 濃縮設備：目前奉节各磺厂采用牛尾灶安鑄鉄圓鍋作濃縮設備。鍋的口径为0.96公尺，高为0.29公尺，每口鍋每日平均可产硫酸銨100公斤。

(6) 烘干設備：目前奉节各礦厂，系采用巡回烟道烘炕，即在室內地面上用青磚作一巡回烟道，其上再用青磚作炕，以水泥接縫，在室外的一边打灶，另一边安烟囱，灶內燃烧的烟道气，經炕下巡回烟道而由烟囱放出，这时，烘炕受到烟气的热量，即將硫酸銨烘干，这种烘炕，每平方公尺的烘炕面积每天能烘干物料20—30公斤。

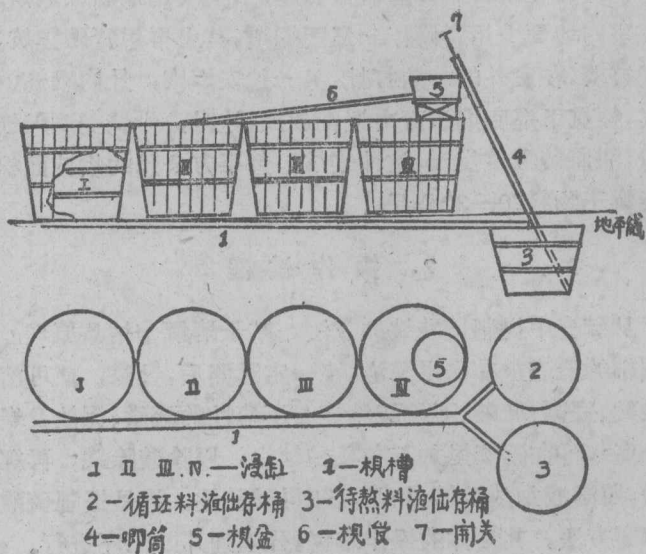
2. 操作过程

从硫渣中提制硫酸銨的方法，基于溶解与結晶原理。即將碾細的硫渣放在水里浸泡，經一定時間后，過濾，使可溶性硫酸銨、鉄鹽、硫酸、亞硫酸銨等与不溶性的硫磺、泥沙及炭灰等分离；再在溶液里加石灰乳或氨水，以除酸除鉄；再經過過濾后，將溶液加热濃縮，結晶，即得硫酸銨。这是提制硫酸銨的簡要方法。其具体的操作过程，分下列几段工序进行。

(1) 硫渣的粉碎 硫渣中所含的硫酸銨，多被硫磺包裹，必須进行粉碎工作，在浸取时，才容易將其中所含的硫酸銨浸取干淨，因之由化磺車間运来的硫渣先用粉碎工具加工粉碎，再用竹篩分級，其粒度在2—3公厘左右的顆粒，始符合规格，始得轉入浸取。但須注意，硫渣粒度不能过粗，过粗不能浸透，硫酸銨的耗損也大。

(2) 硫渣的浸取为使浸取料液的浓度很高，而用水又少，可采用逆流浸取法(图二)。

如图浸缸Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ、Ⅳ內，为正当浸泡一次、二次、三次及四次硫渣，經浸泡二小时后，先將浸缸Ⅰ內的浸取料液放出，經規槽1.流入待熬料液儲存桶3.中，以备煎熬，次將浸缸Ⅱ內的浸取料液放入循环料液儲存桶2.內，用唧筒4.吸送入規盆5.，再經規管6.轉入浸缸Ⅰ內，使其中的硫渣浸泡二次，同



圖二 硫渣逆流浸取設備

將浸缸Ⅲ、Ⅳ的浸取料液，轉入浸缸Ⅱ、Ⅲ內。這時浸缸Ⅳ內的硫渣，系用白水浸取，其中所含的硫酸銨已浸取殆盡，即將浸渣卸出，晒干轉入高爐回收硫磺及少量硫酸銨，又裝由粉碎工段送來的細粒硫渣，經浸泡兩小時後又將浸缸Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ內的浸取料液依次轉入浸缸Ⅳ、Ⅰ、Ⅱ內，這時浸缸Ⅲ的硫渣加白水浸取，再經二小時後，又將浸缸Ⅳ內的浸取料液放入待熬料液儲存桶3內，以下操作如上述依次進行。這樣裝新硫渣的浸缸內，总是用較濃的浸取料液去浸取硫酸銨，因而所得浸取料液的濃度很高；硫酸銨浸取殆盡的硫渣始終用白水去浸取，因此，硫渣中所含的硫酸銨必然浸得干淨。但須注意，在

浸取过程中，放出以备煎熬的浸取料液事先应该用波美表检查浓度，如浓度在波美24度左右，始能放入待熬料液儲存桶內，否則如浓度过小，須再轉入放新硫渣的浸缸內再浸取一次，以提高浓度，在以后煎熬时不致多耗燃料，但浓度也不能过大，过大在過濾过程中，硫酸銨被沉淀帶走的較多，損耗較大。因此，在浸取过程中要随时用波美表去检查各浸缸中浸取料液的浓度，如浸取料液的浓度已达波美24度左右，即截断循环；同时即將卸出的浸渣，也需用波美表检查其浸取料液的浓度，如浓度在1.5度以下，才能將浸渣卸出，否則須用白水再浸泡一次。

(3)加石灰乳除酸除鉄 把浸取工段送来的浸取料液，放入圓鍋內，在不断攪拌下加入石灰乳(或氨水—用尿醱酵后蒸餾而得)，經用酸度紙检查，使PH值在7左右为止，加热煮沸，放入澄清桶內，再检查酸度，如PH值在6以下，酌加少量石灰乳(或氨水)，使PH值仍到7左右为度，靜置澄清，將清液放入儲料桶中以备应用，沉淀送入浸取沉淀的浸缸內，作逆流浸取，这时浸取液送去浸取硫渣，浸取干淨的沉淀棄去或轉运到綠矾車間作綠矾原料。必須注意，这时由于石灰与硫酸作用所生的石膏容易发生鍋巴，应在每鍋料液起后，用水洗刷干淨，以免影响鉄鍋的使用寿命和传热效率。

(4)濃縮過濾，除去石膏 由儲料桶送来的澄清料液，再轉入鑄鉄圓鍋內加热濃縮到波美24度左右时，如发现料液內有鉄質出現，再加少量石灰乳(或氨水)，經检查浓度正常后，轉入过滤器內過濾，除去石膏，以提高产品质量。

(5)加热濃縮，冷却結晶 將濾去石膏后的澄清料液，送入鍋內再加热濃縮，并随时捞去料液上面的泡子。至鍋內已有部分硫酸銨結晶析出，料液浓度达波美35度时，即將料液与硫