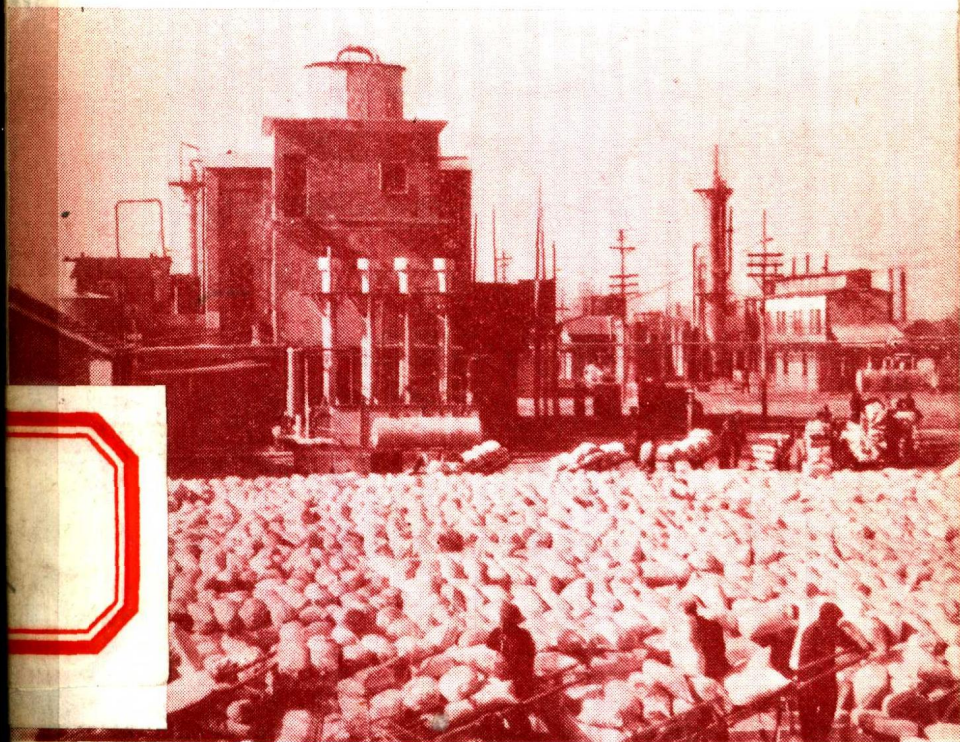


碳 酸 氢 铵 生 产

分 析

丹阳化肥厂 编



燃料化学工业出版社

內 容 提 要

本书共分四章叙述，分气体分析、液体分析、固体分析、溶液配制，为了达到分析迅速、正确、简便目的，书后附有根据生产实践经验制作的附表。

此书可作为生产碳酸氢铵的中小型化肥厂培训工人之用，也可作有关专业厂的管理干部、车间技术人员及此专业的学校师生参考。

工 人 讀 物 碳酸氢铵生产分析 丹阳化肥厂 編

* * *
燃料化学工业出版社 出版

(北京安龙潭门外和平北路16号)

冶金工业出版社印刷厂 印刷

新华书店北京发行所 发行

* * *
开本787×1092 1/32 印张5 1/16

字数106千字 印数40001—63550

1963年9月第1版 1973年7月第3次印刷

* * *
书号15063·1190 (化-48) 定价0.40元

序 言

在史无前例的无产阶级文化大革命中，广大革命群众在伟大的毛泽东思想哺育下，阶级觉悟大大提高，在全面落实伟大领袖毛主席的战略部署中，狠抓革命，猛促生产，工农战线上出现一片大好形势。这个形势随着无产阶级文化大革命的全面胜利，越来越好。

化肥工业是国民经济重要的组成部门之一。解放前我国的化肥工业几乎是一个空白，解放以来在党和毛主席的英明领导之下，我国的化肥工业得到了迅猛地发展。特别是一九五八年以后在党的总路线、大跃进、人民公社三面红旗的光辉照耀之下，发奋图强、自力更生，终于试验成功了我国独创的氮肥生产新流程——碳化法合成氨流程制碳酸氢铵，为我国多、快、好、省发展化肥工业奠定了基础。在我国化工史上写下了光辉的一页。这几年来我国大、中、小型化肥厂更是星罗棋布，遍及祖国各地，有力地推动了农业生产的发展。尤其是经过无产阶级文化大革命，促进了人的思想革命化，因而使各项工作做的更多、更快、更好、更省。一个更大的生产高潮已经到来。正如伟大领袖毛主席教导：“我们正在前进。我们正在做我们的前人从来没有做过的极其光荣伟大的事业。我们的目的一定要达到。我们的目的一定能够达到”。

碳酸氢铵化肥生产虽然自动化程度不很高，但整个生产工艺流程的特点是：设备多、管道长、高温、高压，生产俱在管道容器之内完成，是连续性生产特强的一种化学工业。为了保证生产多、快、好、省地进行，必须进行生产控制，必

须对生产中的原料、材料、中间产品、副产品和成品进行分析，所以生产控制分析在生产上有极为重要的意义。

一、保证生产顺利进行：通过分析了解生产过程的化学变化，与物理仪表指示的压力、温度、流量等物理量的变化相配合，使操作同志熟悉整个生产过程内在变化的全貌，从而能及时进行有效的调节，保证生产正常、高产、均衡、持久地进行。

二、保证质量：生产控制分析对成品、半成品的质量进行分析，保证车间、工段生产出合格的、优良的成品、半成品。

三、降低消耗定额和成本：生产控制分析提供了鉴定原料、材料的质量，检查工艺流程合理的数据借以进行经济核算并选择优良的原料、材料和先进的工艺流程，寻找代用品，促使降低消耗定额、节约成本。

四、保证安全：生产控制分析能够及时地反映工艺过程中的不安全因素，使操作同志采取措施，防止事故发生，保证国家财产和人身安全。

因此生产控制分析是直接参加生产的一个工种，也是整个生产不可缺少的一个组成环节。我们的伟大领袖毛主席教导我们“**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。**”为了实现这个任务，我们一定要按照毛主席教导以政治来统帅业务。分析工作者必须认真学习马克思列宁主义毛主席著作，改造思想，为革命搞分析，培养严、细、准相结合的工作作风和实事求是的科学态度，在今后工作中要“**有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。**”树雄心，立大志，赶超世界先进水平，使我们的生产控制分析，为建设社会主义，做出更大的贡献。

目 录

序言

第一章 气体分析	1
第一节 半水煤气、变换气、原料气、精炼气和循环气全分析	1
(一) 半水煤气和变换气全分析	1
(二) 原料气全分析	8
(三) 精炼气和循环气全分析	9
第二节 氨水液相催化脱硫气相分析	9
(一) 氨含量的测定	9
(二) 硫化氢含量的测定	12
(三) 二氧化碳含量的测定	13
第三节 精炼气中微量 CO、CO ₂ 的测定	16
第四节 氨气分析	27
(一) 碳化“跑氨”的测定	27
(二) 合成塔进出口气中氨含量的测定	28
(三) 氨气纯度及惰性气体含量的测定	30
第五节 变换气中蒸汽比例测定	33
第六节 安全、动火测定	34
(一) 有毒气体测定	34
一氧化碳的测定	34
氨的测定	35
(二) 动火分析	36
氢、一氧化碳动火分析	36
氨气动火分析	37
第二章 液体分析	38
第一节 水分析	38

(一) 水中总硬度的测定	38
(二) 碱度的测定	40
(三) 氯化物的测定	42
(四) 硫酸盐的测定	43
(五) 悬浮物的测定	45
(六) pH 值的测定	46
(七) 二氧化碳的测定	47
(八) 硫化氢的测定	48
(九) 可溶性总固体的计算	48
(十) 水中浑浊度的测定	49
第二节 碱液分析	50
(一) 脱硫碱液分析	50
(二) 合成精炼碱液的分析	51
第三节 氨水液相催化法脱硫液分析	53
(一) 挥发氨含量的测定	53
(二) 二氧化碳含量的测定	54
(三) 硫化氢含量的测定	56
(四) 硫代硫酸铵含量的测定	59
第四节 醋酸铜氨液的分析	60
(一) 铜液中高价铜的分析	60
(二) 铜液中总铜的分析	61
(三) 铜液中总氨的分析	62
(四) 铜液中醋酸的分析	64
(五) 铜液中二氧化碳的测定	65
(六) 铜液的比重和温度的测定	66
(七) 铜液测定有关计算	66
(八) 铜液中一氧化碳的测定	67
第五节 液氨分析	67
第六节 碳化母液、氨水分析	69
(一) 母液、氨水中氨含量的测定	69

(二) 碳化母液、氨水中二氧化碳的測定	70
第七节 农用氨水的分析	71
(一) 氨的測定	71
(二) 比重的測定	71
(三) 氨水中氮含量的計算	71
第八节 合成触媒还原出水分析	72
(一) 重量法測定 ($\text{NH}_3 < 85\%$)	72
(二) 逸散法測定 ($\text{NH}_3 > 85\%$)	72
第三章 固体分析	74
第一节 煤、焦分析	74
(一) 总水份的測定	74
(二) 挥发份的測定	75
(三) 灰份的分析	76
(四) 固定碳的計算	77
(五) 硫份的測定	77
(六) 煤发热量的計算	79
第二节 煤、焦炭全分析	80
(一) 样品处理	80
(二) 灰分中二氧化硅 (SiO_2) 的分析	80
(三) 灰分中三氧化二物 (R_2O_3) 的分析	81
(四) 灰分中三氧化二铁 (Fe_2O_3) 的分析	82
(五) 灰分中氧化钙 (CaO) 和氧化镁 (MgO) 的分析	84
(六) 灰分中三氧化二铝 (Al_2O_3) 的計算	85
(七) 煤焦的灰熔点計算	85
第三节 碳酸氢铵分析	85
(一) 碳酸氢铵中水份的分析	85
(二) 碳酸氢铵中含氮量的分析	86
(三) 碳酸氢铵中二氧化碳的分析	87
(四) 碳酸氢铵中 S^{2-} 的分析	87
(五) Fe^{+++} 的測定	88

第四节 硫磺的分析	89
(一) 硫磺水份的分析	89
(二) 硫磺杂质的分析	90
(三) 硫磺纯度的计算	90
第四章 溶液配制	91
第一节 非标准溶液的配制	91
(一) 非标准溶液几项规定	91
(二) 非标准溶液的配制	91
一、酸碱试剂的配制	91
二、气体吸收剂的配制	93
三、指示剂的配制	97
第二节 标准溶液的配制与标定	98
(一) 几项规定	98
(二) 基准溶液的配制	99
(三) 标准溶液的配制与标定	103
主要参考资料	111
附表说明	111
附表	114
(一) 爆炸法测 H_2 , CO , CH_4 算图	114
(二) 半水煤气中 $H_2\%$, $CO\%$ 计算	115
(三) 变换气中 $H_2\%$, $CO\%$ 计算	116
(四) 母液氨水中 NH_3 滴度与 $NH_3\%$ 换算计算图	117
(五) 合成塔进出口氨含量算图	118
(六) 清洗塔出口气中 $CO\%$ 、 $H_2\%$ 换算表	119
(七) 碳化气中氨含量换算表	124
(八) 半水煤气、变换气中 $H_2\%$ 和 $CO\%$ 换算表	128

第一章 气体分析

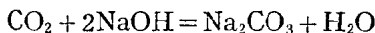
第一节 半水煤气、变换气、原料气、 精炼气和循环气全分析

(一) 半水煤气和变换气中 CO_2 、 O_2 、 CO 、
 H_2 、 CH_4 、 N_2 的全分析

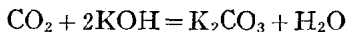
一、测定原理 根据被测定气体组成之化学特性，分别采用不同试剂吸收，或使其生成能够进行计量的新化合物，以测知气体的百分含量。

(1) 二氧化碳含量的测定

二氧化碳采用氢氧化钠或氢氧化钾溶液进行吸收

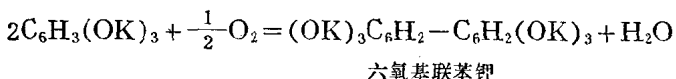
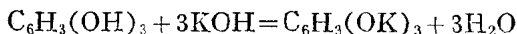


或



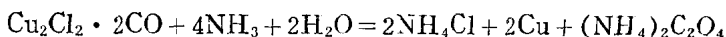
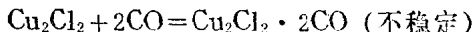
(2) 氧含量的测定

氧采用焦性没食子酸钾溶液吸收

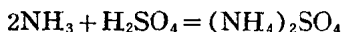


(3) 一氧化碳含量的测定：

一氧化碳采用氯化亚铜氨性溶液吸收

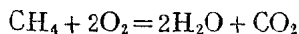
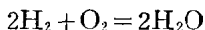


氨性氯化亚铜放出的氨再经硫酸吸收

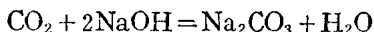
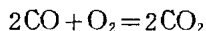
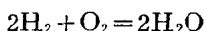


(4) 氢与甲烷或氢与一氧化碳含量的测定:

氢与甲烷或氢与一氧化碳在加入适当空气后当达到爆炸界限以内, 通电火花便能发生爆炸生成二氧化碳和水, 二氧化碳用氢氧化钠吸收, 根据爆炸燃烧减少的体积及二氧化碳的量计算氢与甲烷或氢与一氧化碳的含量。



或



(5) 氮及氩气含量的测定:

上述各种气体成分测定后所剩余的气体即为氮及氩气的含量。

(6) 为了适应生产需要, 一般不经常分析甲烷(每班分析一次), 采用氢与一氧化碳同时爆炸, 在计算结果时, 一氧化碳百分含量中包括甲烷含量可相应减去。

二、需用仪器和试剂 采用改良苏式气体分析仪(或奥氏分析仪); 蒸馏水(二氧化碳饱和的); 30% NaOH; 33% KOH; 焦性没食子酸钾溶液; 氨性氯化亚铜溶液; 5% 及 10% H_2SO_4 ; 0.1% 甲基红溶液; 0.1% 甲基橙溶液。

三、测定步骤

(1) 用样气排净管线三次;

(2) 准确取样气100毫升;

(3) 样气送入第一 CO_2 吸收瓶, 吸收(半水煤气5次, 变换气7次);

(4) 余气送入第二 CO_2 吸收瓶吸收至读数不变(2~3次)读数为 D_1 ;

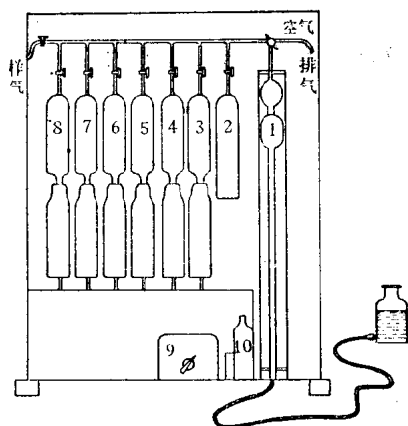


图1 奥氏气体分析仪装置

1—双球量气管及水套筒、水准瓶(内装二氧化碳饱和过的甲基橙染色的 5% H_2SO_4 的封闭液); 2—爆炸瓶(内装二氧化碳饱和过的蒸馏水); 3—二氧化碳吸收瓶(装 30% NaOH 溶液); 4—二氧化碳吸收瓶(装 33% KOH 溶液); 5—氧气吸收瓶(装焦性没食子酸钾溶液); 6—一氧化碳吸收瓶(装氨性氯化亚铜溶液); 7—一氧化碳吸收瓶(装新鲜氨性氯化亚铜溶液); 8—氨气吸收瓶(装 10% H_2SO_4 溶液, 甲基红染色); 9—调压变阻器; 10—高压发火线圈和电容器。

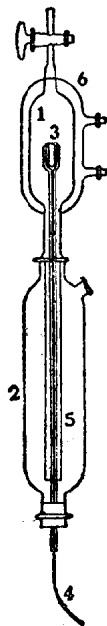


图2 燃烧瓶

1—作用部分; 2—承受部分; 3—铂螺旋丝; 4—铜丝; 5—玻璃管; 6—水套。

(5) 余气送入 O_2 吸收瓶吸收至读数不变(半水煤气 4~5次, 变换气 3次), 读数为 D_2 ;

(6) 余气送入第一 CO 吸收瓶吸收几次;

(7) 余气送入第二 CO 吸收瓶, 吸收至读数不变为止;

(8) 余气送入氨气吸收瓶吸收至读数不变为止, 记读数为 D_3 ;

(9) 排去部分余气, 正确留下 25 毫升, 混合空气 75 毫升, 使成 100 毫升;

(10) 送入爆炸瓶爆炸读数为 D_4 ;

(11) 余气再经 CO_2 吸收瓶吸收至读数不变为止, 读数为 D_5 。

四、计算方法

1) CH_4 与 H_2 同时爆炸

1. 计算:

$$(1) \text{CO}_2\% = 100 - D_1$$

$$(2) \text{O}_2\% = D_1 - D_2$$

$$(3) \text{CO}\% = D_2 - D_3$$

$$(4) \text{CH}_4\% = V_{\text{CO}_2} \times \frac{D_3}{25}$$

注: 因吸收 CO 时间太长, 为适应生产需要, 一般不分析甲烷, 当采用 CO 与 H_2 同时爆炸时, 即当吸收 O_2 气后, 省去步骤 (6~8), 按步骤 (9~11), 读数分别为 D_3 、 D_4 。

$$(5) \text{H}_2\% = \frac{2}{3} (C - 2V_{\text{CO}_2}) \frac{D_3}{25}$$

$$(6) (\text{N}_2 + \text{Ar}\%) = 100 - (\text{CO}_2 + \text{O}_2 + \text{CO} + \text{CH}_4 + \text{H}_2)\%$$

注: C ——爆炸缩减体积 $C = 100 - D_4$ 。

V_{CO_2} ——爆炸后吸收的 CO_2 体积 $V_{\text{CO}_2} = D_4 - D_5$

2. 解释:

(a) 根据爆炸反应:



体积比 2份 1份 0份



体积比 1份 2份 1份 0份

(b) 在反应①中 2 体积氢和一体积氧生成微乎其微体积的水, 前后体积的缩减总共是 3 份, 而氢占其中 2 份, 即缩减体积为 $\left[\frac{3}{2} V_{\text{H}_2}' \right]$ (设 V_{H_2}' 为爆炸前混合气体中 H_2 的

体积)。

(c) 在反应②中反应前后体积缩减为: $1+2-1=2$ 份, 每1份体积相当于反应生成的 CO_2 的体积, 所以反应②体积缩减为 $[2V_{\text{CO}_2}]$ 。

(d) 所以爆炸后体积总缩减为 $C = \frac{3}{2}V_{\text{H}_2'} + 2V_{\text{CO}_2}$ 。

$$\text{由此 } V_{\text{H}_2'} = (C - 2V_{\text{CO}_2}) \times \frac{2}{3}$$

再换算到稀释前原试样中 H_2 的体积(即 $\text{H}_2\%$), 须再乘以稀释倍数 $\frac{D_3}{25}$, 即 $\text{H}_2\% = \frac{2}{3}(C - 2V_{\text{CO}_2}) \frac{D_3}{25}$

$$\text{CH}_4\% = V_{\text{CO}_2} \times \frac{D_3}{25}$$

2) CO 与 H_2 同时爆炸

1. 计算:

$$(1) \text{CO}_2\% = 100 - D_1$$

$$(2) \text{O}_2\% = D_1 - D_2$$

$$(3) \text{CO}\% = V_{\text{CO}_2} \times \frac{D_2}{25} \quad (\text{包括甲烷含量})$$

$$(4) \text{H}_2\% = \frac{2}{3} \left(C - \frac{1}{2} V_{\text{CO}_2} \right) \frac{D_2}{25}$$

$$(5) (\text{N}_2 + \text{Ar})\% = 100 - (\text{CO}_2 + \text{O}_2 + \text{CO} + \text{H}_2)$$

注: C ——爆炸缩减体积 $C = 100 - D_3$

V_{CO_2} ——爆炸后吸收的 CO_2 体积 $V_{\text{CO}_2} = D_3 - D_4$

2. 解释:

(a) 根据爆炸反应



体积比 2份 1份 0份



体积比 2份 1份 2份

(b) 在反应①中, 2体积氢和1体积氧生成微乎其

微体积的水，前后体积的缩减总共是 3 份，而氢占其中 2 份，即缩减体积为 $\left[-\frac{3}{2}V_{H_2}'\right]$ （设 V_{H_2}' 为爆炸前混合气体中 H_2 的体积）。

（c）在反应②中反应前后体积缩减为 $2+1-2=1$ 份，所以反应②体积缩减为 $\left[-\frac{1}{2}V_{CO_2}\right]$ 。

（d）所以爆炸后体积总缩减为 $C = \frac{3}{2}V_{H_2}' + \frac{1}{2}V_{CO_2}$

$$\text{由此 } V_{H_2}' = \left(C - \frac{1}{2}V_{CO_2}\right) \times \frac{2}{3}$$

换算到稀释前原试样中 H_2 的体积（即 $H_2\%$ ），须再乘以稀释倍数 $\frac{D_2}{25}$ 即 $H_2\% = \frac{2}{3} \left(C - \frac{1}{2}V_{CO_2}\right) \times \frac{D_2}{25}$

$$CO\% = V_{CO_2} \times \frac{D_2}{25}$$

五、注意事项

（1）吸收须按顺序进行，不可颠倒，因焦性没食子酸钾亦可吸收 CO_2 ，氯化亚铜亦可吸收 O_2 ，重烃。

（2）爆炸瓶外面须包裹铜丝网，以防爆炸伤人。

（3）分析室温度要保持 $15^\circ C$ 以上，否则焦性没食子酸钾吸收效率降低，造成误差。

（4）梳形管之间连接与吸收瓶之间连接，要紧密无间隙。

（5）吸收剂发现效率下降应及时更换，正常情况下 30% NaOH 每天换一次，焦性没食子酸钾 10 天换一次。

（6）换焦性没食子酸钾时先加入 20 克邻苯三酚，再加入 200 毫升 33% KOH，插进吸收瓶后再加石蜡油于液面上 3 毫米左右，以隔绝空气。

（7）为节约试剂，先用 30% 工业 NaOH 吸收掉大部

分 CO_2 后，再用33%KOH吸收。

(8) 用氨性 Cu_2Cl_2 吸收CO时，尽量先用第一瓶吸收，最后再用第二瓶（新鲜）吸收，其液面上须封盖石蜡油，以防氧化。

(9) 各吸收瓶液体不能冲出规定刻度而到梳形管，以免堵塞气体通路。

(10) 前后读数时间应保持一致。

(11) 为节省计算时间， H_2 与CO含量可查表(附表一至三)。

(12) 分析结果应及时与煤气、变换系统联系，以供掌握炉温和调节氢氮比参考。

(13) 爆炸时，用手按住考克，以防考克冲去。

(14) 爆炸瓶白金丝沾有油污时，不爆炸，应清洗或通电燃烧。其方法如下：把爆炸瓶取下，在调压变阻器6V电压处接出两根导线，一根接爆炸瓶导线，一根用细铜丝由考克处插入与同侧一根白金丝端点接触，组成回路，通电燃烧呈亮红色，若接触不燃，用铜丝轻轻磨擦白金丝端点油污，继续燃烧，烧好后，调节白金丝距离在1毫米左右。

(15) 正常情况下爆炸瓶不爆炸的原因：

1. 电容器受潮。
2. 白金丝有油污。
3. 白金丝距离过大或过近。
4. 电路不通，接触不良。

(16) 爆炸瓶及燃烧瓶接线示意图（如图3）。

(17) 在制惰性气或燃烧气时，为确知气体全成分，可用燃烧瓶（接至调压变阻器上）燃烧，当送气入燃烧瓶时一手调节变阻器在1~4欧姆之间，一手控制好水准瓶上下移动，不使燃烧瓶内液位超过炽热的白金丝，当燃烧结束

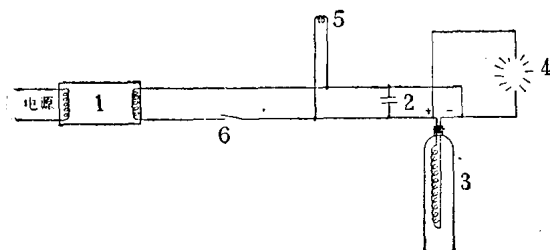


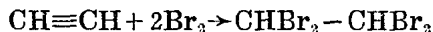
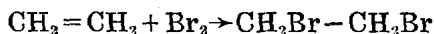
图3 爆炸瓶及燃烧瓶接线示意图

1—调压变阻器；2—电容器；3—高压发火线圈；

4—爆炸瓶，5—燃烧瓶；6—按钮或开关。

时，先使变阻器退至0，再将液位吊至考克附近。其余同爆炸法。

(18) 用白煤制气时，可能重烃 (C_nH_m) 含量高，可在 KOH 的吸收瓶后装饱和溴水吸收瓶，用以吸收重烃。如溴与乙烯、乙炔的反应：



但吸收后放出溴蒸汽，再经碱液吸收除去溴。

(二) 原料气全分析

原料气分析基本与半水煤气，变换气分析相同，仅各种成分含量不同而已，其成分含量如下：

样 气	CO ₂ %	O ₂ %	CO%	H ₂ %	N ₂ %	CH ₄ %
煤 气	7~9	0.6	29~32	38~42	18~21	0.8~1.4
变换气	28~30	0.3	<3.0	50~56	14~17	—
原料气	0.3~0.5	0.1	—	—	—	—
精炼气	—	—	—	77~78	20~22	1.2
循环气	—	—	—	65~70	30~34	7.0

对原料气一般控制 CO_2 含量和 NH_3 含量, 在分析原料气时通过酸洗瓶, 洗掉 NH_3 再取样分析, 其余与变换气分析相同。

(三) 精炼气和循环气全分析

由于精炼气, 循环气只含有 $\text{H}_2, \text{CH}_4, \text{N}_2 + \text{Ar}$, 所以除 NH_3 后可直接取样 25 毫升, 加入 75 毫升空气爆炸, 生成 CO_2 和 H_2O , CO_2 再经 30% NaOH 吸收, 根据燃烧后减少的体积及 CO_2 的量计算氢与甲烷的含量。

计算方法:

$$\text{H}_2\% = \frac{2}{3} (C - 2V_{\text{CO}_2}) \times \frac{100}{25} = \frac{8}{3} (C - 2V_{\text{CO}_2})$$

$$\text{CH}_4\% = V_{\text{CO}_2} \times \frac{100}{25} = 4V_{\text{CO}_2}$$

$$\text{N}_2 + \text{Ar}\% = 100 - (\text{H}_2\% + \text{CH}_4\%)$$

式中: C —— 爆炸缩减的体积 $C = 100 - D_1$

V_{CO_2} —— 爆炸后吸收的 CO_2 体积 $V_{\text{CO}_2} = D_1 - D_2$

其余基本与变换气相同。

第二节 氨水液相催化脱硫气相分析

(一) 氨含量的测定

一、测定原理 气相中的 NH_3 能为硫酸所吸收, 并生成 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 过量的硫酸可以用氢氧化钠标准溶液返滴之。其主要反应如下:

