

中国氯碱工业协会组织编写

氯碱生产分析

上册

烧碱和无机氯产品

陈世澄 主编 胡申土 副主编



化学工业出版社

81.2331
144
=1

氯碱生产分析

上册

烧碱和无机氯产品

中国氯碱工业协会组织编写
陈世澄 主编 胡申土 副主编

24232/28

化学工业出版社
北京

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

氯碱生产分析 上册: 烧碱和无机氯产品/中国氯碱工业协会组织编写. -北京: 化学工业出版社, 1995

ISBN 7-5025-1562-3

I. 氯… II. 中… III. ①氯碱生产-化学分析②烧碱生产-化学分析③氯-无机化合物-化学分析 N. TQ114

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (95) 第 11398 号

出版发行: 化学工业出版社 (北京市朝阳区惠新里 3 号)

社长: 俸培宗 总编辑: 蔡剑秋

经 销: 新华书店北京发行所

印 刷: 北京管庄永盛印刷厂

装 订: 三河市东柳装订厂

版 次: 1996 年 1 月第 1 版

印 次: 1996 年 1 月第 1 次印刷

开 本: 787×1092 $1/16$

印 张: 28 $\frac{1}{4}$

字 数: 698 千字

印 数: 1—4 000

定 价: 48.00 元

前 言

氯碱工业是生产烧碱、氯气和氢气及其衍生物系列产品的基本化学工业，它不仅为化学工业提供原料，而且其产品广泛用于国民经济各个部门，对国民经济具有重要作用。

随着我国氯碱工业生产和科技进步，要求不断地提高产品质量，以适应市场经济和对外开放的需要，提高企业经济效益与产品的竞争能力。加强生产控制和完善分析检测手段对提高产品质量具有重大意义。近年来，我国职工队伍的构成发生了较大的变化，增加了一大批新生力量，他们迫切需要从基础理论和现代分析技术上得到迅速的提高，并熟练掌握操作技能与分析方法。根据广大读者和职工的要求，我们决定编写《氯碱生产分析》一书。

本书以石油化学工业出版社出版的《氯碱工业分析》(陈世澄编)一书为蓝本进行修改和补充，尽量采用各厂的先进分析方法，增添了离子膜法烧碱引进装置的测定方法，所推荐使用的仪器和标准分析方法，在保证分析准确性的前提下，注意简便和实用。本书共分六篇及附录和附表。第一篇为成品分析，共有 17 个产品；第二篇为原材料分析，共 20 种原材料；第三篇为烧碱生产控制分析，有 6 个生产工序 209 个分析项目；第四篇为氯产品生产控制分析，包括 5 个生产工序 81 个分析项目；第五篇为水质分析，包括循环冷却水和污水分析项目 55 个；第六篇为溶液配制，其中有标准溶液配制、杂质标准溶液、指示剂和一般溶液配制。

本书编写审校分工如下：

第一篇、第二篇由杨艳霞工程师执笔，胡申土高工审校；

第三篇、第四篇、第五篇由陈世澄高级工程师执笔，胡申土高级工程师、康金华工程师审校；

第六篇、附录、附表由胡申土高级工程师执笔，陈世澄高级工程师审校；

全书由祝寿琨高级工程师负责组织和审定。

本书在编写过程中，曾得到化学工业部生产协调司、锦西化工总厂、上海天原化工厂、锦西化工研究院、北京化工二厂和齐鲁石油化工公司氯碱厂等给予大力支持，并提供资料。张荣桓、傅野、张玉珍、杨中兵、张淑芹等也为本书提供资料和协助，在此一并表示感谢。由于水平有限，肯定还有许多不足和不妥之处，热情期待广大读者的批评、指正。

中国氯碱工业协会

一九九四年十月

内 容 提 要

本书较全面系统地汇编了氯碱工业生产中烧碱和无机氯产品、有机氯产品的分析规程。全书分上、下两册出版。

上册详细介绍了隔膜电解、水银电解、离子膜电解的烧碱、工业液氯、盐酸、漂白剂、氯化铁、氢气等十七种产品的原材料、成品和生产控制全过程的标准分析方法和国内外先进、有效的分析方法。同时还介绍了生产排放物和水质的分析以及溶液的配制。书末附有分析工作中有关的规则和常用数据表等，便于查阅。

本书可供氯碱生产厂分析人员和工程技术人员使用。也可供科研院所技术人员、大专院校分析专业师生教学参考。

目 录

第一篇 成品分析

第一章 烧碱分析

第一节 工业氢氧化钠	1
一、技术要求与检验规则	1
二、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	2
三、氯化钠含量的测定——汞量法	4
四、铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法	5
五、碳酸盐含量的测定——滴定法	7
六、钙镁总含量的测定——络合滴定法	9
七、汞含量的测定——双硫腙分光光度法	10
第二节 化纤用氢氧化钠	12
一、技术要求与检验规则	12
二、氢氧化钠含量的测定（甲法）	13
三、氯化钠含量的测定——分光光度法	14
四、钙含量的测定——EDTA 络合滴定法	15
五、硅含量的测定——还原硅钼酸盐分光光度法	17
六、硫酸盐含量的测定	19
（一）硫酸钡重量法（甲法）	19
（二）比浊法（乙法）	20
七、铜含量的测定——分光光度法	21
第三节 离子交换膜法氢氧化钠	23
一、技术要求与检验规则	23
二、氯酸钠含量的测定——邻-联甲苯胺分光光度法	24
三、三氧化二铝含量的测定——分光光度法	25
四、钙含量的测定——火焰原子吸收法	26
第四节 食品添加剂氢氧化钠	27
一、技术要求与检验规则	27
二、鉴别	28
三、溶状试验	29
四、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	29
五、氯化钠含量的测定——汞量法	30
六、铁含量的测定	31

七、砷含量的测定	32
八、重金属的测定	32
第五节 化学试剂氢氧化钠	33
一、技术要求与检验规则	33
二、氢氧化钠含量的测定	33
三、碳酸钠含量的测定	34
四、杂质的测定	34

第二章 工业液氯分析

第一节 工业液氯	37
一、技术要求与检验规则	37
二、氯含量的测定——容量法	38
三、水分含量的测定	39
（一）重量法	39
（二）电量法	40

第三章 盐酸分析

第一节 工业合成盐酸	44
一、技术要求与检验规则	44
二、总酸度的测定——滴定法	44
三、铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法	45
四、硫酸盐含量的测定——比浊法	46
五、砷含量的测定	47
（一）砷斑法	47
（二）二乙基二硫代氨基甲酸银光度法（仲裁法）	48
六、氧化物含量的测定——滴定法	50
七、灼烧残渣的测定——重量法	51
第二节 食品添加剂盐酸	51
一、技术要求与检验规则	51
二、鉴别	52
三、总酸度的测定——滴定法	52
四、铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法	52
五、硫酸盐含量的测定——比浊法	52

六、氧化物含量的测定——滴定法	52
七、灼烧残渣的测定——重量法	52
八、砷含量的测定	52
九、重金属（以 Pb 计）含量的测定	52
十、还原物（以 SO_3 计）含量的测定	53
第三节 化学试剂盐酸	53
一、技术要求与检验规则	53
二、盐酸含量的测定	54
三、外观	54
四、杂质的测定	54

第四章 漂白剂分析

第一节 次氯酸钠溶液	57
一、技术要求与检验规则	57
二、有效氯含量的测定	57
三、游离碱含量的测定	58
四、铁含量的测定	59
第二节 漂白粉	60
一、技术要求与检验规则	60
二、有效氯含量的测定	61
三、水分含量的测定	61
四、总氯量的测定	61
五、热稳定系数的测定	62
第三节 漂粉精	63
一、技术要求与检验规则	63
二、有效氯含量的测定	63
三、水分含量的测定	64
（一）甲苯法（仲裁法）	64
（二）红外干燥法	64
四、稳定性检验有效氯损失的测定	65
五、过筛率的测定	65
（一）粒状试样的测定	65
（二）粉状试样的测定	66
第四节 漂白液	66
一、技术要求与检验规则	66
二、有效氯含量的测定	67
三、残渣含量的测定	67

第五章 氯化铁分析

第一节 工业氯化铁	69
一、技术要求与检验规则	69
二、氯化铁含量的测定	70
三、氯化亚铁含量的测定	70
四、不溶物含量的测定	71
五、游离酸含量的测定	71
第二节 净水剂氯化铁	72
一、技术要求与检验规则	72
二、氯化铁含量的测定	73
三、氯化亚铁含量的测定	73
四、不溶物含量的测定	73
五、游离酸含量的测定	73
六、砷含量的测定	73
（一）砷斑法	73
（二）二乙基二硫代氨基甲酸银法（仲裁法）	74
七、铅含量的测定	74
（一）双硫脲目视比色法	74
（二）原子吸收光谱法（仲裁法）	75

第六章 氢气分析

第一节 工业氢气	77
一、技术要求与检验规则	77
二、氢含量的测定	79
三、水分的测定	79
四、氧、氮含量的测定	79
五、碱度的测定	80
六、氯含量的测定	81
第二节 纯氢气	81
一、技术要求与检验规则	81
二、氢含量的测定	82
三、氧、氮含量的测定	83
四、一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量的测定	84
五、水分含量的测定	85

第二篇 原材料分析

第一章 主要原材料

第一节 工业原盐分析	87
一、技术要求和检验规则	87
二、白度的测定	87

三、粒度的测定	88
四、水分含量的测定	88
（一）烘干法	88
（二）灼烧法	88
五、水不溶物含量的测定	89

六、氯离子含量的测定	90	(一) 硫酸钡重量法 (仲裁法)	119
(一) 银量法 (甲法)	90	(二) 硫酸钡比浊法	119
(二) 汞量法 (乙法)	90	六、水不溶物含量的测定	120
七、钙离子含量的测定	91	七、烧失量的测定	121
八、镁离子含量的测定	91	八、堆积密度的测定	121
九、硫酸根含量的测定	92	九、粒度的测定	122
(一) 重量法	92	第六节 石灰石分析	122
(二) 容量法 (EDTA 络合滴定法)	93	一、技术要求	122
十、氯化钠及可溶性杂质成分的计算和检验结果的检查	94	二、氧化钙和氧化镁含量的测定	124
第二节 工业硫酸分析	94	三、盐酸不溶物含量的测定——重量法	126
一、技术要求与检验规则	94	四、三氧化二物含量的测定——重量法	127
二、硫酸含量的测定——滴定法	95	第七节 石墨阳极分析	127
三、灰分含量的测定——重量法	97	一、技术要求与检验规则	127
四、铁含量的测定	97	二、比电阻的测定	129
(一) 邻菲罗啉分光光度法	97	(一) 试验室的测量	129
(二) 原子吸收分光光度法	99	(二) 现场实物的测量	130
五、透明度的测定	100	三、相对密度的测定	130
六、色度的测定	101	四、灰分含量的测定	131
第三节 工业氯化钡分析	101	五、抗折强度的测定	131
一、技术要求与检验规则	101	六、抗压强度的测定	133
二、氯化钡含量的测定	102	第八节 汞分析	133
三、钙含量的测定	102	一、技术要求与检验规则	133
(一) 方法一 (仲裁法)	102	二、汞分析方法	134
(二) 方法二	103	第九节 α -纤维素助滤剂分析	135
四、硫化物含量的测定	104	一、技术要求与检验规则	135
五、铁含量的测定	105	二、灼烧残渣的测定	136
六、水不溶物含量的测定	106	三、干燥失重的测定	136
第四节 液体无水氨分析	106	四、pH 值的测定	137
一、技术要求	106	五、铅含量的测定	137
二、实验室样品的采取	106	六、细度的测定	137
三、氨含量的测定	108	七、白度的测定	137
四、残留物含量的测定	108	第十节 螯合树脂分析	138
(一) 重量法	108	一、技术要求与检验规则	138
(二) 容量法	111	二、氢型试样的制备	138
五、油含量的测定	112	三、含水量的测定	139
六、铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法	114	四、交换含量的测定	139
第五节 工业碳酸钠分析	116	五、湿直相对密度的测定	139
一、技术要求与检验规则	116	六、湿视密度和粒度的测定	140
二、总碱量的测定	116	七、耐磨率的测定	140
三、氯化物含量的测定——汞量法	117	第十一节 石棉绒分析	140
四、铁含量的测定	118	一、技术要求与检验规则	140
五、硫酸盐含量的测定	119	二、含水量的测定	141
		三、湿体积的测定	141
		四、石棉纤维长度的测定	141

五、石棉酸失重的测定	142	五、氯化物含量的测定	164
六、石棉碱失重的测定	143	六、溴酸盐含量的测定	165
七、铁含量的测定	143	七、硫酸盐含量的测定	165
第二章 辅助原材料			
第一节 工业硫磺分析	145	第五节 工业硝酸钠分析	167
一、技术要求与检验规则	145	一、技术要求与检验规则	167
二、硫含量的测定	145	二、水分含量的测定	168
三、水分含量的测定	146	三、水不溶物含量的测定	168
四、灰分的测定	146	四、亚硝酸钠含量的测定	168
五、酸度的测定	147	五、碳酸钠含量的测定	169
六、有机物含量的测定	148	六、铁含量的测定	170
七、砷含量的测定——二乙基二硫代氨基甲酸银 光度法	151	第六节 沥青分析	170
八、粉状硫磺筛余物的测定	153	一、技术要求	170
第二节 工业无水亚硫酸钠分析	153	二、针入度的测定	170
一、技术要求和检验规则	153	三、软化点的测定	173
二、亚硫酸钠含量的测定	153	第七节 冷冻机油分析	174
三、铁含量的测定	154	一、技术要求	174
四、水不溶物含量的测定	155	二、运动粘度的测定	175
五、游离碱含量的测定	156	三、闪点与燃点的测定——开口杯法	178
六、硫酸钠含量的测定	156	四、凝点的测定	180
七、氯化钠含量的测定	157	五、酸值的测定	182
第三节 聚丙烯酸钠分析	158	六、水分含量的测定	183
一、技术要求与检验规则	158	第八节 工业氯化钙分析	185
二、固体含量的测定	158	一、技术要求与检验规则	185
三、游离单体含量的测定	159	二、氯化钙含量的测定	185
四、铁含量的测定	160	三、镁及碱金属氯化物含量（以 NaCl 计）的测定	186
五、pH 值的测定	161	四、水不溶物含量的测定	186
六、密度的测定	161	五、酸度的测定	187
七、极限粘度的测定	161	六、碱度的测定	187
第四节 氯酸钾分析	162	七、硫酸盐含量（以 CaSO_4 计）的测定	188
一、技术要求与检验规则	162	第九节 重油分析	188
二、氯酸钾含量的测定	163	一、技术要求与检验规则	188
三、水分含量的测定	163	二、恩氏粘度的测定	189
四、水不溶物含量的测定	164	三、其他指标的测定	192

第三篇 烧碱生产控制分析

第一章 盐水精制

第一节 粗盐水分析	193	一、洗泥水中氯化钠含量的测定	195
一、氯化钠含量的测定	193	二、排放盐泥中氯化钠含量的测定	195
二、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	194	三、排放盐泥中固液比的测定	196
第二节 泥浆分析	195	四、盐泥中汞含量的测定	196
		五、盐泥（或稠浆）中干泥含量的测定	199
		第三节 精盐水分析	200

一、氯化钠含量的测定	200
二、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	200
三、钙镁含量的测定	200
(一) 钙镁分别测定	200
(二) 钙镁含量的测定	201
四、铁含量的测定	202
五、硫酸根含量的测定	203
六、游离氯含量的测定	204
七、汞含量的测定	205
八、无机铵含量的测定	206
九、总铵含量的测定	207
十、pH 值的测定	208
十一、透明度的测定	211
第四节 精制剂分析	211
一、氯化钡溶液含量的测定	211
二、碳酸钠溶液含量的测定	212
第五节 配水分析	213
一、氯化钠含量的测定	213
二、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	213
三、无机铵含量的测定	213
四、总铵含量的测定	213

第二章 隔膜电解

第一节 隔膜电解液分析	214
一、氯化钠含量的测定	214
二、氢氧化钠含量的测定	214
三、碳酸钠含量的测定	215
四、氯酸钠含量的测定	216
第二节 隔膜电解槽控制分析	217
一、碱液中氢氧化钠含量的测定	217
二、碱液中氯化钠含量的测定	217
三、阳极液中氯化钠含量的测定	217
四、阳极液 pH 值的测定	218
五、阳极液中游离氯含量的测定	218
六、阳极液中次氯酸钠含量的测定	218
七、阳极液中氯酸钠含量的测定	218
八、阳极气体的测定	219
第三节 石棉绒吸附液分析	222
一、氯化钠含量的测定	222
二、氢氧化钠含量的测定	222
三、铁含量的测定	222
四、粘度的测定	222
第四节 浇铸铅分析	223
一、铅含量的测定	223

二、锑含量的测定	224
三、锡含量的测定	224
第五节 金属阳极分析	225
一、试样制备	225
二、贵金属含量的测定	225
三、析氯电位试验	226
四、极化率试验	227
五、强化寿命试验	227
六、均匀度试验	228
七、涂层物相试验	228
八、强化失重试验	229
九、表面结合状态试验	229
十、阳极涂层技术要求	229
第六节 金属钎分析	230
一、三氯化钎中钎含量的测定	230
二、钎粉纯度的测定	231
第七节 废水分析	232
一、盐水预热器冷凝水中氯化钠含量的测定	232
二、废水含碱的测定	232

第三章 水银电解

第一节 水银电解液分析	233
一、氯化钠含量的测定	233
二、氢氧化钠含量的测定	233
三、碳酸钠含量的测定	234
第二节 解汞水分析	235
一、解汞水中氯化钠含量的测定	235
二、软化水中氯离子含量的测定	235
三、软化水电导率的测定	236
第三节 水银电解槽控制分析	236
一、碱液中氯化钠含量的测定	236
二、碱液中氢氧化钠含量的测定	236
三、碱液中汞含量的测定	236
四、淡盐水中氯化钠含量的测定	236
五、淡盐水 pH 值的测定	236
六、淡盐水中游离氯含量的测定	236
七、淡盐水中次氯酸钠含量的测定	236
八、淡盐水中氯酸钠含量的测定	236
九、阳极气体的测定	236
十、水银中钠含量的测定	236
第四节 脱氯淡盐水分析	237
一、酸含量的测定	237
二、游离氯含量的测定	237

三、氢氧化钠含量的测定	238
四、硫化钠含量的测定	238
五、亚硫酸钠含量的测定	238
第五节 电槽洗涤水分析	239
一、槽头（槽尾）洗涤水中氢氧化钠含量的测定	239
二、槽头（槽尾）洗涤水中氯化钠含量的测定	239
第六节 吸收塔吸收液分析	239
一、氢氧化钠含量的测定	239
二、有效氯含量的测定	239
第七节 吸收塔尾气分析	239
一、氯含量的测定	239
二、汞含量的测定	239
第八节 汞渣分析	241
一、试样处理	241
二、铁含量的测定	241
三、钙镁含量的测定	241
四、汞含量的测定	242
五、镉含量的测定	242

第四章 离子膜电解

第一节 一次盐水分析	244
一、氯化钠含量的测定	244
二、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	244
三、次氯酸钠含量的测定	244
四、铁含量的测定	244
五、悬浮固体含量的测定	245
六、二氧化硅含量的测定	246
七、铝含量的测定	247
八、碘含量的测定	248
第二节 二次盐水分析	249
一、氯化钠含量的测定	249
二、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	249
三、微量次氯酸钠含量的测定	250
四、氯酸钠含量的测定	250
五、汞含量的测定	251
六、pH值的测定	251
七、钙含量的测定	251
八、铁（或镍）含量的测定	252
九、钙、镁、镉、钡、锰、硅含量的测定	253
十、悬浮固体含量的测定	253
十一、亚硫酸钠含量的测定	253

十二、原子吸收光谱的测定	253
第三节 纯水（脱盐水）分析	255
一、电导率的测定	255
二、铁含量的测定	256
（一）光电比色法	256
（二）原子吸收法	256
三、钙含量的测定	256
四、硅含量的测定	256
第四节 高纯盐酸分析	256
一、总酸度的测定	256
二、铁含量的测定	257
三、钙、镁含量的测定	257
四、氯含量的测定	258
五、重金属含量的测定	259
六、灼烧残渣含量的测定	259
第五节 离子膜电解槽控制分析	259
一、碱液中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	259
二、碱液中氯化钠含量的测定	259
三、盐水（循环）中氯化钠含量的测定	259
四、盐水（循环）中钙含量的测定	259
五、盐水（循环）中铁（或镍）含量的测定	259
六、盐水（循环）中硫酸根含量的测定	259
七、盐水（循环）中硅含量的测定	259
八、盐水（循环）中酸含量的测定	259
九、淡盐水中氯化钠含量的测定	260
十、淡盐水 pH 值的测定	260
十一、淡盐水中游离氯含量的测定	260
十二、淡盐水中次氯酸钠含量的测定	260
十三、淡盐水中氯酸钠含量的测定	260
十四、阳极气体中氯气含量的测定	260
十五、阳极气体中杂质含量的测定	260
十六、氢气中氧含量的测定	260
十七、氢含量的测定	260
第六节 电解液分析	260
一、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	260
二、氯化钠含量的测定	260
三、三氧化二铁含量的测定	260
四、氯酸钠含量的测定	260
五、三氧化二铝含量的测定	260
第七节 氢气总管分析	260
一、氧含量的测定	260
二、氢含量的测定	260

第八节 氯气总管分析	261
一、氯气纯度的测定	261
二、杂质含量的测定	261
第九节 脱氯盐水分析	261
一、游离氯含量的测定	261
二、次氯酸钠含量的测定	261
三、酸含量的测定	261

第五章 液碱蒸发与精制

第一节 蒸发完成液分析	262
一、氯化钠含量的测定	262
二、氢氧化钠含量的测定	262
第二节 液碱分析	263
一、氢氧化钠含量的测定	263
二、碳酸钠含量的测定	263
三、氯化钠含量的测定	264
四、硫酸钠含量的测定	264
五、氯酸钠含量的测定	265
六、铁含量的测定	266
第三节 回收盐水分析	266
一、氢氧化钠含量的测定	266
二、氯化钠含量的测定	266
三、硫酸根含量的测定	266
第四节 污水分析	266
一、大气冷凝器下水中碱含量的测定	266
二、排放水中碱含量的测定	267
第五节 离心机分离液分析	267
一、氢氧化钠含量的测定	267
二、氯化钠含量的测定	267
第六节 液氨分析	267
一、氨含量的测定	267
二、水分含量的测定	267
第七节 氨水分析	268
一、氨含量的测定	268
第八节 萃取废液分析	268
一、氢氧化钠含量的测定	268
二、氯化钠含量的测定	269
三、氯酸钠含量的测定	269
四、氨含量的测定	270
第九节 精制液碱分析	271
一、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	271
二、氯化钠含量的测定	271
三、氯酸钠含量的测定	271
四、铁含量的测定	271

五、镍含量的测定	271
----------------	-----

第六章 固 碱

第一节 隔膜液碱分析	273
一、氢氧化钠含量的测定	273
二、碳酸钠含量的测定	273
三、氯化钠含量的测定	274
第二节 水银液碱分析	274
一、氢氧化钠含量的测定	274
二、碳酸钠含量的测定	274
三、氯化钠含量的测定	274
四、铁含量的测定	274
第三节 离子膜液碱分析	275
一、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	275
二、氯化钠含量的测定	275
三、铁含量的测定	275
第四节 熔融碱(蒸煮高温样)分析	275
一、氢氧化钠含量的测定	275
二、氯化钠含量的测定	276
第五节 蒸煮洗锅水分析	276
一、蒸煮锅残液中氢氧化钠含量的测定	276
二、洗锅水中氢氧化钠含量的测定	276
第六节 载热熔盐分析	276
一、试样处理	276
二、亚硝酸钠含量的测定	277
三、硝酸根含量的测定	277
四、硝酸钾含量的测定	278
五、氢氧化钠含量的测定	279
六、碳酸钠含量的测定	279
七、硝酸钠含量的测定	279
第七节 烟道气分析	280
一、二氧化碳、氧气和一氧化碳含量的测定	280
第八节 蔗糖溶液分析	282
一、溶液浓度的测定	282
第九节 固碱分析	283
一、氢氧化钠含量的测定	283
二、碳酸钠含量的测定	283
三、氯化钠含量的测定	284
四、三氧化二铁含量的测定	284
第十节 粒碱分析	285
一、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	285
二、氯化钠含量的测定	285
三、硫酸钠含量的测定	285

四、氯酸钠含量的测定	285	七、粒度分布的测定	285
五、铁含量的测定	285	第十一节 空气分析	286
六、镍含量的测定	285	一、总碱度的测定	286

第四篇 氯产品生产控制分析

第一章 氯氢处理

第一节 氢气分析	289	三、水含量的测定	306
一、氢气纯度的测定	289	四、三氯化氮含量的测定	306
(一) 爆炸法	289	第二节 液化废气分析	306
(二) 色谱法	291	一、氯气纯度的测定	306
二、氧含量的测定	291	二、氢含量的测定	307
三、水含量的测定	292	第三节 氮纯度分析	307
四、汞含量的测定	293	一、惰性气体含量的测定	307
第二节 混合气体中氢气分析	293	二、氮纯度的测定——水吸收法	307
一、氯气中氢含量的测定	293	第四节 硫酸分析	308
(一) 爆炸法	293	一、稀硫酸浓度的测定	308
(二) 燃烧法	295	二、泵酸浓度的测定	308
(三) 色谱法	296	第五节 空气分析	309
二、空气中氢含量的测定	297	一、水含量的测定	309
三、氮气中氢含量的测定	297	二、氧含量的测定	309
第三节 湿氯气分析	298	三、氯含量的测定	310
一、氯气纯度的测定	298	第六节 三氯化氮分析	311
二、氯气中杂质含量的测定	299	一、排污液中三氯化氮含量的测定	311
第四节 氯水分析	300	二、气氯中三氯化氮含量的测定	312
一、氯含量的测定	300		
二、脱氯后氯含量的测定	300		
第五节 硫酸分析	300		
一、稀硫酸浓度的测定	300		
二、泵酸浓度的测定	301		
第六节 干氯气分析	301		
一、氯气纯度的测定	301		
二、氢含量的测定	301		
三、水含量的测定	301		
(一) 电量法	301		
(二) 重量法	301		
四、三氯化氮含量的测定	302		
(一) 盐酸吸收法	302		
(二) 四氯乙烯吸收法	304		

第二章 液氯生产

第一节 原料氯气分析	306	三、水含量的测定	306
一、氯气纯度的测定	306	四、三氯化氮含量的测定	306
二、氢含量的测定	306	第二节 液化废气分析	306
		一、氯气纯度的测定	306
		二、氢含量的测定	307
		第三节 氮纯度分析	307
		一、惰性气体含量的测定	307
		二、氮纯度的测定——水吸收法	307
		第四节 硫酸分析	308
		一、稀硫酸浓度的测定	308
		二、泵酸浓度的测定	308
		第五节 空气分析	309
		一、水含量的测定	309
		二、氧含量的测定	309
		三、氯含量的测定	310
		第六节 三氯化氮分析	311
		一、排污液中三氯化氮含量的测定	311
		二、气氯中三氯化氮含量的测定	312

第三章 盐酸生产

第一节 原料氯气分析	313	三、水含量的测定	306
一、氯气纯度的测定	313	四、三氯化氮含量的测定	306
二、氢含量的测定	313	第二节 液化废气分析	306
第二节 原料氢气分析	313	一、氯气纯度的测定	306
一、氢气纯度的测定	313	二、氢含量的测定	307
二、氧含量的测定	313	第三节 氮纯度分析	307
第三节 合成氯化氢分析	313	一、惰性气体含量的测定	307
一、氯化氢含量的测定	313	二、氮纯度的测定——水吸收法	307
二、游离氯含量的测定	314	第四节 硫酸分析	308
三、氢含量的测定	314	一、稀硫酸浓度的测定	308
第四节 废水分析	314	二、泵酸浓度的测定	308
一、尾气吸收水中酸含量的测定	314	第五节 空气分析	309
二、废水含酸的测定	315	一、水含量的测定	309
第五节 盐酸分析	315	二、氧含量的测定	309
一、总酸度的测定	315	三、氯含量的测定	310
二、铁含量的测定	315	第六节 三氯化氮分析	311
第六节 尾气分析	316	一、排污液中三氯化氮含量的测定	311
一、氯化氢含量的测定	316	二、气氯中三氯化氮含量的测定	312
二、氯含量的测定	316		

第四章 漂白粉(液)与次氯酸钠

第一节 生石灰分析	317
一、氧化钙含量的测定	317
二、生烧和过烧石灰含量的测定	317
第二节 消石灰分析	318
一、水含量的测定	318
二、氧化钙含量的测定	318
第三节 原料氯气分析	319
一、氯气纯度的测定	319
二、氢含量的测定	319
第四节 漂白粉分析	319
一、有效氯含量的测定	319
二、水含量的测定	319
第五节 漂液分析	320
一、有效氯含量的测定	320
(一) 亚砷酸钠法	320
(二) 碘量法	320
二、氢氧化钠含量的测定	321
第六节 漂白粉(液)尾气分析	321
一、氯含量的测定	321
第七节 原料液碱分析	322
一、氢氧化钠含量的测定	322
二、氯化钠含量的测定	322
第八节 次氯酸钠分析	322

一、次氯酸钠含量的测定	322
二、氯化钠含量的测定	323
三、氢氧化钠含量的测定	323

第五章 氯气回收与事故处理

第一节 淡氯气分析	324
一、氯气纯度的测定	324
二、氢含量的测定	324
第二节 回收氯气分析	324
一、氯气全组分含量的测定	324
二、水含量的测定	324
三、四氯化碳含量的测定	324
第三节 四氯化碳分析	325
一、酸度的测定	325
二、水含量的测定	325
第四节 吸收尾气分析	326
一、氯含量的测定	326
二、氢含量的测定	326
三、四氯化碳含量的测定	326
第五节 事故处理用液碱分析	327
一、氢氧化钠含量的测定	327
二、氯化钠含量的测定	328
第六节 事故处理吸收液分析	328
一、有效氯含量的测定	328
二、氢氧化钠含量的测定	329

第五篇 水质分析

第一章 循环冷却水

第一节 循环水水质分析	331
一、浊度的测定——分光光度法	331
二、碱度的测定——指示剂法	332
三、pH值的测定	333
四、溶解性固体的测定	333
五、化学耗氧量的测定	333
六、氯离子含量的测定——银量法	334
七、游离氯含量的测定——分光光度法	335
八、氨和铵含量的测定——纳氏试剂分光光度法	336
第二节 磷酸盐分析	337
一、正磷酸盐含量的测定——磷钼蓝分光光度法	337
二、总无机磷酸盐含量的测定——磷钼蓝分光光度法	338

三、总磷酸盐含量的测定——磷钼蓝分光光度法	339
第三节 金属离子分析	340
一、钙离子含量的测定	340
二、镁离子含量的测定	340
三、铁离子含量的测定	341
四、铝离子含量的测定	342
五、锌离子含量的测定	343
第四节 磷钼预膜液分析	344
一、钙离子含量的测定	344
二、锌离子含量的测定	345
三、铁离子含量的测定	345
第五节 菌类分析	346
一、试样的采集	346
二、异养菌的测定	346
三、硫化细菌的测定	347
四、硫酸盐还原细菌的测定	347

五、铁细菌的测定	347
六、氨化细菌的测定	348
七、亚硝酸菌的测定	348
八、真菌的测定	349
第六节 藻类分析	350
一、藻类定性的测定——直接镜法	350
二、藻类定量的测定	351

第二章 水垢与腐蚀

第一节 试样的调查和制备	352
一、试样的调查	352
二、试样的采集	353
三、试样的制备	353
第二节 水垢和腐蚀产物分析	353
一、水分含量的测定	353
二、硫化亚铁含量的测定	354
三、硫酸盐含量的测定	355
四、二氧化碳含量的测定	356
五、灼烧失重的测定	358
第三节 水垢和腐蚀产物分析	359
一、试样的制备	359
二、酸不溶物含量的测定	360
三、五氧化二磷含量的测定	360
四、三氧化二铁含量的测定	361
五、三氧化二铝含量的测定	362
六、氧化锌含量的测定	363
七、氧化钙和氧化镁含量的测定	364

八、氧化铜含量的测定	366
------------------	-----

第三章 污水处理

第一节 污水水质分析	368
一、浊度的测定	368
二、pH 值的测定	368
三、氯离子含量的测定	368
四、氨氮含量的测定	368
五、汞含量的测定	368
第二节 残渣分析	368
一、总残渣含量的测定	368
二、过滤性残渣含量的测定	369
三、非过滤性残渣（悬浮物）含量的测定	369
第三节 氯苯分析	370
一、氯苯含量的测定	370
二、苯含量的测定	371
第四节 酚和氰化物分析	372
一、酚含量的测定——4-氨基安替比林直接光度法	372
二、氰化物含量的测定——异烟酸-吡唑啉酮分光光度法	374
第五节 需氧量的分析	377
一、溶解氧含量的测定	377
二、化学需氧量（COD）的测定——重铬酸钾法	379
三、五日生化需氧量（BOD）的测定	381

第六篇 溶液配制

第一章 标准溶液的配制

第一节 一般规定	385
第二节 标准溶液的配制与标定	386
一、氢氧化钠标准溶液	386
二、盐酸标准溶液	387
三、硫酸标准溶液	387
四、碳酸钠标准溶液	388
五、重铬酸钾标准溶液	389
六、硫代硫酸钠标准溶液	389
七、溴标准溶液	390
八、溴酸钾标准溶液	391
九、碘标准溶液	391
十、碘酸钾标准溶液	392
十一、草酸标准溶液	393

十二、高锰酸钾标准溶液	393
十三、硫酸亚铁铵标准溶液	394
十四、硫酸铈（或硫酸铈铵）标准溶液	394
十五、乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准溶液	395
十六、氯化锌标准溶液	396
十七、氯化镁（或硫酸镁）标准溶液	397
十八、硝酸铅标准溶液	397
十九、氯化钠标准溶液	397
二十、硫氰酸钠（或硫氰酸钾）标准溶液	398
二十一、硝酸银标准溶液	399
二十二、亚砷酸钠标准溶液	399
二十三、硝酸汞标准溶液	400
第三节 杂质标准溶液	401

一、一般规定	401
二、配制方法	401

第二章 指示液与一般溶液的配制

第一节 一般规定	404
----------------	-----

附 录

一、采样规则	410
(一) 总则	410
(二) 固体采样	411
(三) 液体采样	412
(四) 气体采样	413

附 表

附表 1 气体体积换算成标准压力 (101.325 kPa) 及温度 (0℃) 下的校正系数	420
附表 2 不同温度下空气中饱和水蒸气的压力及水蒸气含量	422
附表 3 不同温度下 1L 水的质量	423
附表 4 不同标准溶液的温度补正值 (以 ml/L 计)	423
附表 5 溶液浓度换算表	424
附表 6 实验室用水规格 (GB 6682)	424
附表 7 常用酸碱指示剂的 pH 值变色域	425
附表 8 一些可燃性气体蒸气在空气中的爆炸范围	425

第二节 指示液的配制	404
第三节 一般溶液的配制	406

二、化验室安全知识	414
三、坩埚器皿的使用与维护	416
四、分析天平的使用与维护	418
五、物质的量与单位摩尔	419

附表 9 工业用气体的毒性	426
附表 10 车间空气中有害物质的最高容许浓度	427
附表 11 地面水中有害物质的最高容许浓度	428
附表 12 生活饮用水水质标准	429
附表 13 水质污染物排放标准	429
附表 14 化学试剂适用范围	430
附表 15 计量单位	430
附表 16 国际原子量表 (1985 年)	431

第一篇 成品分析

第一章 烧碱分析

第一节 工业氢氧化钠

一、技术要求与检验规则^①

1. 技术要求

(1) 外观 工业用固体氢氧化钠为白色、有光泽、允许微带颜色。

(2) 工业用固体氢氧化钠（包括片碱）应符合表 1-1 要求。

表 1-1 固体氢氧化钠质量标准

项 目		指 标								
		水银法			苛化法			隔膜法		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
氢氧化钠, %	≥	99.5	99.5	99.0	97.0	97.0	96.0	96.0	96.0	95.0
碳酸钠, %	≤	0.40	0.45	0.90	1.5	1.7	2.5	1.3	1.4	1.6
氯化钠, %	≤	0.06	0.08	0.15	1.1	1.2	1.4	2.7	2.8	3.2
三氧化二铁, %	≤	0.003	0.004	0.005	0.008	0.01	0.01	0.008	0.01	0.02
钙镁总含量 (以 Ca 计), %	≤	0.01	0.02	0.03	—	—	—	—	—	—
二氧化硅, %	≤	0.02	0.03	0.04	0.50	0.55	0.60			
汞, %	≤	0.0005	0.0005	0.0015	—	—	—	—	—	—

(3) 工业用液体氢氧化钠应附合表 1-2 要求。

表 1-2 液体氢氧化钠质量标准^①

项 目		指 标										
		水银法			苛化法			隔膜法				
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	I 型			I 型	
								优等品	一等品	合格品	一等品	合格品
氢氧化钠,%	≥	45.0	45.0	42.0	45.0	45.0	42.0	42.0	42.0	42.0	30.0	30.0
碳酸钠,%	≤	0.25	0.30	0.35	1.0	1.1	1.5	0.3	0.4	0.6	0.4	0.6
氯化钠,%	≤	0.03	0.04	0.05	0.70	0.80	1.00	1.6	1.8	2.0	4.7	5.0
三氧化二铁,%	≤	0.002	0.003	0.004	0.02	0.02	0.03	0.004	0.007	0.01	0.005	0.01

① 摘自 GB 209—93。