

氮素工业生产的分析檢驗

第五册

蘇聯國立氮素工業研究設計院 編

化学工业出版社

81.13
962
:5

氮素工业生产的分析檢驗

第五册

脫硫(用活性炭)过程的分析檢驗

苏联化学工业部国立氮素工业研究

設計院 (ГИАИ) 編

王立功 管冬声 合譯

31243/25

化学工业出版社

在“氮素工业生产的分析检验”汇编第五册中，详细具体地叙述了合成氨生产中水煤气脱硫(用活性炭)过程中的各项分析检验。对各项分析过程的方法、原理、所用试剂、仪器的装配、分析前的准备工作、分析过程和计算等均做了极为详尽的叙述。

本书可供合成氨厂、氮肥厂分析检验人员用，也可供化工学校固定氮专业的师生作参考需用。

ГИАП
АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ
ПРОИЗВОДСТВА
В АЗОТНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВЫПУСК 5
ГОСХИМИЗДАТ(МОСКВА·1957)

氮素工业生产的分析检验

第五册

王立功 管冬声 合译

化学工业出版社 出版 北京安定门外和平北路

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 新华书店发行

开本：787×1092 公厘 1/32 1959年9月第1版

印张：3²²/₃₂ 1959年9月第1版第1次印刷

字数：79 千字 印数：1—2000

定价：(10) 0.49 元 书号：15063·0525

序 言

本汇编由国立氮素工业研究设计院(ГИАП)分析试验室的研究人员编写, 氮素工业各工厂中央试验室工作人员也参加了编写工作。

本汇编中收入的是氮素工业生产的标准分析检验法, 这些分析检验法是由各工厂试验室、氮素工业研究设计院分析试验室及氮素工业研究设计院其他各试验室制定并在实际工作中验证过的。

第五册所载的是用活性炭对水煤气、半水煤气进行脱硫的过程中所用的各项分析检验法。

目 录

序 言	4
气 体 分 析	
工艺气体分析	5
脱硫前后水煤气、半水煤气中硫化氢含量的测定	5
氨含量的测定	9
氧含量的测定	11
水分含量的测定	16
有机硫化物含量的测定	22
氧化法	22
转化法	27
气体中含尘量的测定	30
氧气的分析	47
氧气纯度的测定	47
设备吹净后气体和空气的分析	50
可燃性杂质含量的测定	50
用带缓慢燃烧瓶的仪器测定	50
用ПГФ-11—54型分析器分析	54
全套仪器	54
用于吹洗吸附器的氮气的分析	63
氧含量的测定	63
含氧量低于0.1%时的测定	65
含氧量高于0.1%时的测定	68
溶 液 分 析	
貯槽溶液、吸附器洗涤水与通蒸汽后吸附器内凝液的分析	70
多硫化物(溶解硫)含量的测定	70
“游离”氨含量的测定	71
“固定”氨含量的测定	72
硫化氢含量的测定	74
二氧化碳含量的测定	75

01584

气体体积测定法	75
液量滴定法	77
比重的测定	79
吹出气的洗涤器内循环水和脱硫器与澄清坑中废水的分析	79
“游离”氨含量的测定	79
“固定”氨含量的测定	80
硫化氢含量的测定	81
多硫化物(溶解硫)含量的测定	82
貯槽氨水的分析	82
比重的测定	82
氨含量的测定	83
硫酸铵溶液的分析	84
硫酸铵含量的测定	84
氯化钙溶液的分析	85
氯化钙含量的测定	85
不溶物的测定	87
炼焦含苯氨水的分析	87
比重的测定	87
总含氨量的测定	89
硫化氢含量的测定	90
挥发性氨的测定	91
二氧化碳含量的计算	92
有机杂质含量的测定	95
冷凝液的分析	95
总碱度的测定	95
硬度的测定	96
油酸盐法	97
氨络合剂量法	99
氯化物含量的测定	105
硫化氢的定性检查	107
由冷却器出来的水的分析	107
硫化氢定性检查	108
氨的定性检查	108

硫 的 分 析

水分含量的测定	109
灰渣含量的测定	109
含铁杂质含量的测定	110

活性炭的分析

对硫吸附能力的测定	112
水分含量的测定	113
灰分含量的测定	114
假比重的测定	115

附 录

将气体体积换算为标准状况下体积的图表

目 录

序 言	4
-----	---

气 体 分 析

工艺气体分析	5
脱硫前后水煤气、半水煤气中硫化氢含量的测定	5
氨含量的测定	9
氧含量的测定	11
水分含量的测定	16
有机硫化物含量的测定	22
氧化法	22
转化法	27
气体中含尘量的测定	30
氧气的分析	47
氧气纯度的测定	47
设备吹净后气体和空气的分析	50
可燃性杂质含量的测定	50
用带缓慢燃烧瓶的仪器测定	50
用ПГФ-11—54型分析器分析	54
全套仪器	54
用于吹洗吸附器的氮气的分析	63
氧含量的测定	63
含氧量低于0.1%时的测定	65
含氧量高于0.1%时的测定	68

溶 液 分 析

貯槽溶液、吸附器洗涤水与通蒸汽后吸附器内凝液的分析	70
多硫化物(溶解硫)含量的测定	70
“游离”氨含量的测定	71
“固定”氨含量的测定	72
硫化氢含量的测定	74
二氧化碳含量的测定	75

01584

气体体积测定法	75
液量滴定法	77
比重的测定	79
吹出气的洗涤器内循环水和脱硫器与澄清坑中废水的分析	79
“游离”氨含量的测定	79
“固定”氨含量的测定	80
硫化氢含量的测定	81
多硫化物(溶解硫)含量的测定	82
貯槽氨水的分析	82
比重的测定	82
氨含量的测定	83
硫酸铵溶液的分析	84
硫酸铵含量的测定	84
氯化钙溶液的分析	85
氯化钙含量的测定	85
不溶物的测定	87
炼焦含苯氨水的分析	87
比重的测定	87
总含氨量的测定	89
硫化氢含量的测定	90
挥发性氨的测定	91
二氧化碳含量的计算	92
有机杂质含量的测定	95
冷凝液的分析	95
总碱度的测定	95
硬度的测定	96
油酸盐法	97
氨络合剂量法	99
氯化物含量的测定	105
硫化氢的定性检查	107
由冷却器出来的水的分析	107
硫化氢定性检查	108
氨的定性检查	108

硫 的 分 析

水分含量的测定	109
灰渣含量的测定	109
含铁杂质含量的测定	110

活性炭的分析

对硫吸附能力的测定	112
水分含量的测定	113
灰分含量的测定	114
假比重的测定	115

附 录

将气体体积换算为标准状况下体积的图表

序 言

本汇编由国立氮素工业研究设计院(ГИАП)分析试验室的研究人员编写, 氮素工业各工厂中央试验室工作人员也参加了编写工作。

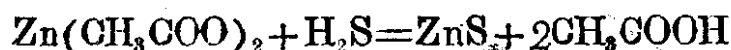
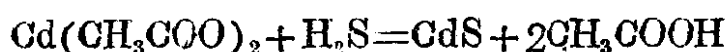
本汇编中收入的是氮素工业生产的标准分析检验法, 这些分析检验法是由各工厂试验室、氮素工业研究设计院分析试验室及氮素工业研究设计院其他各试验室制定并在实际工作中验证过的。

第五册所载的是用活性炭对水煤气、半水煤气进行脱硫的过程中所用的各项分析检验法。

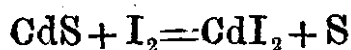
工艺气体分析

脱硫前后水煤气、半水煤气中硫化氢含量的测定

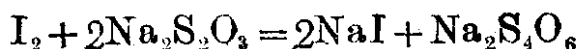
方法原理 用醋酸镉或醋酸锌溶液吸收硫化氢：



生成的硫化物沉淀在酸性介质中用碘的滴定溶液处理：



碘使硫化物氧化，过剩的碘用硫代硫酸钠溶液滴定：



当气体中硫化氢的含量在20~30毫克/米³到15~20克/米³时采用此法。

试剂

醋酸镉或醋酸锌，2%的溶液，加醋酸使之呈酸性反映（1升溶液中加入10毫升冰醋酸）。

碘，0.1N或0.01N溶液。

硫代硫酸钠，0.1N或0.01N溶液。

淀粉——指示剂。

仪器

测定气体中硫化氢含量的仪器（见图1）由两个容积均为200毫升的吸收瓶1和一个吸气瓶2组成。吸气瓶的作用是造成吸力使气体通过吸收瓶，并测量通过的气体体积。吸气瓶上装有温度表5和U形水管式气压计4。

吸气瓶的容积，为 5~20 升，随测定时通过的气量而定。

当气体中硫化氢含量高时，通过的气体体积按从吸气瓶中流出的水的体积计算；当硫化氢的含量低时，通过仪器的气体必需很多，此时用气表测量。

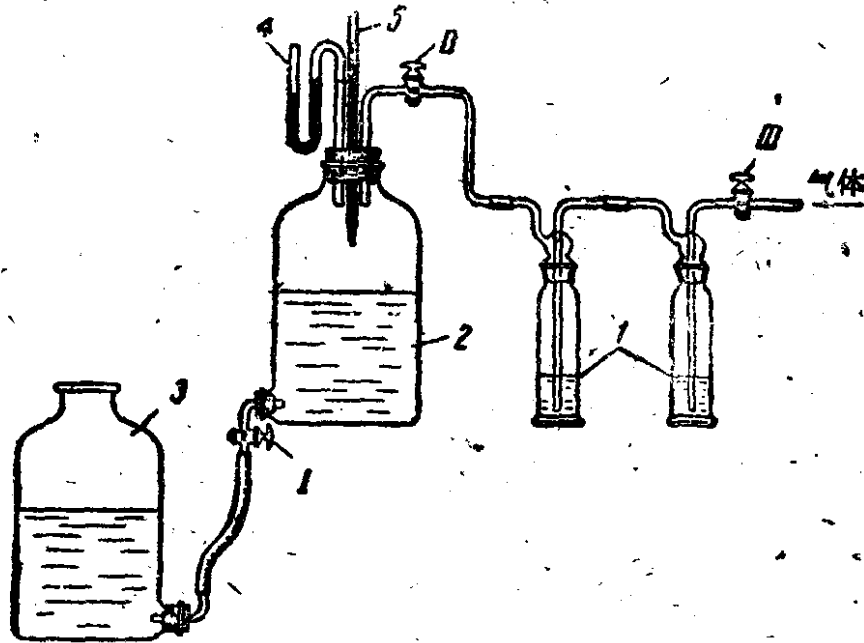


图 1 测量气体中硫化氢含量的仪器流程图

1—吸收瓶；2、3—吸气瓶；4—气压计；5—温度表；I、II、III—旋塞

分析过程

往吸收瓶 1 内注入 2% 的醋酸镉或醋酸锌溶液，每个吸收瓶中注入 50 毫升。用橡皮管把两只吸收瓶连接起来。然后把气体经过的第二个吸收瓶与吸气瓶 2 连接起来。吸气瓶 2 内预先充满水，水面达到瓶塞。这样仪器便算装好了。然后关闭旋塞 III 及气压计，打开旋塞 II 及 I，以检查仪器的气密度。如果仪器的气密度良好，则经过几分钟后吸气瓶内的水便不再流出。

将气体通过的第一个吸收瓶与被分析气体的采样管相连。在连接前该采样管应先用被分析的气体吹洗。

令被分析的气体先后通过两只吸收瓶，调节旋塞 1，以控

制气体流速,使其通过的速度为5~10升/小时。此时必须注意使气压计两端的水面高度相等。通过的气量根据气体中硫化氢的含量多寡而定,要在下一步使硫化物氧化时用的碘溶液(0.1N或0.01N)量约为10毫升。一般未脱硫的气体通过吸收瓶的气量约为2升,脱硫后通过吸收瓶的气体为30升。

把通过的气体体积记录下来,根据温度表记录气体温度,按气压计记录大气压力。

此时,在吸收瓶内的溶液中有沉淀物出现,在不断的搅拌下向溶液内注入过量碘溶液:如果分析的是未脱硫的气体,则注入0.1N碘溶液;如果分析的是已脱硫的气体,则注入0.01N碘溶液。然后把吸收瓶盖好,放置数分钟并不时进行搅拌,直到沉淀的硫化物完全溶解为止。

为了减少碘的损失量,最好把瓶子浸在冷水中,在夏季进行分析时这一点特别重要。

过量的碘溶液量通常为20~25毫升。这些过量的碘溶液用0.1N或0.01N的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定,所用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的浓度要与所用碘溶液浓度相同。滴定过程快要结束时,即溶液开始变为淡黄色时,加入淀粉做为指示剂。继续进行滴定,直到溶液的颜色完全消失时为止。

计算

未脱硫的气体中硫化氢的含量可以用体积的百分数(X_1)或克/米³(X_2)来表示, (X_1)和(X_2)分别按下列公式计算:

$$x_1 = \frac{(a \times K - b \times K_1) \times 1.11 \times 100}{1000 \times V \times f}$$

$$= \frac{(a \times K - b \times K_1) \times 0.111}{V \times f}$$

$$x_2 = \frac{(a \times K - b \times K_1) \times 0.0017 \times 1000}{V \times f}$$

$$= \frac{(a \times K - b \times K_1) \times 1.7}{V \times f}$$

- 式中 a ——分析过程中用去的0.1N碘溶液的体积，毫升；
 b ——滴定过量碘溶液用去的0.1N硫代硫酸钠溶液的体积，毫升；
 K 及 K_1 ——分别将碘溶液及硫代硫酸钠溶液折合成恰为0.1N的系数；
 1.11——与1毫升0.1N碘溶液相当的硫化氢的体积，毫升；
 0.0017——与1毫升0.1N碘溶液相当的硫化氢量，克；
 V ——通过的气体体积，升；
 f ——把气体的体积折合成标准状态下体积的系数（用图解法求出，见附录）。

脱硫后气体中硫化氢的含量可以用毫克/米³ (X_3) 或毫升/米³ (X_4) (百万分之一) 表示，(X_3)和(X_4) 分别按下列公式计算：

$$x_3 = \frac{(c \times K_2 - d \times K_3) \times 0.17 \times 1000}{V \times f}$$

$$= \frac{(c \times K_2 - d \times K_3) \times 170}{V \times f}$$

$$x_4 = \frac{(c \times K_2 - d \times K_3) \times 0.111 \times 1000}{V \times f}$$

$$= \frac{(c \times K_2 - d \times K_3) \times 111}{V \times f}$$

- 式中 c ——分析中用去的0.01N碘溶液的体积，毫升；
 d ——滴定过量碘时用去的0.01N硫代硫酸钠溶液的体积，毫升；
 K_2 及 K_3 ——分别将碘溶液及硫代硫酸钠溶液换算成精确的0.01N的系数；

0.17——相当于 1 毫升 0.01N 碘溶液的硫化氢的重量，毫克；

0.111——相当于 1 毫升 0.01N 碘溶液的硫化氢的体积，毫升；

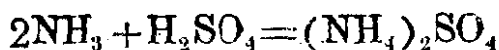
V ——通过的气体体积，升；

f ——将气体体积换算为标准状态下体积的系数（由图解法求得，见附录）。

注：当气体中硫化氢的浓度非常小时，最好对吸收硫化氢的醋酸铜或醋酸锌溶液进行检验性滴定。如果滴定时用去一些碘溶液，则进行计算时应适当加以修正。

氨含量的测定

方法原理 用标准硫酸滴定溶液吸收气体中之氨：



以甲基橙为指示剂，用碱溶液滴定过量的硫酸，根据通过的气体体积及与氨化合的硫酸体积计算气体中氨的含量。

试剂

硫酸，0.1N 溶液。

苛性钠，0.1N 溶液。

甲基橙，指示剂。

仪器 测定气体中含氨量的仪器流程如图 2 所示。

测定过程

向容积为 250 毫升的吸收瓶 1 内注入 25 毫升 0.1N 的硫酸溶液，并滴入 3~4 滴甲基橙做为指示剂，然后注入蒸馏水约 100 毫升，并把吸收瓶盖好。用橡皮管将插在吸收瓶内的、几乎触到瓶底的管子与气体取样管上的旋塞 1 相连（在连接前先用被分析的气体吹洗取样管）；吸收瓶的第二根管子与煤气表或流量计相连。使气体在 6~8 小时内，以不高于 10 升/时的速度

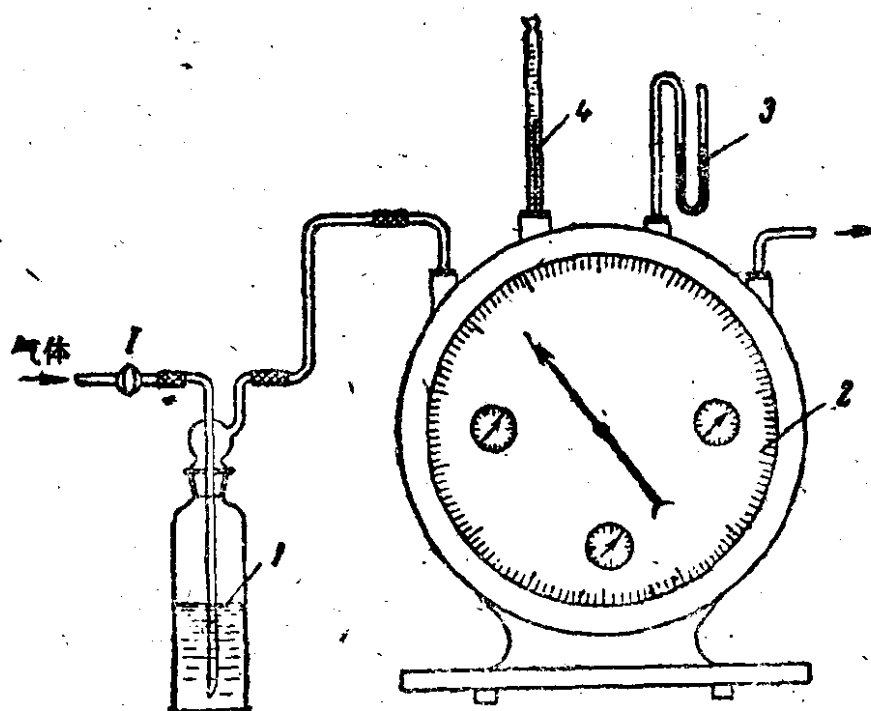


图 2 测定气体中含氨量的仪器流程

1—吸收瓶；2—气表；3—水管气压计；4—温度计；I—旋塞

过吸收瓶。吸收过程结束后，把通过的气体体积、气体温度（插在气表内的温度计所表示的温度）和气压计所表示的大气压力记录下来。然后把吸收瓶与其他仪器分开，打开瓶盖，用蒸馏水清洗长管的端部，用0.1N的NaOH溶液滴定吸收瓶内的溶液，直到溶液的颜色由粉红色变为黄色为止。

计算

气体中以克/米³表示的氨含量(x)按下式计算：

$$x = \frac{(25 \times K - a \times K_1) \times 0.0017 \times 1000}{V \times f}$$

式中 a ——滴定时用去的0.1N的NaOH溶液的体积，毫升；

K 及 K_1 ——分别将 H_2SO_4 溶液及 NaOH 溶液换算为精确0.1N的系数；

0.0017——相当于1毫升0.1N H_2SO_4 溶液的氨之重量，克；

V ——分析的气体体积，升；