

氮素工業生产的分析檢驗

第 一 册

苏联国立氮素工業研究設計院編

化学工業出版社

氮素工業生产的分析檢驗

第一冊

310243/21

煤气發生爐車間、一氧化碳变换工段、
水洗工段和銅洗工段的檢驗

苏联化学工業部国立氮素工業研究設計院(ГИАП)編

管冬声 等譯

傅宪謨 校

化学工业出版社

簡 介

在“氮素工業生产的分析檢驗”彙編的第一冊中，詳細地敘述了煤氣發生爐車間、一氧化碳變換工段、水洗工段、銅洗工段中生產過程的檢驗。

本書供氮素工業，主要是氮肥廠中分析檢驗人員用，也可以供化工學校固定氮專業的師生作參考書用。

本書由化學工業部管冬聲、張鴻賓、王立功、劉文珍、史仲蓉合譯，傅亮謨校。

ГИАП
АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ
ПРОИЗВОДСТВА
В АЗОТНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВЫПУСК 1

ГОСХИМИЗДАТ(МОСКВА • 1956)

氮素工業生产的分析檢驗

第 一 冊

管冬聲等譯 傅亮謨校

化學工業出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市書刊出版業營業許可證出字第092號

北京市印刷一廠印刷 新華書店發行

開本: 787×1092 1/32	1958年9月第1版
印張: 5 插頁: 2	1958年9月第1次印刷
字數: 105千字	印數: 1—4,528
定價: (10)0.85元	書號: 15063•0220

序 言

本彙編系在氮气工業总局(Главазот)的工厂中央試驗室的参加下由国立氮素工業科学研究設計院(ГИАП)分析試驗室的研究人員編著。其中包括工厂試驗室、ГИАП 分析試驗室及其他試驗室制定的和校核过的氮素工業中生产檢驗的統一方法, 以及根据文献資料彙編的方法。

第一冊載有工艺气体的生产及其淨制部分各个工序的分析檢驗方法。

以后各冊將分別叙述氮素工業的其他主要工層的檢驗。

目 录

序言.....	4
---------	---

气 体 分 析

半水煤气、原料气、变换气和水洗后气体的一般分析.....	5
用 ГИАП 型仪器分析气体.....	5
用带有爆燃球管的仪器分析气体.....	17
原料气、变换气和水洗后气体中的二氧化碳、氧和一氧化碳含量的测定...	27
半水煤气和水洗前后的变换气中的二氧化碳含量的测定.....	29
半水煤气、原料气、变换气和水洗后气体中的少量甲烷的测定.....	29
半水煤气、原料气、变换气和 K 洗后的气体中少量氧的测定.....	44
比色测定法.....	44
氧浓度超过 0.1% 时的测定.....	49
半连续式测定法.....	50
半水煤气中的硫化氢含量的测定.....	54
变换前气体（原料气）中的硫化氢含量的测定.....	56
变换气和膨胀气中的硫化氢含量的测定.....	58
水洗后气体中的硫化氢含量的测定.....	59
半水煤气中的二氧化硫含量的测定.....	62
半水煤气、原料气和变换气中的有机硫化物含量的测定.....	64
氧化测定法.....	64
用氧化成硫化氢法的测定.....	68
用氧化成硫酸法测定.....	71
半水煤气、原料气和变换气中的含尘量的测定.....	74
在洗涤塔和雾沫捕集器后的气体的含尘量的测定.....	89
一氧化碳变换工段蒸汽-煤气混合气中蒸汽和煤气比例的测定.....	91
冷凝法测定.....	91
烧瓶法测定.....	92
煤气发生车间氧-空气混合气中氧含量的测定.....	94
送往变换炉升温用气体含氧量的测定.....	97
铜氨液再生过程气体中含氨量的测定.....	100
吸气器取样测定法.....	100

真空瓶取样测定法.....	102
在空气中或从设备吹出的气体中可燃性杂质含量的测定.....	104
用带有缓慢燃烧瓶的仪器测定.....	104

水及溶液的分析

鍋爐用水及煤氣發生爐車間鍋爐水的分析.....	108
总碱度的测定.....	108
硬度的测定.....	109
油酸鹽分析法.....	109
羧基絡合劑量法.....	112
氟化物含量的测定.....	116
溶解氧含量的测定.....	118
比色法.....	118
碘量滴定法.....	127
干燥殘渣的测定.....	129
灼燒殘渣的测定.....	130
磷酸鹽含量的测定.....	131
光度比色法.....	131
目測法.....	133
在一氧化碳变换工段塔的循环水中氫氧化鈉、碳酸鈉和碳酸氫鈉含量 的测定.....	135
一氧化碳变换工段中冷凝水的分析.....	137
油含量的测定.....	137
定性分析.....	137
重量法.....	138
螢光法.....	139
气体的水洗和銅洗工段中的新鮮水和循环水的分析.....	142
二氧化碳含量的测定.....	142
硫化氫含量的测定.....	144
在銅洗工段內的銅氨液的分析.....	145
二价銅含量的测定.....	146
一价銅和銅的总含量的测定.....	147
甲酸含量的测定.....	149

碳酸鹽含量的測定·····	151
氮含量的測定·····	153
銅洗工段中新製備的鹼液和廢鹼液的分析·····	154
新製備鹼液中氫氧化鈉和碳酸鈉含量的分析·····	154
廢鹼液中碳酸鈉和碳酸氫鈉含量的測定·····	156
在廢苛性鹼溶液中銅含量的測定·····	157
光度比色法·····	158
目測法·····	160
在銅洗工段中水和冷凝液的分析·····	161
銅含量的測定·····	161
氮含量的測定·····	164
鹼量滴定法·····	164
比色法·····	165
附錄 I. 標準狀況下氣體體積換算圖表·····	168
附錄 II. 設備圖·····	169
附錄 III. ·····	182

目 录

序言.....	4
---------	---

气 体 分 析

半水煤气、原料气、变换气和水洗后气体的一般分析.....	5
用 ГИАП 型仪器分析气体.....	5
用带有爆燃球管的仪器分析气体.....	17
原料气、变换气和水洗后气体中的二氧化碳、氧和一氧化碳含量的测定...	27
半水煤气和水洗前后的变换气中的二氧化碳含量的测定.....	29
半水煤气、原料气、变换气和水洗后气体中的少量甲烷的测定.....	29
半水煤气、原料气、变换气和 K 洗后的气体中少量氧的测定.....	44
比色测定法.....	44
氧浓度超过 0.1% 时的测定.....	49
半连续式测定法.....	50
半水煤气中的硫化氢含量的测定.....	54
变换前气体（原料气）中的硫化氢含量的测定.....	56
变换气和膨胀气中的硫化氢含量的测定.....	58
水洗后气体中的硫化氢含量的测定.....	59
半水煤气中的二氧化硫含量的测定.....	62
半水煤气、原料气和变换气中的有机硫化物含量的测定.....	64
氧化测定法.....	64
用氧化成硫化氢法的测定.....	68
测定中的水份含量的测定.....	71
半水煤气、原料气和变换气中的含尘量的测定.....	74
在洗涤塔和雾沫捕集器后的气体的含尘量的测定.....	89
一氧化碳变换工段蒸汽-煤气混合气中蒸汽和煤气比例的测定.....	91
冷凝法测定.....	91
烧瓶法测定.....	92
煤气发生车间氧-空气混合气中氧含量的测定.....	94
送往变换炉升温用气体含氧量的测定.....	97
铜氨液再生过程气体中含氨量的测定.....	100
吸气器取样测定法.....	100

真空瓶取样测定法	102
在空气中或从设备吹出的气体中可燃性杂质含量的测定	104
用带有缓慢燃烧瓶的仪器测定	104

水及溶液的分析

鍋爐用水及煤氣發生爐車間鍋爐水的分析	108
总碱度的测定	108
硬度的测定	109
油酸鹽分析法	109
羧基絡合劑量法	112
氟化物含量的测定	116
溶解氧含量的测定	118
比色法	118
碘量滴定法	127
干燥殘渣的测定	129
灼燒殘渣的测定	130
磷酸鹽含量的测定	131
光度比色法	131
目測法	133
在一氧化碳变换工段塔的循环水中氫氧化鈉、碳酸鈉和碳酸氫鈉含量的测定	135
一氧化碳变换工段中冷凝水的分析	137
油含量的测定	137
定性分析	137
重量法	138
螢光法	139
气体的水洗和銅洗工段中的新鮮水和循环水的分析	142
二氧化碳含量的测定	142
硫化氫含量的测定	144
在銅洗工段內的銅氨液的分析	145
二价銅含量的测定	146
一价銅和銅的总含量的测定	147
甲酸含量的测定	149

碳酸鹽含量的測定·····	151
氮含量的測定·····	153
銅洗工段中新製備的鹼液和廢鹼液的分析·····	154
新製備鹼液中氫氧化鈉和碳酸鈉含量的分析·····	154
廢鹼液中碳酸鈉和碳酸氫鈉含量的測定·····	156
在廢苛性鹼溶液中銅含量的測定·····	157
光度比色法·····	158
目測法·····	160
在銅洗工段中水和冷凝液的分析·····	161
銅含量的測定·····	161
氮含量的測定·····	164
鹼量滴定法·····	164
比色法·····	165
附錄 I. 標準狀況下氣體體積換算圖表·····	168
附錄 II. 設備圖·····	169
附錄 III. ·····	182

序 言

本彙編系在氮气工業总局(Главазот)的工厂中央試驗室的参加下由国立氮素工業科学研究設計院(ГИАП)分析試驗室的研究人員編著。其中包括工厂試驗室、ГИАП 分析試驗室及其他試驗室制定的和校核过的氮素工業中生产檢驗的統一方法, 以及根据文献資料彙編的方法。

第一冊載有工艺气体的生产及其淨制部分各个工序的分析檢驗方法。

以后各冊將分別叙述氮素工業的其他主要工層的檢驗。

气体分析

半水煤气、原料气、变换气 和水洗后气体的一般分析

用 ГИАП^① 型仪器分析气体

分析方法原理

用适当的吸收液依次吸收二氧化碳、硫化氢、不饱和碳氢化合物、氧和一氧化碳。使氢和甲烷分别在氧化铜上燃烧。

所使用的吸收液如下：

吸收 $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{S}$ —— 用氢氧化钾溶液；

吸收 C_nH_{2n} —— 用硫酸汞溶液或氧化汞的硫酸溶液；

吸收 O_2 —— 用焦性没食子酸碱性溶液；

吸收 CO —— 用含有 β -萘酚的硫酸亚铜硫酸悬浮液。

由吸收和燃烧各个组分前后所减少的混合气的体积算出混合气中各组分的浓度（体积百分数）。

用吸收法测定气体时的测定误差为 0.2~0.3%（绝对值，）
法测定时，测定误差为 0.4~0.6%。因而，如果混合气
组分的含量不大——低于 1%，则用一般的气体分析器
来分析是不够精确的。在此情况下，应当单独取出混合气的试样
来分析该一组分的含量，同时要用专门的方法（见第 29、44
59 页）。

试剂和材料

氢氧化钾，30~35% 的溶液。用来吸收二氧化碳和其他带有酸性的气体。

① ГИАП——苏联国立氮素工业研究设计院（译者）

1 份（重量）固体氫氧化鉀加 2 份（重量）水，靜置 2~3 晝夜，然后將澄清的液体倒入瓶內。

1 体积的氫氧化鉀溶液能吸收 40 体积以下的二氧化碳。

不能用氫氧化鈉溶液，因为吸收 CO_2 时会生成难溶于 NaOH 的碳酸鈉沉淀，它会堵塞吸收瓶的管子。

硫酸汞，用 22% 的硫酸（“分析純”或“純”）配成 22% 的硫酸汞溶液；或**氧化汞**，用 29% 硫酸配成 16% 的氧化汞溶液。用来吸收不飽和碳氫化合物。再于 200 毫升制备好的溶液中加入 96 克硫酸鎂 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ，澄清后將溶液濾出。

1 体积的溶液能吸收 7 体积以下的不飽和碳氫化合物。

焦性沒食子酸 制成焦性沒食子酸的碱性溶液，供吸收氧用。將 10 克焦性沒食子酸加入 30 毫升蒸餾水中，并微微加热使之溶解。將此溶液裝入吸收瓶，加 KOH 溶液稀釋至 200~500 毫升。 KOH 溶液制备法：溶解 3 份（重量）的固体氫氧化鉀于 2 份（重量）的水中（溶解时需連續地攪和），然后將此溶液靜置 2~3 晝夜备用。

在精密分析时（防止空气的影响和封液落入），1 体积的焦性沒食子酸碱性溶液吸收 3 体积以下的氧。

“**焦性沒食子酸 A**”，为吸收氧用的焦性沒食子酸代系制成 5.8% 或 10% 的碱性溶液。

5.8% 的“**焦性沒食子酸 A**”吸收液的制备。取 24 克“**焦性沒食子酸 A**”，放在容积 250 毫升的錐形燒瓶中，加 160 毫升（182 克）21% 的純氫氧化鉀水溶液^①。用軟木塞盖住燒瓶，搖幌至“**焦性沒食子酸 A**”完全溶解为止。然后將制成的溶液冷却至室温，注入气体分析仪器的吸收瓶內，或注入褐色的玻璃管瓶內用瓶塞盖紧。

① 氫氧化鉀溶液的濃度用滴定法測定，碳酸鉀的含量不計算。

10%的“焦性沒食子酸 A”吸收液的制备。称取 44 克“焦性沒食子酸 A”，按照上述方法溶解于 132 毫升（175克）37%的氫氧化鉀水溶液（比重 1.37）中。

將“焦性沒食子酸 A”吸收液置于褐色玻璃瓶內盖紧，或者放在塗有黑漆或裹有厚紙的無色玻璃瓶中。如果長期將“焦性沒食子酸 A”溶液存放在吸收瓶內，則应防止它与空气和光綫接触。

測定空气中的氧时，各次分析所做的測定次数差別不超过 9~10 次的情况下，可以用 170 毫升 5.8 % 的“焦性沒食子酸 A”。溶液进行至少 50 次分析。

硫酸亞銅和 β -萘酚，制成硫酸悬浮液。用来吸收一氧化碳。

小心地將 200 毫升硫酸（比重 1.84）注入 25 毫升水中。冷却所得的溶液。在瓷研鉢中磨細 20 克干燥的氧化亞銅，加入約 50 毫升制备好的硫酸，仔細研磨混合物，直至均匀为止；然后將其放在有磨砂塞的燒瓶（容积 300 毫升）內，同时用剩余的硫酸冲洗研鉢。然后，慢慢地，一面振盪一面將 25 克研細的 β -萘酚加入燒瓶中。用磨砂塞盖紧燒瓶。在使用前放置 1~2 晝夜（定期振盪）。

制成的悬浮液必須防止与空气接触。

1 体积悬浮液吸收 5 体积以下的一氧化碳。

粒狀氧化銅（ГОСТ 4468—48），1.5~2 毫米的小塊；或**活性氧化銅**。用来燃燒氫和饱和碳氫化合物。

活性氧化銅的制备。將 99 份（重量）的氧化銅和 1 份（重量）的氧化鐵混合。于 80 克制得的混合物中加 20 克高嶺土（格路霍沃[Глухово]或普罗裏那亞[Проряная]出产的），并注入 17~18 毫升蒸餾水。把混合物研細成糊，然后塑成直徑 1.5~2 毫米的綫狀物。使制得的綫先在室溫下干燥 10 小时，然后放在干燥箱內干燥 6~8 小时（溫度逐漸升高到 200°C）。最后在 600°C

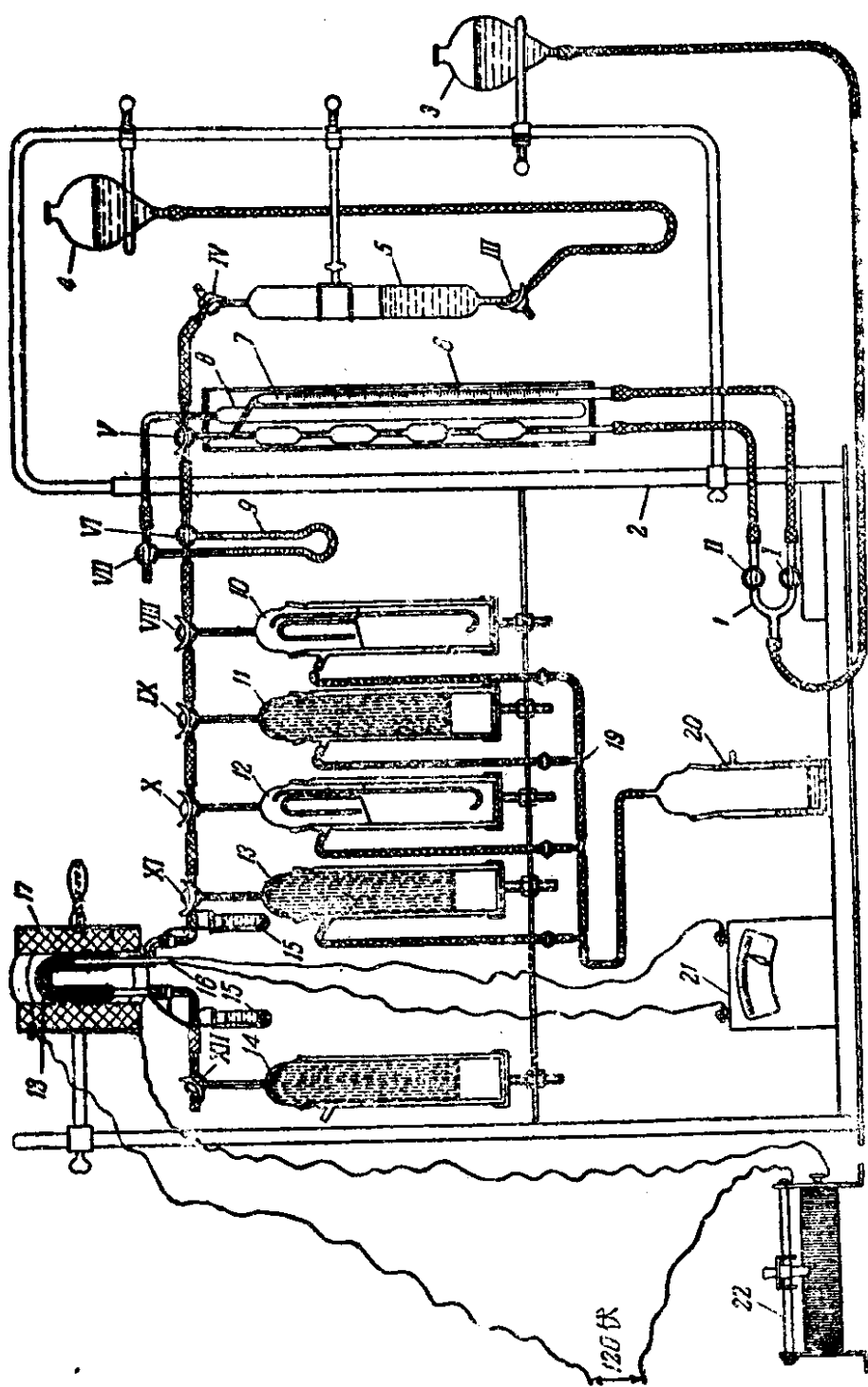


圖 1 氣體一般分析用的 ГИАП 型儀器圖

1—帶兩個旋塞的玻璃叉管；2—金屬架；3、4—水准瓶；5—氣樣瓶；6—玻璃套；7—雙管式氣量管；8—補償管；9—水壓計；10、11、12、13、14—吸收瓶；15—裝有水的試管；16—熱電偶；17—電爐；18—U形管；19—梳形管；20—封密瓶；21—電流計；22—變阻器；I～XII—旋塞

下灼燒；打碎并篩去粉末和灰塵。使用 1.5~2 毫米的碎塊。

硫酸鈉，在 16°C 下飽和了的、用硫酸酸化了的的水溶液；用作充填量管、水准瓶和气体取样管的封液。

將 200 克硫酸鈉溶解于 800 毫升蒸餾水和 40 毫升硫酸（比重 1.84）組成的混合液中。用指示剂甲基橙將溶液着色。制成的溶液应为在 16°C 下飽和了的溶液。

汞，在进行仲裁分析和实验工作时用金屬汞做封液。这时必須在量管中的汞的上面放一薄層（0.1~0.2 毫米）蒸餾水，以避免在气体从吸收瓶中的濃溶液通过时因吸收水蒸汽而發生的誤差。

甲基橙，用来使封液和压力計中的水着色的指示剂。

蒸餾水，制备溶液用。

脫水羊毛脂，用来潤滑旋塞和磨口。

純氮，用来排除仪器中的空气和稀釋气体試样。

仪 器

进行气体的一般分析可用 ГИАП 型仪器^①（圖 1）。仪器的主要另件是：双管式气量管 7（見附录 II，圖 1）、吸收瓶 10、11、12、13、14 以及裝有燃燒氫和飽和碳氫化合物用氧化銅的 U 形管。

仪器中使用的是 ВТИ 型量管，量管的上部鐮刀形旋塞 V。右部量管（容积 20 毫升）上有刻度，每一刻度的值为 0.05 毫升，左部量管（容积 80 毫升）有 20、40、60 和 80 毫升的刻度（精确度达 0.05 毫升）^②。量管放在裝有水的玻璃套 6 中。仪器的五个吸收瓶中有两个（10 和 12）是 ГИАИ-1 型的（見附录 II，圖 2），两个（11 和 14）是 ГИАИ-3 型的（見附

① 制造仪器上各个另件的施工圖見附录 II（見第 169 頁）。

② 如果使用非成套制造的仪器时，必須直接由旋塞 V 开始仔細地刻上量管的刻度。

录II, 圖3), 一个(13)是 ГИАП-3 型的或是帶有閥的(見附录II, 圖4)。每个吸收瓶都是由两个同心玻璃筒組成的, 兩筒上部的連接处是磨砂的。

ГИАП-1 型吸收瓶的內筒里裝有兩根弯曲的管子, 用来使气体通过吸收液鼓泡冒出。ГИАП-3 型吸收瓶的內筒里裝滿了玻璃管, 玻璃管放在自由嵌入瓶內的螺旋狀隔板上, 隔板用玻璃梢固定在瓶中(玻璃梢插入專門的孔中并折弯成 90°)。瓶上有閥, 气体在瓶的內筒里沿着管子进入液体, 管子的下部裝有帶許多孔的球狀扩散头。

为了使吸收瓶 10、11、12、13 里的溶液和空气隔离, 吸收瓶的外筒用梳形管 19 与裝有碱液的封閉瓶 20 (見附录 II, 圖 15) 連接起来, 或与橡皮气囊相連。

在分析时因为压力和温度發生变化, 被分析的气体的体积也發生变化, 为了补偿起見在量管的水套中裝有从下面連接的补偿管 8 (附录II, 圖5)。补偿管 8 通过旋塞 VI、VII 和 水压計 9 (附录II, 圖6)、量管 7 連接。用电爐 17 (附录II, 圖8) 分別加热燃燒氫用的和燃燒飽和碳氢化合物时用的石英管 (附录II, 圖7)。电爐有兩根用鎳鉻繞制的、繞在瓷桿上的加热螺旋綫。根据所要求的温度 ($260 \sim 280^\circ\text{C}$ 或 $600 \sim 800^\circ\text{C}$), 可利用裝在爐外壳上的双投閘刀开关將螺旋綫串联或并联。

爐的温度用滑动变阻器 22 或實驗室自耦变压器調节。用插入石英管套筒里的热电偶 16 控制温度。

仪器的另件固定在能拆卸的金屬架 2 (見附录 II, 圖 9~12) 上。可以根据吸收瓶的数目多少来移动橫支撐, 这样就很容易地变更架子的寬度。

分析前仪器的准备, 把全部玻璃另件都安裝在金屬架 2 上 (見圖 1)。用适当直徑的彈性真空橡皮管將活塞 I、VI、VIII、IX、X、XI 和 XII 与石英管联接起来(預先用氧化