

氮素工业生产的分析檢驗

第 二 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

2:1

氮素工业生产的分析檢驗

第二册

2403.95.52 硝酸銨生产的檢驗

苏联化学工业部国立氮素工业研究設計院(ГИАИ)編

郭昌烜 杨同璋 史仲蓉 合譯

傅宪謨 校

化学工业出版社

在“氮素工业生产的分析检验”汇编第二册中详细地叙述了硝酸铵生产的检验方法。

本书可供生产硝酸铵工厂的分析实验室工作人员使用，也可供化工学院和中等专业学校的师生参考。

ГИАИ
АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ
ПРОИЗВОДСТВА
В АЗОТНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВЫПУСК 2

ГОСХИМИЗДАТ (МОСКВА, 1956)

氮素工业生产的分析检验

第二册

郭昌烜 楊同璋 史仲蓉 合译

傅先謨 校

化学工业出版社 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5月第1版 |
| 印张: 3 $\frac{10}{32}$ | 1959年5月第1版第1次印刷 |
| 字数: 74千字 | 印数: 1-3500 |
| 定价: (10) 0.50元 | 书号: 15063·0474 |

序 言

本汇编系国立氮素工业研究设计院(ГИАИ)分析室在氮素工业管理总局各厂中央试验室的参与下编写成的。载入本汇编的方法,有的是工厂试验室、ГИАИ分析室及其他试验室制订并校验过的、氮素工业生产检验的各种统一方法,还有的是根据文献资料编写的。

第二册所载的是硝酸铵生产的分析检验方法。

目 录

| | |
|------------------------------|----|
| 序 言 | 4 |
| 硝酸的分析 | 5 |
| HNO ₃ 浓度的测定 | 5 |
| 比重法测定 | 5 |
| 滴定法测定 | 7 |
| 氮氧化物的测定 | 8 |
| 气态氨的分析 | 9 |
| 惰性气体的测定 | 9 |
| 浓度小于 1 % 时的测定法 | 9 |
| 浓度大于 1 % 时的测定法 | 13 |
| 用量气管测定 | 15 |
| 油的测定 | 17 |
| 荧光法定量测定 | 17 |
| 定性分析 | 22 |
| 氨水的分析 | 22 |
| 氨的测定 | 22 |
| 比重法测定 | 22 |
| 滴定法测定 | 24 |
| 貯槽气和吹出气的分析 | 25 |
| 氨的测定 | 25 |
| 烧瓶吹气法测定 | 25 |
| 酸吸收法测定 | 27 |
| 硝酸提取物的分析 | 29 |
| 鈣和鎂的测定 | 29 |
| 硝酸和磷酸盐的测定 | 31 |
| 硝酸鈹溶液的分析 | 33 |
| 溶液之酸度或碱度的测定 | 33 |
| 鈣和鎂的测定 | 34 |

| | |
|---------------------------|----|
| 溶液浓度之测定 | 35 |
| 比重法测定 | 35 |
| 福尔马林法测定 | 36 |
| 油的测定 | 43 |
| 重量法测定 | 43 |
| 荧光法定量测定 | 44 |
| 定性分析 | 45 |
| 硝酸铵熔融液的分析 | 45 |
| 酸度的测定 | 45 |
| 熔融液浓度的测定 | 46 |
| 按凝固点测定 | 46 |
| 按水分含量测定 | 51 |
| 二次蒸汽冷凝液的分析 | 55 |
| 硝酸或氨的测定 | 56 |
| 硝酸铵的测定 | 57 |
| 气压冷凝器水的分析 | 58 |
| 氨或硝酸和硝酸铵的测定 | 59 |
| 蒸汽冷凝液的分析 | 61 |
| 氨的定性分析 | 62 |
| 氨的比色测定 | 62 |
| 光电比色法测定 | 62 |
| 目测法 | 63 |
| 冷凝器、洗涤器中水、循环水及污水的分析 | 64 |
| 中和器、洗涤器及其他设备排出气体的分析 | 64 |
| 氨或硝酸的测定 | 64 |
| 硝酸铵的测定 | 66 |
| 成品的分析 | 67 |
| 硝酸铵的测定 | 68 |
| 水分的测定 | 70 |
| 干燥法测定 | 70 |
| 碘吡啶法测定 | 70 |

| | |
|------------------------------|----|
| 酸鹼性的測定 | 72 |
| 不溶物的測定 | 73 |
| 油的測定 | 74 |
| 重量法測定 | 74 |
| 螢光法測定 | 76 |
| 鈣和鎂的測定 | 76 |
| 酸提取物中磷酸鹽的測定 | 77 |
| 容量法測定 | 77 |
| 比色法測定 | 79 |
| 沉降法測定 | 82 |
| 水提取物中磷酸鹽的測定 | 84 |
| 硝酸銨中鹼性物質含量的計算 | 85 |
| 蒸餾法測定鹼性物質 | 85 |
| 篩分分析 | 88 |
| 由造粒塔出來之空氣的分析 | 89 |
| 生產廠房內空氣的分析 | 91 |
| 相對濕度的測定 | 91 |
| 空氣中和設備吹洗後的氣體中可燃雜質含量的測定 | 92 |
| 用帶有緩慢燃燒瓶的儀器進行的測定 | 92 |
| 附錄 | 95 |
| ИГФ-11—54型可攜氣體分析器使用須知 | 95 |

目 录

| | |
|------------------------------|----|
| 序 言 | 4 |
| 硝酸的分析 | 5 |
| HNO ₃ 浓度的测定 | 5 |
| 比重法测定 | 5 |
| 滴定法测定 | 7 |
| 氮氧化物的测定 | 8 |
| 气态氨的分析 | 9 |
| 惰性气体的测定 | 9 |
| 浓度小于 1 % 时的测定法 | 9 |
| 浓度大于 1 % 时的测定法 | 13 |
| 用量气管测定 | 15 |
| 油的测定 | 17 |
| 荧光法定量测定 | 17 |
| 定性分析 | 22 |
| 氨水的分析 | 22 |
| 氨的测定 | 22 |
| 比重法测定 | 22 |
| 滴定法测定 | 24 |
| 貯槽气和吹出气的分析 | 25 |
| 氨的测定 | 25 |
| 烧瓶吹气法测定 | 25 |
| 酸吸收法测定 | 27 |
| 硝酸提取物的分析 | 29 |
| 鈣和鎂的测定 | 29 |
| 硝酸和磷酸盐的测定 | 31 |
| 硝酸鈹溶液的分析 | 33 |
| 溶液之酸度或碱度的测定 | 33 |
| 鈣和鎂的测定 | 34 |

| | |
|---------------------------|----|
| 溶液浓度之测定 | 35 |
| 比重法测定 | 35 |
| 福尔马林法测定 | 36 |
| 油的测定 | 43 |
| 重量法测定 | 43 |
| 荧光法定量测定 | 44 |
| 定性分析 | 45 |
| 硝酸铵熔融液的分析 | 45 |
| 酸度的测定 | 45 |
| 熔融液浓度的测定 | 46 |
| 按凝固点测定 | 46 |
| 按水分含量测定 | 51 |
| 二次蒸汽冷凝液的分析 | 55 |
| 硝酸或氨的测定 | 56 |
| 硝酸铵的测定 | 57 |
| 气压冷凝器水的分析 | 58 |
| 氨或硝酸和硝酸铵的测定 | 59 |
| 蒸汽冷凝液的分析 | 61 |
| 氨的定性分析 | 62 |
| 氨的比色测定 | 62 |
| 光电比色法测定 | 62 |
| 目测法 | 63 |
| 冷凝器、洗涤器中水、循环水及污水的分析 | 64 |
| 中和器、洗涤器及其他设备排出气体的分析 | 64 |
| 氨或硝酸的测定 | 64 |
| 硝酸铵的测定 | 66 |
| 成品的分析 | 67 |
| 硝酸铵的测定 | 68 |
| 水分的测定 | 70 |
| 干燥法测定 | 70 |
| 碘吡啶法测定 | 70 |

| | |
|------------------------------|----|
| 酸鹼性的測定 | 72 |
| 不溶物的測定 | 73 |
| 油的測定 | 74 |
| 重量法測定 | 74 |
| 螢光法測定 | 76 |
| 鈣和鎂的測定 | 76 |
| 酸提取物中磷酸鹽的測定 | 77 |
| 容量法測定 | 77 |
| 比色法測定 | 79 |
| 沉降法測定 | 82 |
| 水提取物中磷酸鹽的測定 | 84 |
| 硝酸銨中鹼性物質含量的計算 | 85 |
| 蒸餾法測定鹼性物質 | 85 |
| 篩分分析 | 88 |
| 由造粒塔出來之空氣的分析 | 89 |
| 生產廠房內空氣的分析 | 91 |
| 相對濕度的測定 | 91 |
| 空氣中和設備吹洗後的氣體中可燃雜質含量的測定 | 92 |
| 用帶有緩慢燃燒瓶的儀器進行的測定 | 92 |
| 附錄 | 95 |
| ИГФ-11—54型可攜氣體分析器使用須知 | 95 |

序 言

本汇编系国立氮素工业研究设计院(ГИАИ)分析室在氮素工业管理总局各厂中央试验室的参与下编写成的。载入本汇编的方法,有的是工厂试验室、ГИАИ分析室及其他试验室制订并校验过的、氮素工业生产检验的各种统一方法,还有的是根据文献资料编写的。

第二册所载的是硝酸铵生产的分析检验方法。

硝酸的分析

測定硝酸中 HNO_3 的濃度和氮氧化物的含量。

HNO_3 濃度的測定

HNO_3 的濃度用測量酸的比重法測定，或者用滴定法測定。快速近似測定用第一種方法。精確測定用第二種方法。

比重法測定

用比重計測量酸的比重，並從表中查出相應的 HNO_3 濃度。

測定過程

將被測定的酸試樣置入容積為200~250毫升的玻璃或不銹鋼圓筒內，圓筒應事先用同樣的酸洗過。把圓筒放在盤子里，慢慢地將校準過的比重計（刻度值為0.001）和溫度計沉入圓筒內。

在穩定的溫度下，記下比重計（按上部彎液面）和溫度計的讀數。此時必須注意，勿使比重計觸及溫度計和圓筒壁。

計算

將得出的溶液比重的值換算成在溫度為 20°C 時的值。

為此，將測量時的溫度值和 20°C 之間的差數與表1中所注明的每 1°C 的修正數相乘，將所得數值加在測量出的比重值內（若測量時的溫度小於 20°C ，則相減）。從表1中找出相當於所求得的比重的 HNO_3 的含量百分數。

例：在 27°C 時測出的硝酸比重是1.314。其修正數為（見表1）：

$$0.0011 \times (27 - 20) = 0.0077 \approx 0.008$$

20°C 時的比重為：

20°C时硝酸溶液的浓度和比重

表 1

| 比 重, 每 1°C 的 克/厘米 ³ | HNO ₃ 的浓度 修正数 | % | 比 重, 每 1°C 的 克/厘米 ³ | HNO ₃ 的浓度 修正数 | % | 比 重, 每 1°C 的 克/厘米 ³ | HNO ₃ 的浓度 修正数 | % |
|-----------------------------------|--------------------------------|------|-----------------------------------|--------------------------------|------|-----------------------------------|--------------------------------|------|
| 1.240 | 0.0010 | 39.1 | 1.296 | 0.0011 | 47.7 | 1.352 | 0.0013 | 57.2 |
| 1.242 | 0.0010 | 39.4 | 1.298 | 0.0011 | 48.0 | 1.354 | 0.0013 | 57.6 |
| 1.244 | 0.0010 | 39.7 | 1.300 | 0.0011 | 48.4 | 1.356 | 0.0013 | 58.0 |
| 1.246 | 0.0010 | 40.0 | 1.302 | 0.0011 | 48.7 | 1.358 | 0.0013 | 58.4 |
| 1.248 | 0.0010 | 40.3 | 1.304 | 0.0011 | 49.0 | 1.360 | 0.0013 | 58.8 |
| 1.250 | 0.0011 | 40.6 | 1.306 | 0.0011 | 49.3 | 1.362 | 0.0013 | 59.1 |
| 1.252 | 0.0011 | 40.9 | 1.308 | 0.0011 | 49.6 | 1.364 | 0.0013 | 59.4 |
| 1.254 | 0.0011 | 41.2 | 1.310 | 0.0011 | 50.0 | 1.366 | 0.0013 | 59.8 |
| 1.256 | 0.0011 | 41.5 | 1.312 | 0.0011 | 50.4 | 1.368 | 0.0013 | 60.2 |
| 1.258 | 0.0011 | 41.8 | 1.314 | 0.0011 | 50.7 | 1.370 | 0.0014 | 60.6 |
| 1.260 | 0.0011 | 42.1 | 1.316 | 0.0011 | 51.0 | 1.372 | 0.0014 | 61.0 |
| 1.262 | 0.0011 | 42.4 | 1.318 | 0.0011 | 51.3 | 1.374 | 0.0014 | 61.4 |
| 1.264 | 0.0011 | 42.7 | 1.320 | 0.0012 | 51.6 | 1.376 | 0.0014 | 61.8 |
| 1.266 | 0.0011 | 43.0 | 1.322 | 0.0012 | 52.0 | 1.378 | 0.0014 | 62.2 |
| 1.268 | 0.0011 | 43.4 | 1.324 | 0.0012 | 52.3 | 1.380 | 0.0014 | 62.6 |
| 1.270 | 0.0011 | 43.7 | 1.326 | 0.0012 | 52.6 | 1.382 | 0.0014 | 63.0 |
| 1.272 | 0.0011 | 44.0 | 1.328 | 0.0012 | 53.0 | 1.384 | 0.0014 | 63.4 |
| 1.274 | 0.0011 | 44.3 | 1.330 | 0.0012 | 53.4 | 1.386 | 0.0014 | 63.8 |
| 1.276 | 0.0011 | 44.6 | 1.332 | 0.0012 | 53.7 | 1.388 | 0.0014 | 64.3 |
| 1.278 | 0.0011 | 44.9 | 1.334 | 0.0012 | 54.0 | 1.390 | 0.0014 | 64.8 |
| 1.280 | 0.0011 | 45.2 | 1.336 | 0.0012 | 54.4 | 1.392 | 0.0014 | 65.2 |
| 1.282 | 0.0011 | 45.5 | 1.338 | 0.0012 | 54.8 | 1.394 | 0.0014 | 65.6 |
| 1.284 | 0.0011 | 45.8 | 1.340 | 0.0012 | 55.1 | 1.396 | 0.0014 | 66.0 |
| 1.286 | 0.0011 | 46.2 | 1.342 | 0.0013 | 55.4 | 1.398 | 0.0014 | 66.4 |
| 1.288 | 0.0011 | 46.5 | 1.344 | 0.0013 | 55.8 | 1.400 | 0.0014 | 66.8 |
| 1.290 | 0.0011 | 46.8 | 1.346 | 0.0013 | 56.2 | 1.402 | 0.0014 | 67.2 |
| 1.292 | 0.0011 | 47.1 | 1.348 | 0.0013 | 56.6 | 1.404 | 0.0014 | 67.6 |
| 1.294 | 0.0011 | 47.4 | 1.350 | 0.0013 | 56.9 | 1.406 | 0.0014 | 68.0 |

$$1.314 + 0.008 = 1.322$$

从表 1 可以求出相当于比重 1.322 的酸的浓度是 52.0%。

滴定法测定

测定是基于用碱液中和硝酸的反应，以甲基红为指示剂：



试剂

氢氧化钠，1 N 溶液。

甲基红——指示剂，0.2% 的溶液。把 0.2 克甲基红溶于 60 毫升酒精和 40 毫升水的混合溶液中。

测定过程

向容积为 100~150 毫升、带磨口塞的锥形烧瓶内放入 15 毫升水，进行称重，至准确度为 0.0002 克。然后用吸移管取 4 克左右被测定的酸放入烧瓶内，再行称重，准确度同上。将瓶中液体混合均匀，加入指示剂——甲基红，用 1N NaOH 溶液进行滴定。

注：除上述称重方法外，也可以将酸试样装入玻璃安瓿或专门的移液管（见图 1）内称重。

计算

HNO₃ 含量的重量百分数按下式计算：

$$\% \text{HNO}_3 = \frac{a \times K \times 0.063 \times 100}{G} - 1.37 \times B$$

式中 a ——滴定用去的 1N NaOH 溶液的体积，毫升；

K ——将 NaOH 溶液的浓度换算为准确 1N 所用的修正系数；

G ——被测定的酸的称量，克；

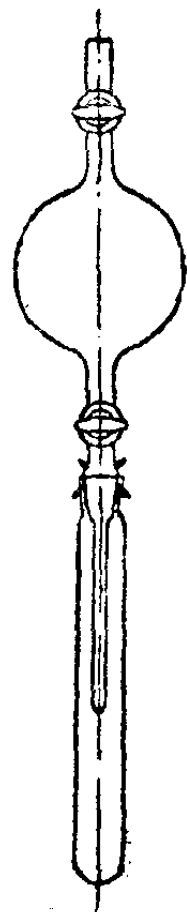


图 1 酸试样称重的移液管

B —— N_2O_4 含量的重量百分数(见下);

1.37——将 N_2O_4 换算为 HNO_3 所用的系数;

0.063——相当于 1 毫升准确 1N NaOH 溶液的 HNO_3 量。

氮氧化物的测定

当氮氧化物与高锰酸钾在酸性介质中相互作用时, 生成硝酸。根据滴定用去的高锰酸钾量, 可算出在被测定的酸中氮氧化物之含量(换算为 N_2O_4)。

试剂

高锰酸钾, 0.1N 的溶液。

硫酸, 25% 的溶液(按重量)。

测定过程

往容积为 250 毫升的锥形烧瓶内加入 100 毫升水、10 毫升 0.1N 的高锰酸钾溶液和 10 毫升 25% 的硫酸溶液。将该混合溶液加热到 $40^\circ C$, 在搅拌下用被测定的酸滴定直到失去高锰酸钾的颜色为止。

滴定时用带有细长管端的滴定管滴入酸, 此时管端的端头要几乎接近液面。

计算

氮氧化物(换算为 N_2O_4)含量的百分数按下式计算:

$$\%N_2O_4 = \frac{10 \times K \times 0.0046 \times 100}{a \times d} = \frac{4.6 \times K}{a \times d}$$

式中 K ——将高锰酸钾溶液的浓度换算为准确 1N 所用的修正系数;

0.0046——相当于 1 毫升 0.1N 高锰酸钾溶液的 N_2O_4 量, 克;

a ——滴定用去的被测定的酸体积, 毫升;

d ——被测定酸的比重, 克/厘米³。

气态氨的分析

测定气态氨中惰性气体和油的含量。

惰性气体的测定

用硫酸吸收氨，并测量与酸不起反应的气体 (N_2 、 CH_4 、 H_2 、 Ar) 的体积。

取样

取气体的班平均试样 (Среднесменная проба) 供分析用。若氨中的惰性气体含量小于 1%，则把氨通入装满 $1N H_2SO_4$ 溶液的玻璃瓶中，而把惰性气体收集在溶液上面的量管内。若惰性气体含量大于 1%，则把氨通入两个玻璃瓶内，其中一个装有蒸馏水，另一个装有 $0.1N H_2SO_4$ 溶液。把惰性气体收集在吸气器内。

为了迅速测出惰性气体的含量，可用量气管一次取样。

试剂

硫酸， $1N$ 、 $0.1N$ 和 $2N$ 的溶液。

氢氧化钠， $1N$ 和 $0.1N$ 的溶液。

甲基红——指示剂，0.2% 的溶液 (见第 7 页)

浓度小于 1% 时的测定法

仪器

测定所用的仪器 (见图 2) 有一个容积为 600~750 毫升，塞有橡皮塞的玻璃瓶 3，塞上插入量管 6、滴液漏斗 5 和带有旋塞的管子 2。

量管容积为 25~50 毫升，上有刻度，刻度值为 0.1 毫升；滴液漏斗的容积为 100 毫升。

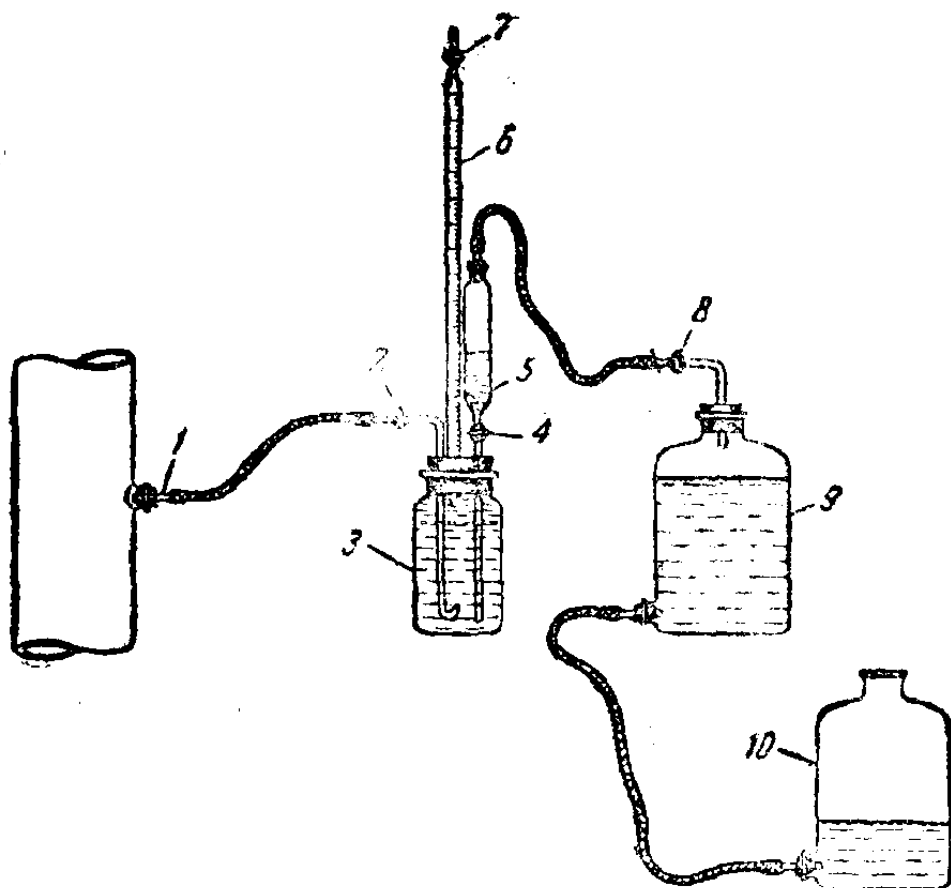


图 2 测定浓度小于1%的惰性气体用的仪器

1—气体取样管；2、4、7、8——旋塞；3——玻璃瓶；
5——滴液漏斗；6——量管；9、10——吸气瓶

测定过程

用量瓶取 500 毫升 1N H_2SO_4 溶液倒入玻璃瓶 3 内，并用塞子把瓶盖严。然后用蒸馏水冲洗量瓶，把洗水经滴液漏斗倒入玻璃瓶中，往溶液里加数滴甲基红指示剂，加水使玻璃瓶和进气管中充满所得稀释溶液，并使滴液漏斗内有一些多余的液体。打开滴液漏斗的旋塞 4，经旋塞 7 吸入液体，至量管内的液体精确地充满至旋塞 7 为止。必须注意，在仪器内不得有空气泡。

仪器内充满溶液以后，检查仪器是否气密。为此，将吸气瓶 9 与滴液漏斗 5 相连接。关闭旋塞 2 和 7，打开旋塞 4 和 8，此时水不应自吸气瓶 9 流至吸气瓶 10 内。然后将管 1 接在预先吹净的气体取样管线上，打开旋塞 2 和 4 放入气体，同时调