

炼焦化学检验方法

鞍山钢铁公司化工总厂 編著

冶金工业出版社

31.62.17
21

炼焦化学檢驗方法

鞍山鋼鐵公司化工总厂 編著

冶金工业出版社

炼焦化学检验方法

鞍山钢铁公司化工总厂 編著

冶金工业出版社出版 (地址: 北京市灯市口甲45号)

北京市书刊出版业营业许可证出字第093号

冶金工业出版社印刷厂印 新华书店发行

— * —

1960年3月第一版

1960年3月北京第一次印刷

印数 $\begin{matrix} \text{平} & 2020 \\ \text{精} & 2520 \end{matrix}$ 册

开本 $850 \times 1168 \cdot 1/32 \cdot 260,000$ 字 \cdot 印张 $10 \frac{24}{32} \cdot$

— * —

统一书号 15062 \cdot 2062 定价 $\begin{matrix} \text{平} & 1.30 \\ \text{精} & 1.80 \end{matrix}$ 元

为了滿足国民經济各部門对冶金焦炭和焦化产品日益增长的需要，必須不断地改进工艺流程，研究煤料的配合和加工，加強成品和半成品的檢驗工作，研究提取新产品的办法，扩大新品种，而炼焦化学生产檢驗方法的不断系統化和更趨完善，对完成上述任务具有极其重要的意义。本书是鞍山鋼鐵公司化工总厂根据几年来学习苏联的先进經驗，並結合該厂的实际情况編著的。书中系統地叙述了焦化工厂主要車間各种原料、成品和半成品的分析和檢驗方法。介紹的分析鑑定方法通俗实用，可供工厂實驗室工作人員在实际工作中参考。

03129

緒 論

随着我国国民經济的飞跃发展，炼焦化学工业也与其他工业部門一样，以雄健的步伐，一日千里地前进着。焦化工业对保証鋼鐵工业的发展，有着极其重要的意义。首先必須提供高爐生产所需要的灰份低、硫份低、机械强度高和块度均匀的优質焦炭；以及供給炼鋼爐、軋鋼均热爐以足够的工业燃料——煤气。

其次焦化工业还有力地为农业、化学工业和医药等部門服务，提供肥料和工业原料，从煤气中回收的硫铵就是一种有价值的肥料。粗苯經過加工得到的苯、甲苯、二甲苯，可作苯胺及炸药的原料，亦可作汽油。二硫化碳可作黄原酸盐的溶剂；苯乙烯、古馬隆-茚树脂可作清漆、絕緣材料及塑料；环戊二烯可作农药原料。

煤焦油經過加工，可以得到酚、甲酚、萘、蒽、吡啶、防腐油、吡啶、甲基吡啶、二甲基吡啶，这些都是染料、医药卫生、塑料、农药等工业的原料。此外从焦油中还可以提取喹啉、異喹啉、茚、氧茚、蒽、茈等工业原料。

为了满足鋼鐵工业、化学工业、农业和医药对冶金焦炭和焦化产品日益增长的需要，必須不断地改进焦化工业的工艺流程；研究原料煤的配合加工；加强成品、半成品的檢驗检查；进行新产品提取方法的研究和扩大新品种的探索工作。煤、焦炭、化学产品的分析化驗方法不断的系統和完善对完成上述任务具有极其重要的意义。近来世界各国，特别是在苏联，已有一套完整的焦炭及化学产品的分析方法，并且不断扩大物理方法、物理化学方法以及同位素在焦化工业中的应用。我国有关煤、焦炭、化学产

品的研究机关及厂矿亦或多或少地进行了这方面的研究工作。煤焦化学产品分析方法已从无到有逐渐出现，并且日趋完善起来。自从去年大跃进以来，焦化工业正在以纲为纲全面跃进的形势带动下遍地开花，因而焦化工厂的工艺操作监督和产品检查化验所需要的分析化验方法也就显得更加重要了。有鉴于此，我们根据几年来学习苏联的先进经验，并结合我厂具体实践的分析技术操作规程加以整理补充，拟就此书，冀对当前的需要有所帮助。所有不妥之处，希予指正。

目 录

緒論	17
第一章 洗煤車間的生产檢驗	19
§ 1. 煤样的采集和調制	19
1. 煤样的采集	19
(1) 車廂煤样的采集	19
(2) 配合前单种煤样的采集	21
(3) 配煤胶質层煤样的采集	21
(4) 配合粉碎后煤样的采集	21
2. 煤样的縮分	22
(1) 車廂煤样的縮分	22
(2) 配合前单种煤样及配煤胶質层試样的縮分	23
(3) 配合粉碎后煤样的縮分	23
3. 煤試样的調制	23
(1) 工业分析試样的調制	23
(2) 胶質层試样的調制	24
(3) 配合生产时用单种煤工业分析試样的調制 (快速法)	24
(4) 元素分析試样以及罗加、奧亚和透气性試样的調制	24
§ 2. 煤的元素分析	25
1. 煤中炭和氢元素的分析	25
2. 煤中氧元素的分析	26
3. 煤中氮元素的分析	27
4. 煤中磷元素的分析	28
5. 煤中全硫的分析	31
1) 重量法	31
2) 燃燒法	33
§ 3. 煤中灰成份的分析	36
1. 試样准备	36
2. 成份分析	36
1) 二氧化矽的測定	36

2) 三氧化二鐵的測定	37
3) 氧化鈣的測定	38
4) 氧化鎂的測定	39
5) 三氧化二鋁的測定	40
6) 氧化錳的測定	42
7) 不燃硫的測定	43
§ 4. 煤发热量的測定	44
§ 5. 煤的工业分析	48
1. 煤样中全水份 (w^p) 的測定	48
1) 一般測定法	48
2) 快速測定法	49
2. 分析煤样水份 (w^a) 的測定	49
3. 分析煤样灰份 (A^a) 的測定	50
4. 煤的揮发份 (U^a) 的測定及粘結性特征	51
§ 6. 煤物理性質的測定——配合后煤篩分試驗	53
§ 7. 煤質試驗	54
1. 煤的胶質层測定	54
2. 基氏胶性計試驗	62
3. 罗加指数測定法	65
4. 奥亚膨胀計試驗	68
5. 煤气体析出速度的測定	71
6. 煤氧化度測定法	72
7. 煤膨胀压力的測定	74
第二章 炼焦車間的生产檢驗	76
§ 1. 焦炭試样的采集和調制	76
1. 焦炭試样的采集	76
2. 焦炭試样的調制	77
1) 冶金焦試样的調制	77
2) 瀝青焦試样的調制	79
§ 2. 焦炭的工业分析	79
1. 焦炭全水份 (w^p) 的測定	74
2. 焦炭分析試样水份 (w^a) 的測定	80

3.	焦炭灰份的測定	80
4.	焦炭揮发份的測定	82
5.	焦炭中固定炭的計算	83
§ 3.	焦炭的元素分析	84
1.	焦炭中磷元素的分析	84
2.	焦炭中全硫的分析	84
§ 4.	焦炭物理性能的測定	84
1.	焦炭裂紋試驗	84
2.	焦炭气孔率的測定法	85
3.	电阻法測定焦炭成熟度	86
4.	焦炭轉鼓試驗	90
5.	焦炭篩分試驗	92
§ 5.	焦炭发热量的測定	94
§ 6.	瀝青焦的分析	94
1.	水份、灰分、揮发分及全硫的測定	94
2.	二氧化矽含量的測定	94
3.	氧化鉄含量的測定	95
第三章	回收車間的生产檢驗和产品分析	97
§ 1.	煤气和废气試样的采取	97
§ 2.	煤气的工业分析	98
1.	很氏法	98
2.	BTИ 法	103
§ 3.	煤气中硫化氢的測定	110
§ 4.	煤气中全硫量的測定	112
§ 5.	煤气中萘含量的測定	113
§ 6.	燃烧废气的分析	114
§ 7.	飽和器前煤气中含氮量的測定	116
§ 8.	飽和器后煤气中含氮量的測定	119
§ 9.	电捕焦油器及鼓风机前后煤气中焦油含量的測定	119
§ 10.	飽和器前后煤气中吡啶砷含量的測定	121
§ 11.	吸收塔前后煤气中粗苯含量的測定	123
§ 12.	氨水及废氨水的分析	123

1.	揮发氨含量的測定	126
2.	全氨量的測定	127
3.	硫化氢含量的測定	128
4.	二氧化碳含量的測定	129
5.	廢水中“活性”CaO的測定	130
6.	溴量法測定酚含量	131
§ 13.	母液的分析	133
1.	吡啶砷含量的測定	133
2.	飽和器母液酸度的測定	134
3.	中和器母液砷度的測定	135
§ 14.	濃氨水的分析	135
1.	全氨量的測定	135
2.	硫化氢含量的測定	136
3.	碳酸的測定	137
4.	有机雜質的測定	138
§ 15.	硫酸銨的分析	138
1.	硫酸銨水份的測定	138
1)	标准法	139
2)	快速法	139
2.	氮含量的測定	140
3.	游离酸的測定	141
§ 16.	貧富油的分析	141
1.	比重的測定	141
2.	水份的測定	141
3.	輕油含量的測定	142
§ 17.	再生器殘渣的分析	143
第四章	精苯車間的生产檢驗和成品分析	144
§ 1.	粗苯的工业分析	144
1.	比重的測定	144
2.	蒸餾試驗	145
§ 2.	粗苯的組成分析	145
1.	粗苯中苯、甲苯和二甲苯的分析	145

1) 大分餾柱法	145
2) 真空套管分餾柱法	153
3) 小分餾柱法	157
2. 粗苯及其分餾段中吡啶鹼含量的測定	159
3. 粗苯中二硫化炭的測定	159
4. 粗苯及其分餾段中不飽和物含量的測定	160
5. 粗苯及其分餾段中噻吩含量的測定	162
6. 粗苯及其初餾份中环戊二烯的測定	164
7. 粗苯及其初餾份中二合环戊二烯的測定	165
8. 粗苯中古馬隆树脂含量的測定	167
9. 粗苯中萘含量的測定	168
§ 3. 中間檢驗——粗制和洗滌	169
1. 兩苯塔	169
1) 輕苯蒸餾試驗	169
2) 重苯蒸餾試驗	169
3) 萘溶劑油初餾點的測定	169
2. 初餾份塔	169
1) 初餾份分析	169
2) 混合份分析	170
3. 洗滌	170
1) 中間試驗(酸洗色度及溴價)	170
2) 放洗試驗(混合份洗后放出前)	170
4. 吹苯塔	170
1) 吹出苯	170
2) 吹出苯殘渣含油試驗	171
5. 純苯塔	171
6. 純甲苯塔	171
7. 二甲苯塔	172
8. 酸焦油渣及廢鹼液中苯含量的測定	172
§ 4. 純苯、純甲苯和純二甲苯的成品檢驗	172
1. 外觀的檢查	172
2. 含水量的測定	172

3.	反应試驗	173'
4.	揮发性試驗	173
5.	比重的測定	173
6.	蒸餾試驗	174
7.	酸洗色度試驗	178
8.	溴价的測定	179
§ 5.	动力苯的成品檢驗	181
1.	比重的測定	181
2.	淨化程度及水抽出液的反应	181
3.	蒸餾試驗	181
4.	凝固点的測定	183
5.	含硫量的測定	184
§ 6.	溶剂油的成品檢驗	186
1.	外观、比重、蒸餾試驗、水抽出液反应及含水量的測定 ...	186
2.	对二甲苯揮发度的測定	186
3.	油点試驗	187
4.	硫化物含量的測定	187
5.	可磺化物含量的測定	187
6.	含酚量的測定	190
§ 7.	重質苯的成品檢驗	190
1.	蒸餾試驗	190
2.	萘含量的測定	190
§ 8.	萘溶剂油成品檢驗	190
1.	水份含量的測定	190
2.	初餾点的測定	191
3.	萘含量的測定	191
第五章	焦油車間的生产檢驗和成品分析	192
§ 1.	煤焦油的分析	192
1.	比重的測定	192
1)	比重瓶法	192
2)	比重計法	193
2.	含水量的測定	193

3.	对指示剂的反应	194
4.	焦油中固定铵及盐类含量的测定	194
1)	固定铵	194
2)	氮及硫氰化物	195
5.	灰份的测定	197
6.	游离碳含量的测定	197
7.	挥发物含量的测定	198
8.	蒸馏试验	199
9.	酚含量的测定	200
10.	吡啶砷含量的测定	201
11.	萘含量的测定	202
12.	粗蒽含量的测定	203
13.	粘度的测定	204
14.	焦油分析计算格式	204
§ 2.	轻油份的分析	205
1.	比重测定和蒸馏试验	205
2.	含酚量的测定	205
§ 3.	酚油份的分析	206
1.	比重的测定	206
2.	蒸馏试验	206
3.	水份的测定	207
4.	酚含量的测定	207
5.	萘含量的测定	208
§ 4.	萘油份的分析	208
1.	含萘量的测定	208
2.	含酚量的测定	209
3.	比重的测定	209
4.	蒸馏试验	209
§ 5.	洗涤油的分析	209
1.	比重的测定	209
2.	蒸馏试验和水份含量的测定	209
3.	酚含量的测定	210

4.	萘含量的測定	211
5.	15°C結晶物的測定	212
6.	粘度的測定	212
§ 6.	柏油的分析	214
1.	水份和比重的測定	214
2.	游离炭的測定	214
3.	蒸餾試驗	214
4.	残渣軟化点的測定	214
§ 7.	木材防腐油	216
1.	比重的測定	216
2.	苯不溶物含量的測定	216
3.	含水量測定及蒸餾試驗	217
4.	40°C結晶物的測定	218
§ 8.	脫晶蔥油的分析	219
1.	蒸餾試驗	219
2.	42°C結晶物的測定	219
§ 9.	燃料油的分析	220
1.	水份的測定	220
2.	粘度(60°C)的測定	220
3.	閃点的測定	220
§ 10.	工業萘和精萘的分析	220
1.	外觀和顏色的檢查	220
2.	凝固点的測定	220
3.	母液分离物与再結晶品之間凝固点差的測定	221
4.	灰份含量的測定	222
5.	硫酸反应試驗	223
6.	硝酸反应試驗	224
7.	含油試驗	224
§ 11.	粗蔥及工業蔥的分析	224
1.	含蔥量的測定	224
1)	重量法	224
2)	容量法	226

2.	換算为咪唑的氮化物含量的測定	223
3.	菲含量的測定	229
4.	含油量的測定	231
5.	含水量的測定	233
6.	苯不溶物的測定	233
7.	閃點的測定	234
§ 12.	瀝青的分析	235
1.	軟化點的測定	235
2.	游离炭含量的測定	236
3.	灰份含量的測定	238
4.	含水量的測定	238
5.	揮发物含量的測定	238
第六章	酞吡啶車間的生产檢驗和产品分析	240
§ 1.	洗滌前后油(酚油、萘油、洗油)的檢驗	240
1.	比重、蒸餾試驗和萘含量的測定	240
2.	含酚量的測定	240
3.	吡啶砷含量的測定	240
4.	油中間混浊层的測定	240
5.	油澄清度的測定	241
6.	油酸碱度的測定	241
§ 2.	酚盐的分析	242
1.	蒸煮前酚盐中粗酚量的測定	242
2.	精制酚盐純度的檢查	242
3.	无水粗酚和純酚含量及其比值的測定	243
4.	含酚量的測定	244
1)	碱洗法	244
2)	溴量法	244
5.	全碱和游离碱含量的測定	245
§ 3.	粗酚的分析	246
1.	外观的檢查	246
2.	比重的測定	246
3.	碱中溶解度的檢查	247

1.	酸碱性反应試驗	247
5.	含水量的測定	247
6.	中性油含量的測定	248
7.	酚及其同类物的測定	249
8.	蒸餾試驗	250
§ 4.	酚餾份和酚的成品檢驗	251
1.	比重的測定	251
2.	水份的測定	251
3.	碱中溶解度的检查	251
4.	反应試驗	252
5.	蒸餾試驗	252
6.	全酚含量的測定	252
7.	酚含量的測定	253
§ 5.	三混甲酚餾份和工业三混甲酚的分析	253
1.	比重的測定	253
2.	含水量的測定	253
3.	碱中溶解度的检查和中性油含量的測定	254
4.	間位甲酚含量的測定	255
5.	蒸餾試驗	256
§ 6.	二甲酚餾份和工业二甲酚的檢驗	257
1.	外观的检查	257
2.	比重的測定	257
3.	水份的測定	257
4.	碱中溶解度的检查	257
5.	蒸餾試驗	257
§ 7.	浮选用甲酚的檢驗	258
§ 8.	酚釜渣(脫水釜渣和二甲酚酸釜渣)的檢驗	258
§ 9.	硫酸吡啶的分析	259
1.	比重的測定	259
2.	游离酚含量的測定	259
3.	粗吡啶砒和 100% 純吡啶砒含量的測定	259
4.	硫酸吡啶澄清度的检查	260

5.	硫酸吡啶分解程度的检查	260
§ 10.	輕質粗吡啶砒的分析	261
1.	比重的測定	261
2.	水份的測定	261
3.	100% 吡啶砒含量的測定	261
§ 11.	吡啶精制中間的檢驗	263
1.	比重的測定	263
2.	蒸餾試驗	263
3.	水份的測定	264
4.	餾份及水合物中氮氯化物含量的測定	264
5.	餾份及水合物中吡啶砒含量的測定	264
6.	分离水的分析	265
7.	釜渣的分析	265
§ 12.	純吡啶的檢驗	265
1.	外观的检查	265
2.	比重的測定	265
3.	水中溶解度的測定	266
4.	蒸餾試驗	266
§ 13.	吡啶溶剂的分析	266
1.	外观及水中溶解度的測定	266
2.	蒸餾試驗	266
§ 14.	α -甲基吡啶及 β -甲基吡啶的分析	267
1.	外观、比重和水中溶解度的檢驗	267
2.	蒸餾試驗	267
§ 15.	浮选重吡啶的分析	268
1.	外观的检查	268
2.	比重的測定	268
3.	吡啶砒含量的測定	268
第七章	其他	269
§ 1.	酸碱的分析	269
1.	硫酸的分析	269
2.	酸、碱及苏打液的分析	271