

# 氮素工业生产的分析檢驗

第三册

蘇聯國立氮素工業研究設計院 編

化学工业出版社

81.13  
462  
33

# 氮素工业生产的分析檢驗

## 第三册

煤气鼓風站和焦爐气淨制  
工段及分离工段的檢驗

苏联化学工业部国立氮素工业研究設計院 (ГИАИ) 編

石 祖 基 譯  
余秉量 沈呂宁 校

化学工业出版社

在“氮素工业生产的分析检验”汇编第三册中，叙述了煤气鼓风机站、焦炉气干法脱硫工段、水洗与碱洗脱除二氧化碳工段、乙醇胺(羧乙基胺)洗涤脱除二氧化碳和硫化氢工段及焦炉气分离工段中生产检验的各种方法。

本书供合成氨厂、氮肥厂等氮素工业厂的分析检验人员用，也可作为化工学院和中等专业学校固定氮专业师生的参考书。

ГЛАВ  
АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ  
ПРОИЗВОДСТВА  
В АЗОТНОЙ  
ПРОМЫШЛЕННОСТИ  
ВЫПУСК 3  
ГОСХИМИЗДАТ(МОСКВА.1957)

氮素工业生产的分析检验  
第三册

石祖基 译

余秉量 沈吕宁 校

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5月第1版

印张：4 $\frac{3}{8}$  1959年5月第1版第1次印刷

字数：102千字 印数：1—4000

定价：(10)0.70元 书号：15063·0465

## 序 言

本汇编是由国立氮素工业研究设计院(ГИАП)分析室的工作人员和氮素工业各厂中央试验室的工作人员共同编写的。各工厂试验室、ГИАП 分析室和其他试验室的工作人员所拟订并鉴定过的氮素工业生产检验的各种统一方法，均载于其中。

第三册中叙述了煤气鼓风机、焦炉气干法脱硫工段、水洗和碱洗脱除二氧化碳工段、乙醇胺(羟乙基胺)洗涤脱除二氧化碳和硫化氢工段及焦炉气分离工段生产过程的检验方法。

## 目 录

序言	4
----	---

## 焦爐气及其组分以及富气的分析

气体的全分析	5
苯的测定	17
冷凝法	17
吸附法	18
萘的测定	22
一氧化氮的测定	25
舒弗坦法	25
高锰酸钾法	32
硫化氢的测定	41
有机硫化物的测定	45
乙炔的测定	49
氧的测定	64
比色法	64
碘量滴定法	69
气体湿度的测定	74
清淨前的气体中二氧化碳及硫化氢的测定	81
水洗塔、碱洗塔及一乙醇胺洗滌塔后气体中二氧化碳的测定	82
氨的测定	86
清淨后焦爐气中氨、硫化氢和二氧化碳的测定	83
碱洗塔后气体中硫化氢的定性测定	89
气体中二氧化碳的定性测定	89
分子量的测定	90
清淨后气体及再生放出的气体中一乙醇胺的测定	92

## 吹洗后設備中空气及气体的分析

貯气柜隔盘ШАЙБА上空气中氧的分析	95
可燃杂質的测定	98

用装有緩燃管的仪器測定.....	98
用 ПГФ-11—54 型气体分析仪測定.....	101

### 一乙醇胺溶液的分析

工业一乙醇胺中一乙醇胺、二乙醇胺和三乙醇胺的測定.....	110
生产用溶液中一乙醇胺浓度的測定.....	117
用直接滴定法測定.....	117
用范-斯拉依克(Ван-Слайк)仪器測定.....	118
氨存在时一乙醇胺的測定.....	123
回流收集槽冷凝液中一乙醇胺的測定.....	126
含硫化氢的一乙醇胺溶液中二氧化碳的測定.....	127
再生后的一乙醇胺溶液中硫代硫酸盐的測定.....	129
一乙醇胺溶液中硫化氢的測定.....	130

### 冷凝液中氯化物的測定

汞定量法.....	132
-----------	-----

### 碱溶液、石灰乳及残渣的分析

淨化焦爐气用的新鮮碱液、廢碱液和再生碱液以及碱洗塔碱液的分析.....	134
NaOH 和 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 的測定.....	134
焦爐气脫除二氧化碳工段中碱洗塔碱液的分析.....	136
Ca(OH) <sub>2</sub> 、NaOH 和 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 的測定.....	136
石灰乳中 Ca(OH) <sub>2</sub> 的測定.....	137
焦爐气脫除二氧化碳工段中残渣的分析.....	138
NaOH 和 Ca(OH) <sub>2</sub> 的測定.....	138
NaOH 和 Ca(OH) <sub>2</sub> 的快速測定法.....	140
水分的測定.....	141

#### 附录 I

气体体积換算至标准状况下用的綫算图.....	143
------------------------	-----

#### 附录 II

仪器图样.....	144
-----------	-----

81.13

462

33

# 氮素工业生产的分析檢驗

## 第三册

煤气鼓風站和焦爐气淨制  
工段及分离工段的檢驗

苏联化学工业部国立氮素工业研究設計院 (ГИАИ) 編

石 祖 基 譯

余秉量 沈呂宁 校

化学工业出版社

## 目 录

序言	4
----	---

## 焦爐气及其组分以及富气的分析

气体的全分析	5
苯的测定	17
冷凝法	17
吸附法	18
萘的测定	22
一氧化氮的测定	25
舒弗坦法	25
高锰酸钾法	32
硫化氢的测定	41
有机硫化物的测定	45
乙炔的测定	49
氧的测定	64
比色法	64
碘量滴定法	69
气体湿度的测定	74
清淨前的气体中二氧化碳及硫化氢的测定	81
水洗塔、碱洗塔及一乙醇胺洗滌塔后气体中二氧化碳的测定	82
氨的测定	86
清淨后焦爐气中氨、硫化氢和二氧化碳的测定	83
碱洗塔后气体中硫化氢的定性测定	89
气体中二氧化碳的定性测定	89
分子量的测定	90
清淨后气体及再生放出的气体中一乙醇胺的测定	92

## 吹洗后設備中空气及气体的分析

貯气柜隔盘ШАЙБА上空气中氧的分析	95
可燃杂質的测定	98



用装有緩燃管的仪器測定	98
用 ПГФ-11—54 型气体分析仪測定	101

### 一乙醇胺溶液的分析

工业一乙醇胺中一乙醇胺、二乙醇胺和三乙醇胺的測定	110
生产用溶液中一乙醇胺浓度的測定	117
用直接滴定法測定	117
用范-斯拉依克(Ван-Слайк)仪器測定	118
氨存在时一乙醇胺的測定	123
回流收集槽冷凝液中一乙醇胺的測定	126
含硫化氢的一乙醇胺溶液中二氧化碳的測定	127
再生后的一乙醇胺溶液中硫代硫酸盐的測定	129
一乙醇胺溶液中硫化氢的測定	130

### 冷凝液中氯化物的測定

汞定量法	132
------	-----

### 碱溶液、石灰乳及残渣的分析

淨化焦爐气用的新鮮碱液、廢碱液和再生碱液以及碱洗塔碱液的分析	134
NaOH 和 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 的測定	134
焦爐气脫除二氧化碳工段中碱洗塔碱液的分析	136
Ca(OH) <sub>2</sub> 、NaOH 和 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 的測定	136
石灰乳中 Ca(OH) <sub>2</sub> 的測定	137
焦爐气脫除二氧化碳工段中残渣的分析	138
NaOH 和 Ca(OH) <sub>2</sub> 的測定	138
NaOH 和 Ca(OH) <sub>2</sub> 的快速測定法	140
水分的測定	141

#### 附录 I

气体体积換算至标准状况下用的綫算图	143
-------------------	-----

#### 附录 II

仪器图样	144
------	-----

## 序 言

本汇编是由国立氮素工业研究设计院(ГИАП)分析室的工作人员和氮素工业各厂中央试验室的工作人员共同编写的。各工厂试验室、ГИАП 分析室和其他试验室的工作人员所拟订并鉴定过的氮素工业生产检验的各种统一方法，均载于其中。

第三册中叙述了煤气鼓风机、焦炉气干法脱硫工段、水洗和碱洗脱除二氧化碳工段、乙醇胺(羟乙基胺)洗涤脱除二氧化碳和硫化氢工段及焦炉气分离工段生产过程的检验方法。

## 气体的全分析

气体进行全分析时，要测定二氧化碳和硫化氢(总量)、不饱和碳氢化合物、氧、一氧化碳、氢、甲烷和氮(氮根据差数来测定)。

**方法原理** 二氧化碳、硫化氢、不饱和碳氢化合物、氧和一氧化碳用相应的吸收溶液依次加以吸收。氢和甲烷在氧化铜上分别进行燃烧。

分别采用下列吸收溶液：

吸收  $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{S}$  —— 用苛性钾溶液；

吸收  $\text{C}_n\text{H}_{2n}$  —— 用硫酸汞或氧化汞在硫酸中的溶液；

吸收  $\text{O}_2$  —— 用焦性没食子酸碱性溶液；

吸收  $\text{CO}$  —— 用含  $\beta$ -萘酚的硫酸亚铜在硫酸中的悬浮液。

混合气各个组分的体积百分浓度根据吸收和燃烧各个组分前后该混合气体积的缩减量算出。

用吸收法测定气体的测定误差为0.2~0.3%(绝对)，用燃烧法测定气体的测定误差为0.4~0.6%。因此，如果混合气中某一未知组分的含量不大(低于1%)，则用气体全分析用的仪器来测定它的含量就不会十分准确。在这种情况下，该组分含量的分析应该另取混合气试样单独进行，同时要采用专门的方法(见第41、64、74、82页)。

### 试剂和材料

**苛性钾**，30~35%的溶液。用来吸收二氧化碳和其他具有酸性的气体。

把1份(重量)固体苛性钾溶于2份(重量)水中，澄清2~3昼夜后，将透明的溶液倒入玻璃瓶中。

1体积苛性钾溶液能吸收40体积以下的二氧化碳。

不宜采用苛性鈉溶液，因为在吸收  $\text{CO}_2$  时会生成难溶于  $\text{NaOH}$  的碳酸鈉沉淀，它能堵塞吸收器的管子。

**硫酸汞**，在22%硫酸(“分析純”或“純”)中的22%溶液；或**氧化汞**，在29%硫酸中的16%溶液。用来吸收不飽和碳氢化合物。在200毫升制备好的溶液中加入96克硫酸鎂  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 。澄清后将溶液傾析出。

1. 体积溶液能吸收7体积以下的不飽和碳氢化合物。

**焦性沒食子酸**，吸收氧用的碱性溶液。将10克焦性沒食子酸加入30毫升蒸餾水中，微微加热使之溶解。把溶液移入吸收器，并在其中加  $\text{KOH}$  溶液稀释到200~250毫升。为了制备  $\text{KOH}$  溶液，要在不断搅拌的情况下将3份(重量)固体苛性鉀溶解于2份(重量)水中，并让溶液澄清2~3昼夜。

1 体积焦性沒食子酸碱性溶液，在精确分析的情况下(防止空气影响及封液落入)能吸收3体积以下的氧。

**焦性沒食子酸 A**，吸收氧用的焦性沒食子酸代用品，5.8%和10%的碱性溶液。

**5.8%的焦性沒食子酸 A 吸收液的制备**。将24克焦性沒食子酸 A 置于容量为250毫升的錐形烧瓶中，并注入160毫升(182克)21%的純苛性鉀水溶液<sup>●</sup>。用軟木塞盖住烧瓶并搖搅到焦性沒食子酸 A 完全溶解。

将制得的暗棕色溶液冷却至室温后，注入气体分析器的吸收器中，或注入棕色玻璃瓶中用瓶塞子盖紧。

**10%的焦性沒食子酸 A 吸收液的制备**。按照上述步骤，称量44克焦性沒食子酸 A 溶入132毫升(175克)37%的苛性鉀水溶液(比重1.37)中。

焦性沒食子酸 A 吸收液应保存在盖紧的棕色玻璃瓶中，或者保

● 苛性鉀溶液的浓度用滴定法来测定；碳酸鉀的含量不計算。

存在涂有黑漆或裹有厚紙的无色玻璃瓶中。如果焦性沒食子酸 A 溶液長時間保存在吸收器中，則要防止它和空气及光綫接触。

測定空气中的氧时，用170毫升5.8%的焦性沒食子酸A 溶液至少可进行50次分析(每次分析的移送次数不超过 9~10次)。

**含 $\beta$ -萘酚的硫酸亚銅**，在硫酸中的悬浮液。用来吸收一氧化碳。

在25毫升水中小心地注入200毫升硫酸(比重1.84)。将所得溶液冷却。在瓷研鉢中把20克干氧化亚銅研細，加入約50毫升制备好的硫酸，把混合物仔細研磨到完全均匀，移入带磨口塞的烧瓶(容量300毫升)中，用剩余的硫酸冲洗研鉢。然后，一面搖动，一面把25克研細的 $\beta$ -萘酚慢慢装入烧瓶。盛溶液的烧瓶用磨口塞盖好，在使用前存放1~2昼夜并定期搖动之。

制备好的悬浮液必須防止和空气接触。

1 体积悬浮液能吸收 5 体积以下的一氧化碳。

**粒状氧化銅** (ГОСТ 4468—48)，粒块的大小为1.5~2毫米；或活性氧化銅。用来燃烧氢和飽和碳氢化合物。

**活性氧化銅的制备**。把99份(重量)氧化銅和1份(重量)氧化鉄混合。在80克制得的混合物中加入20克高岭土(格魯霍沃[ГЛУХОВО]矿区或普洛相那亚[ПРОСЯНЯ]矿区出产的)，并注入17~18毫升蒸餾水。将混合物細研成糊状，然后制成直径为1.5~2毫米的綫状物。制得的綫状物先在室温下干燥10小时，然后在干燥箱中干燥6~8小时(温度逐渐升高到200°C)。最后在600°C下进行灼烧；将其磨碎并篩去細末和灰粉。采用1.5~2毫米大小的小块。

**硫酸鈉**，在16°C时飽和的、被硫酸酸化了的水溶液；用作充填量管、水准瓶和气样瓶的封液。

把200克无水硫酸鈉溶解于由800毫升蒸餾水和40毫升硫酸(比重1.84)所組成的混合物中。溶液用甲基橙指示剂着色。制备好的溶液是在16°C时飽和了的溶液。

**汞**，进行仲裁分析和实验工作时应采用金属汞作封液。在这种

情況下，必須在量管中的汞上面保持一薄層（0.1~0.2 毫米）蒸餾水，以消除由於氣體通過各吸收器中的濃溶液時吸收水蒸汽而引起的誤差。

· **甲基橙**，使封液和壓力計中的水着色用的指示劑。

**蒸餾水**，製備溶液用。

**脫水羊毛脂**，用來潤滑旋塞和磨口。

**純氮**，用來排除儀器中的空氣和稀釋氣體試樣。

## 儀 器

進行氣體的全分析時可採用 ГИАП 儀器<sup>①</sup>（圖 1）。該儀器的主要零件是：雙肘量管 7（見附錄 II，圖 1），吸收器 10、11、12、13、14 和石英 U 形管 18（管內裝有氧化銅，以備燃燒氫和飽和碳氫化合物）。

儀器中採用 ВТИ 型量管；量管的上部焊有彎月形旋塞 V。量管的右肘（容量 20 毫升）每 0.05 毫升有一刻度，左肘（容量 80 毫升）則有 20、40、60 和 80 毫升四個刻度（準確度為 0.05 毫升）<sup>②</sup>。量管放在盛水的玻璃套 6 中。儀器中採用的 5 個吸收器有 2 個（10 和 12）是 ГИАП-1 型的（見附錄 II，圖 2），2 個（11 和 14）是 ГИАП-3 型的（見附錄 II，圖 3），1 個（13）是 ГИАП-3 型的或帶有閥的（見附錄 II，圖 4）。每個吸收器由兩個同心的儲蓄器組成，儲蓄器上部系磨口連接。

ГИАП-1 吸收器的內部儲蓄器裝有兩根彎管，借助這兩根彎管使氣體通過吸收液而鼓泡。ГИАП-3 吸收器的內部儲蓄器中裝填玻璃管，玻璃管配置在自由嵌入器內的螺旋形柵欄上，柵欄借助玻璃棒——插在特制的槽內並彎成 90° 的梢栓——固定在吸收器中。在帶有閥的吸收器內部儲蓄器中，氣體沿着管子進入液體內，管子下

① 製造儀器各個零件的工作圖見附錄 II（144~155 頁）。

② 不是成批製造的儀器，必須直接從旋塞 V 起在量管上精確刻度。

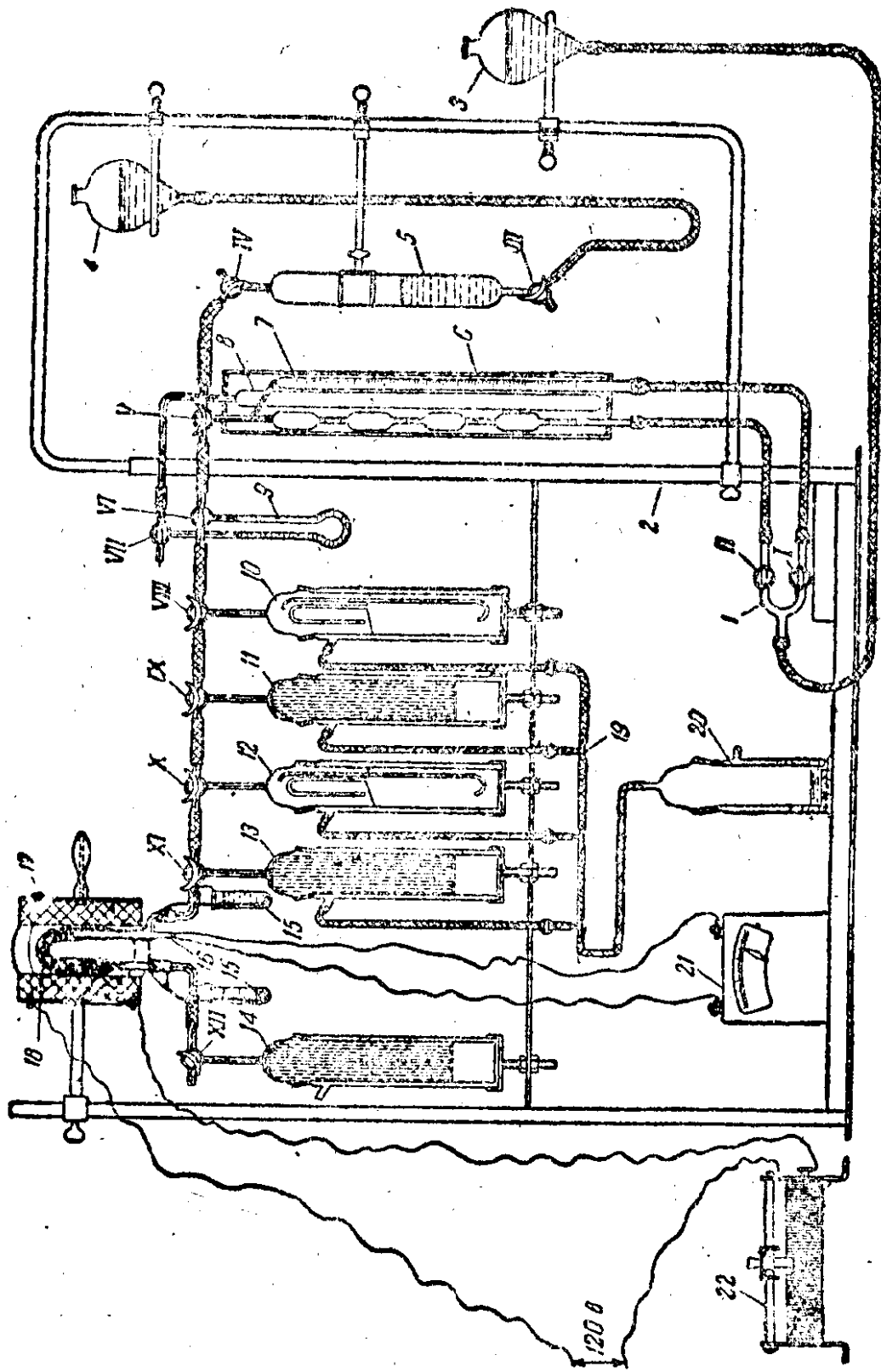


图 1 气体全分析用的ПИАИ仪器图

1—带两个旋塞的玻璃叉形管；2—支架；3、4—水准瓶；5—气样瓶；6—玻璃套；7—双时量管；8—补偿管；9—水柱压力计；10~14—吸收器；15—盛水试管；16—热电偶；17—电爐；18—U形管；19—梳形管；20—封闭瓶；21—电流量计；22—变阻器；I~XII—旋塞

面的球形扩大部分有几个小孔。

为了使吸收器10、11、12、13中的溶液和空气隔离，各吸收器的外部儲蓄器借助梳形管19与充有碱溶液的封閉瓶20（见附录II，图15）或橡皮囊相连接。

为了补偿被分析的气体在分析时由于压力和温度的改变而发生的体积变化，在量管的水套中装有下列端封閉的补偿管8（附录II，图5）。管8借助旋塞VI和VII經水柱压力計9（附录II，图6）连接于量管7。在分別燃烧氢和飽和碳氢化合物时，用电炉17（附录II，图8）来加热石英管（附录II，图7）。电炉17有两条繞在瓷棒上的加热用镍铬合金螺旋絲。根据所要求的温度（260~280°C 或 600~800°C），可借助固定在炉身上的小双投刀形开关把螺旋絲串联或并联。

电炉的温度用滑动式变阻器22或实验室用自耦变压器調节。插在石英管套中的热电偶16是用来控制温度的。

仪器的各个零件均固定在可拆的金属支架2（见附录II，图9~12）上。根据吸收器的数目移动橫条，就可以很容易地改变金属支架的宽度。

**分析前仪器的准备。**把各玻璃零件都固定在支架2上（见图1）。借助相应直径的弹性真空橡皮管把旋塞V、VI、VIII、IX、X、XI和XII及石英管连接起来。石英管应預先用小块氧化銅紧密地装满并在其中插入一个細套管。

在补偿管8中注入几滴水并把它接到压力計9的旋塞VII上。

吸收器10、11、12、13、14的磨口上涂以羊毛脂。

各旋塞的磨面用易揮发的溶剂（乙醚、丙酮等）仔細脫脂，均匀地涂上很薄一层羊毛脂，并小心地使旋塞的塞子与塞座磨合。潤滑得好的旋塞應該是透明的，且不应有条痕存在。不能有过量的潤滑剂。

量管先用洗液然后再用蒸餾水仔細洗滌。封液应全部排出，不



留一滴在管壁上。量管的标尺刻度应该清晰。

仪器装配好后，往水准瓶 3 和 4 (附录 II, 图 13) 中各注入 200 ~ 250 毫升硫酸钠溶液，玻璃套 6 中注入蒸馏水，压力计 9 中注入以甲基橙着色的水，吸收器 10 和 14 以及封闭瓶 20 中注入苛性钾溶液，吸收器 11 中注入硫酸汞或氧化汞在硫酸中的溶液，吸收器 12 中注入焦性没食子酸碱性溶液，吸收器 13 中注入含  $\beta$ -萘酚的氧化亚铜在硫酸中的悬浮液。每个吸收器中各注入 200 毫升左右的溶液。各吸收器注入溶液后，应立即用梳形管 19 上的塞子重新把外部储蓄器的接管口关闭。

往量管中充填封液时，应开启旋塞 I 和 II，使旋塞 V 处于位置 A (图 2)，然后举高水准瓶 3，使量管左肘和右肘中的空气排出，并使旋塞 V 处于位置 B。

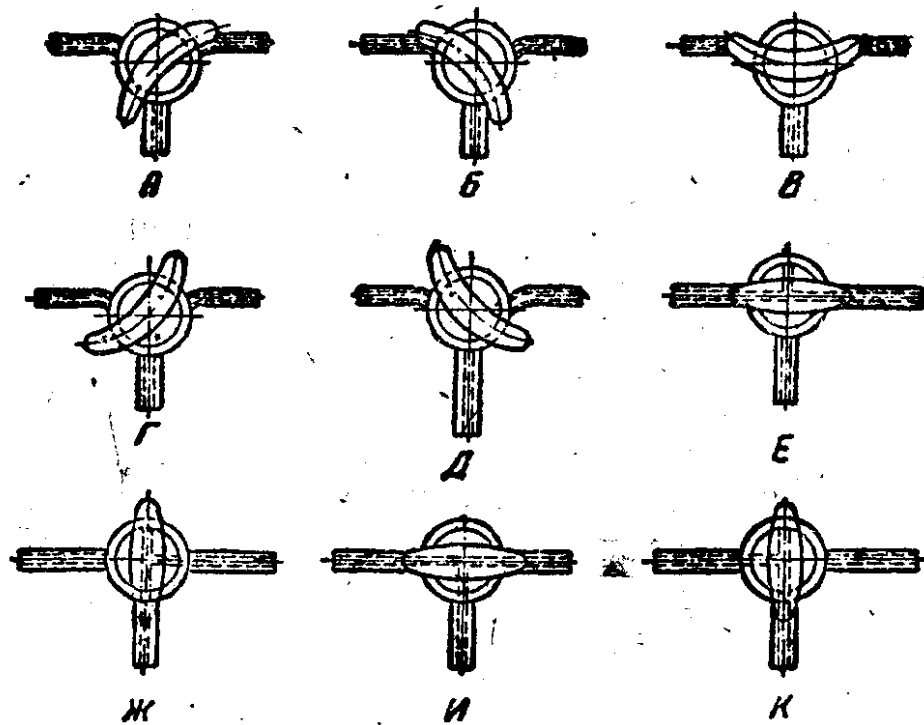


图 2 ГИАП气体分析器中各旋塞的位置

A~Д—弯月形旋塞；E~K—三路旋塞

- ① 经过外部储蓄器的侧面接管把溶液装入吸收器。
- ② 这时气样瓶 5 不连接在仪器上。