

9.10/197
22284

合成氨生产分析测定方法

修 訂 本

南 京 化 肥 厂 编

燃 料 化 学 工 业 出 版 社

13-1574

合成型生产分析测定方法

张 明 著

化学工业出版社

化学工业出版社

合成氨生产分析测定方法

修 訂 本

工 人 讀 物

南 京 化 肥 厂 編

燃 料 化 学 工 业 出 版 社

本书综合了各类流程的合成氨生产控制项目，集中了较先进的分析方法，除考虑到必须的准确外，注意了简便快速。对于某些测定项目，本书提出了专供操作岗位使用的简便方法，也提出了比较精确的测定方法。

本书包括三个部分。第一部分为控制分析项目，包括：①造气（半水煤气、焦炉气）；②脱硫（砷碱液、活性炭、氨水）；③变换；④二氧化碳洗涤（水洗、氨水碳化）；⑤气体净化（铜洗、碱洗）；⑥氢分、空分；⑦合成；⑧安全分析。第二部分为有关生产中的技术查定和非例行测定的分析项目。第三部分为附录。

本书可作为大、中、小型氮肥厂分析工人参考或自修之用。

本书系1966年无产阶级文化大革命初期由南京化肥厂负责编写，于1969年整理出版。经过在生产实践中考验，很多单位的同志提出了宝贵意见。这次再版时，分别请上海化工研究院、内蒙古工学院审查修订，最后由南京化肥厂汇总整理，与前版相比，有所提高。由于工作还做的不够过细，仍会存在缺点错误，尚希广大读者随时提出意见，便于不断改进，逐步完善。

合成氨生产分析测定方法

*

燃料化学工业出版社出版（北京安定门外和平北路16号）

中国工业出版社第四印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·各地新华书店经售

开本：850×1168 毫米 1/32	1969年8月北京第1版
印张：10	1971年3月北京第2版第1次印刷
字数：249千字	印数：1—35,000
定价：0.70元	书号：15063·1189

目 录

前 言

总 则	1
(一) 几点说明	1
(二) 取样规则及一般注意事项	2

第一篇 生产控制分析部分

第一章 造 气	5
(一) 煤焦的工业分析及灰渣残碳分析	5
一、水份分析	5
二、灰份分析	6
三、挥发份分析	8
四、固定碳的计算	12
五、灰渣残碳分析	12
(二) 气体分析仪装置及吸收剂配制	13
一、奥氏气体分析仪装置	13
二、BTI气体分析仪	16
三、吸收剂的配制	19
(三) 气体分析	22
一、原料气分析	22
二、煤气炉吹风气分析	28
三、蒸汽分解率测定	28
四、灰尘测定	29
五、硫化氢分析	35
(四) 水分析	37
一、氢氧化钠和碳酸钠分析	37
二、氯化钠分析	38
三、硫酸钠分析	39
四、总固体重量法分析	41

五、总固体电导法分析	42
六、硬度的分析	45
第二章 脱 硫	50
(一) 活性炭脱硫洗涤液分析	50
一、硫化铵及多硫化铵溶液分析	51
二、硫酸铵溶液浓度分析	56
三、硫化钠及硫氢化钠浓度分析	57
(二) 砷碱脱硫溶液分析	58
一、新液中碳酸钠分析	58
二、新液中三氧化二砷分析	59
三、砷碱液中碳酸钠分析	60
四、砷碱液中三氧化二砷分析	62
五、砷碱液中硫代硫酸钠分析	64
六、砷碱液中硫酸钠分析	65
七、砷碱液中总硫化物分析	66
八、砷碱液中五价砷化物分析	68
九、砷碱液性能的测定	69
十、砷碱液中硫氰化钠分析	72
十一、砷碱液之pH值测定	73
十二、废水中微量砷分析	75
(三) 氨水脱硫分析	78
一、脱硫效率测定	78
二、氨水脱硫液分析	78
(四) 硫磺、硫代硫酸钠成品分析	81
一、硫磺分析	81
二、硫代硫酸钠分析	86
第三章 变 换	91
(一) 气体分析	91
一、变换气分析	91
二、硫化氢分析	91
三、蒸汽—煤气(粗气或变换气)比例测定	95
四、饱和塔饱和度测定	98
(二) 饱和塔循环水分析	99
一、碳酸钠和碳酸氢钠分析	99

二、氯化钠分析	99
三、硫酸钠分析	99
四、总固体电导法分析	100
五、硫化氢分析	100
第四章 二氧化碳洗涤	101
(一) 水洗部分	101
一、气体分析	101
二、水分析	103
(二) 氨洗(碳化)部分	107
一、气体分析	107
二、液体分析	108
三、碳酸氢铵成品分析	112
第五章 气体净化	115
(一) 气体分析	115
一、精炼气中微量 CO 、 CO_2 的电导法分析	115
二、铜液再生气分析	131
(二) 液体分析	133
一、铜氨液全分析	133
二、循环氨水分析	145
三、碱液分析	147
第六章 氢分与空分	149
(一) 氢分工序的分析	149
一、原料气中一氧化氮分析	149
二、原料气中微量氮分析	153
三、原料气中(加洗后)乙炔分析	154
四、氢分馏分及林德气分析	156
五、混合气(合成新鲜气)的氢氮比例分析	156
六、混合气中微量一氧化碳分析	163
七、干燥气中水份分析	164
(二) 空分工序的分析	165
一、空气中氮氧化物分析	165
二、液氧中乙炔分析	166
三、液氧中氧化氮分析	172

四、液氧中油份分析	173
五、液氧和空气中碳氢化物分析	175
六、氮气中微量氧分析	178
七、纯氧与不纯氧的分析	182
八、碱洗后空气中微量二氧化碳分析	184
第七章 合成	184
(一) 气体分析	184
一、补充气循环气中氢气与氮气的热导法分析	184
二、合成塔入、出口氮分析	191
三、循环气中氢气与甲烷分析	192
四、合成塔入口气中氮气分析	195
五、循环气中甲烷、氩气色谱分析	199
六、气氮纯度分析	202
(二) 液氮成品分析	204
(三) 氨触媒活化分析	207
第八章 安全分析	210
(一) 安全分析的意义	210
(二) 安全分析的分类	210
(三) 容器管道吹净的措施	210
(四) 安全分析注意事项	211
(五) 安全分析取样	211
(六) 分析方法	211
一、动火分析	211
二、有毒气体分析	213

第二篇 测定部分

一、气体中有机硫总含量测定	220
二、活性炭脱硫气体湿度的测定	231
三、蒸汽及水溶液中油含量测定	234
四、变换炉触媒分点测定	238
五、变换工段换热器查漏测定	239
六、煤气炉系统含氮测定	239
七、水洗塔二氧化碳饱和度测定	239

八、铜、碱、水溶液中溶解气体测定	241
九、煤气炉集尘器、燃烧室细灰含碳测定	245
十、铜氨液中油含量测定	246
十一、再生系统铜氨液的分点测定	247
十二、铜氨液中沉淀的测定	249
十三、铜氨液中氨损耗衡算的有关项目测定	251
十四、气体中油含量测定	254
十五、气体（包括含氨气体）中水份测定	256
十六、氨冷器氨水测定	257
十七、冷冻机氨冷凝器查漏测定	257
十八、压缩机胀圈及放空阀查漏测定	258
十九、氨分离器效率测定	258
二十、贮氨罐池放气测定	259
二十一、污水中氰化物测定	261
二十二、污水中铵离子分析	262
二十三、水中溶解氧测定	264
二十四、污水中挥发酚分析	272
二十五、气体中氰化氢测定	275
二十六、煤气炉吹风气全分析	277

附 录

（一）半水煤气变换气分析算图	278
（二a）碳化气分析算图a	279
（二b）碳化气分析算图b	280
（三）变换率计算	281
（四）合成率计算	281
（五）氨净值计算	281
（六）合成塔气内含氨量计算图	282
（七）铜液比例查对表	283
（八）各种温度下的蒸汽与煤气的比例（固定流量表通气量为10升）	285
（九）各种温度下的蒸汽与煤气的比例（固定冷凝水为7.6毫升）	286
（十）硫化铵及多硫化铵溶液中CO ₂ 测定换算表	288
（十一）硫化铵及多硫化铵溶液中游离氨测定换算表	291
（十二）在不同温度压力下气体体积校正系数	295

(十三) 各种不同温度下空气中饱和水蒸汽的压力及水蒸汽的含量	296
(十四) 食盐饱和溶液的水蒸汽压力	298
(十五) 常见几种气体的热导率	298
(十六) 几种常用的气体克分子体积	299
(十七) 各种有毒气体允许浓度的规定	299
(十八) 各种可燃、易爆气体在空气中的爆炸界限	299
(十九) 混合气体的爆炸范围	300
(二十) 氨溶液比重表	300
(二十一) 水银在各种温度时的密度	301
(二十二) 水在各种温度下的密度	301
(二十三) 常用标准溶液温度校正表	302
(二十四) 常用指示剂pH值变色范围	303
(二十五) 几种常用化合物和离子的当量	303
(二十六) 测定pH值时配制 200 毫升标准缓冲溶液表	305
(二十七) 测定pH值时缓冲溶液标准配制表	306

总 则

在现代化合成氨工业生产中，分析测定工作起着十分重要的作用，犹如生产上的耳目，随时反映出生产系统内各个阶段的化学反应进行情况，指导我们确定最适宜的操作条件，为生产挖掘潜力、消灭事故、不断加强技术管理和提高生产能力提供可靠依据。

分析测定工作的重要作用，表现在下列各个方面：

1. 通过分析测定，了解生产过程中的真实情况，提供调整生产操作之依据和达到正常生产之工艺条件，保证均衡生产。

2. 通过分析测定，可以了解各个单体设备的运行情况，发现薄弱环节和存在问题，为确定经济合理的生产负荷、克服薄弱环节、挖掘设备潜力和为不断提高生产指出方向。

3. 通过分析测定可以检查各工序和各环节的跑、冒、滴、漏情况，为采取措施堵塞漏洞，不断降低原料消耗定额，为经济核算提供依据。

4. 通过分析测定，严格控制工艺指标，防止设备腐蚀和损坏，保证安全生产，延长设备使用年限。

5. 通过分析测定，合理调整工艺条件，保证产品质量。

因此，作好分析测定工作，是加强技术管理，进行经济核算，保证安全、均衡生产，不断降低消耗定额，挖掘生产潜力和提高生产技术水平的重要基础。

（一）几点说明

一、目前合成氨厂基本上均属中压法生产，由于建厂时间和条件不一样，各厂生产流程也就各有不同。本书综合了各类流程的合成氨生产控制分析项目，因此对于各类大中小型合成氨厂生

产控制分析基本上是适用的。

二、本书规定的分析测定方法，以适应生产控制特殊需要为主，既考虑到必要的准确程度，又考虑到简便快速，从而达到及时指导生产的目的。

三、进厂原材料质量和出厂成品质量检验标准，按照相应的部颁标准（HGB 3001—5P）的规定执行。

四、对于某些项目的测定方法，本书规定了专供操作岗位使用的简便快速测定方法，也规定了比较精确的测定方法，供生产测定和进行校正使用。

五、书中除特别注明者外，气体浓度均以体积%或P.P.M.，毫克/升，克/米³表示，液体浓度以克分子/升，克/升或重量%表示，固体一律以重量%表示。

六、标准溶液的配制按部颁标准（GB601—65）。

（二）取样规则及一般注意事项

一、取样规则

取样规则随物质的物态差异而有所不同。现按三态分别叙述。

（1）固体取样

合成氨生产中，固体样品主要是煤焦与灰渣。

煤焦取样：煤焦分析准确性在很大程度上取决于所取试样是否具有代表性，为了真实地代表消耗定额，规定于入炉时的皮带运输机或相应的地点取样。每班两次，每次五公斤左右。由于固体物料输送带上物料的大块靠边缘，细粒靠中心，因此取样时应使铁鏟将输送带上全宽度范围内的煤料拨下。取样应设专人负责。

每次取样后，集中贮存于一密闭铁箱中。

按四分法取样，具体操作如下：

1. 一天总样量约50公斤，破碎至3~25毫米。

2 用平板铁锹从底部鏟起，堆成圆锥体，每次从锥体尖端倒下。

3. 用锹将锥体压扁。

4. 用锹将煤样作十字形划成四个扇形体，去掉两个相对的扇形体。

5. 可以适当的再把大块破碎至小于13毫米，继续进行第二、三、四、五次缩分至最后全量约一公斤。

6. 然后取出250克试样装入具有磨口玻璃塞的广口瓶中，进行分析。

灰渣取样：规定于灰车或灰堆中分点取样，力求取得有代表性的样品。二班每次下灰时取。每炉每天取样至少一次，每次5~10公斤。

上述所取得的灰渣试样用破碎机及球磨机粉碎至60网目后用与煤焦相同的四分法缩分成250~300克送分析室进行测定。

(2) 液体取样

液体大都比固体均匀而易于取得。取样容器应洗净并加以干燥，或用试样洗涤数次。一般液体取样可分如下两种情况：

1. 自大贮藏器中取样：在容器内部离液面总高度的 $1/10$ 处取样一升，在中部取样 $1 \sim 3$ 升，在下部或出口管处取样一升，然后混合。或根据具体情况，找出某适当取样点直接取样。

2. 自输送管中取样：在输送管上装取样阀，阀上装一根取样管即可取样。或在某点直接取样。

(3) 气体取样

气体取样通常由气体管道的连续气流中取得。合成氨生产中气体有常压和高压两种：

1. 自常压管道中取样：

自常压管道中取样时，取样管应插入气管中深度为气管的 $1/3$ ，以保证所取试样具有代表性。

气体取样管不应安装在气体发生涡流的部位（如弯管、阀门、

节气门、扩散器等), 样管安装时要与水平线成 $10\sim 25^\circ$ 角, 以便排除冷凝液。

取样前必须有足够的排气, 以保证气样的代表性。

2. 自高压设备中取样:

自高压设备中取样需先将气样通过减压设备, 然后进行取样。

二、注意事项

(1) 分析测定前的准备工作

分析前应预先按测定方法做好仪器药品的准备工作, 所用仪器必须洁净, 药品必须有效。

(2) 分析室操作有关注意事项

1. 与橡皮管连接的玻璃管管口必须烘熔消除锐口。连接时口径必须互相适应。

2. 禁止用嘴吸取有毒样品, 应用橡皮球吸取。

3. 处理有害物质时需在通风橱内进行。

4. 处理浓酸、浓碱、氨、铜氨液或粉碎试样等时, 需用防护用品, 如戴胶皮手套和眼镜等。

5. 铁壳电器设备应有接地装置。

6. 处理易燃易爆物品应远离火源。

7. 稀释浓硫酸时只能在不断搅拌的情况下, 慢慢将酸倒入水中, 不得将水倒入酸中。

(3) 现场取样安全注意事项

1. 进入车间需戴安全帽。

2. 经过酸、氨等管线下, 如发现滴漏时, 不得抬头仰望。不得在运动的设备上通行。禁止以电线作扶手。切忌靠近高压电线。

3. 登高取样时应注意安全, 必要时戴安全带。

4. 取有毒试样时需站在上风。

5. 电器设备有故障时, 通知电工修理, 不得自己乱动。

第一篇 生产控制分析部分

第一章 造 气

(一) 煤焦的工业分析及灰渣残碳分析

本章适用于白煤、焦炭分析。须按照国家标准
分析结果的表示方法：

	应用基	分析基	干燥基	可燃基
水份	W^p	W^a	—	—
灰份	A^p	A^a	A^c	—
挥发份	V^p	V^a	V^c	V^r
固定碳	C^p	C^a	C^c	C^r

一、水份分析

(1) 仪器設備

干燥箱：带有自动调温装置，并能保持 $102\sim 105^{\circ}\text{C}$ ；

干燥器：内装干燥剂（如氯化钙）；

称量瓶：直径40毫米，高25毫米。尺寸可略有变动；

研钵及牛角匙；

天平：准确度0.0001克。

(2) 分析手續

将密闭在玻璃瓶内的试样，继续用研钵粉碎至3毫米以下，充分混合后，迅速取出两份，各重 $10\sim 15$ 克，放在矮形称量瓶中，于 $102\sim 105^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中烘干（白煤烘2小时，焦炭烘1小时）。取出在空气中冷却约十分钟，移入干燥器冷却至室温，称重后进行半

小时检查性干燥，直至试样减少量不大于 0.01 克，或重量略有所增加时为止。在后一种情况下必须采用前一次重量作为计算依据。

(3) 计算

$$W^P = \frac{G_1}{G} \times 100$$

式中：

G_1 ——试样干燥后的减重(克)；

G ——试样重(克)；

W^P ——应用基水份(%)。

误差范围：绝对误差相当样品重的 $\pm 0.1\%$ 。

(4) 注意事项

1. 在粉碎试样至 3 毫米以下时，要全部过筛。
2. 称量瓶事前恒重。
3. 称量瓶放入干燥箱后，瓶盖应全开，在干燥器内或称量时，瓶盖应盖严。
4. 干燥箱不得同时烘烤水份相差较大的样品。

二、灰份分析

(1) 原理

将试样放入马弗炉内，于低温处慢慢灰化，然后在 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 的条件下灼烧至恒重。称重并计算灰份百分率。灼烧时因空气中的氧参与硫酸盐类分解的反应，故算得的灰份百分率并不代表煤焦中原有之无机盐成份。

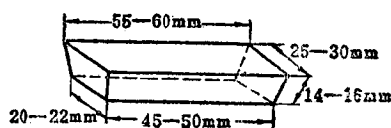


图 1 瓷灰碟

(2) 仪器设备

马弗炉：带有调温装置能保持 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ ；附有热电偶及高温表。炉子后壁具有烟囱和插放热电偶的小

孔。炉门有一窥视孔；

灰碟（即磁盘）：如图1。式样相同，尺寸可略有变动；

长柄铁夹子；

天平：1/10000克；

干燥器：口径约270毫米，内装氯化钙或硅胶粒子；

金属或磁制的薄板：宽略小于炉子空间宽度，长约200~250毫米。

（3）分析手續

分为缓慢灰化法和快速灰化法两种，二者可互相代用。

1. 缓慢灰化法

称取粒度为0.2毫米以下的测定水份后的试样 1 ± 0.1 克（精确到0.0002克），平铺于灰碟中，送入室温或不大于300℃的马弗炉中，慢慢灰化（炉温约1小时升至800℃），然后在 800 ± 25 ℃灼烧。

灰份小于40%的煤样灼烧1小时；大于40%时灼烧1½小时。从炉中取出灰碟，在空气中冷却约5分钟，然后放入干燥器内冷却30分钟后称量。并进行半小时检查性的灼烧至重量变化小于0.001克时为止。采用最后一次测定的重量作为计算依据。

2. 快速灰化法

将盛有试样的灰碟分三四排预先置于薄板上（磁或耐热金属板），将马弗炉加热到850℃，打开炉门，将上列薄板放在炉前缓慢推动薄板，使第一排灰碟中的试样慢慢灰化，待5~10分钟后，不再冒烟时，以每分钟1厘米的速度使二三四排灰碟顺序放到炉中炽热部份（若煤着火发生火焰，试验就作废），关闭炉门，使其在 850 ± 25 ℃的条件下灼烧40分钟，将金属板连同灰碟从炉中取出，在空气中冷却约5分钟，然后将灰碟置于干燥器中冷却30分钟后称重。其后再进行20分钟检查性的灼烧，至重量变化不超过0.001克为止。