

氮素工业生产的分析檢驗

第四册

蘇聯國立氮素工業研究設計院編

Q441

2/4

化学工业出版社

氮素工业生产的分析檢驗

第四册

空气分离車間的檢驗

苏联化学工业部国立氮素工业研究設計院(ГИАИ) 編

南开大学物理系勤工儉学翻譯小組 譯

工业出版社

在“氮素工业生产的分析检验”汇编的第四册中，阐述了空气分离工段生产过程的分析。

本书可供合成氨厂、氮肥厂等氮素工业工厂的分析检验人员使用，也可作为化工学院及中等专业学校固定氮专业师生的参考书。

本书由南开大学物理系勤工俭学翻译小组集体翻译。参加翻译的有：姜龙飞、赵镇、萧有谷、秦德配、隆宗华和张远程等六人。译稿最后由姜龙飞校订及整理。

在翻译过程中，曾蒙系行政大力支持及关怀，在此特地表示感谢。

由于我们水平有限，译错及欠妥之处在所难免，希望读者惠予指正。

ГИИЛ
АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ
ПРОИЗВОДСТВА
В АЗОТНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВЫПУСК 4
ГОСХИМИЗДАТ(МОСКВА, 1957)

氮素工业生产的分析检验

第四册

南开大学物理系勤工俭学翻译小组 译

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毫米¹/₃₂ 1959年8月第1版

印张：3⁶/₃₂

1960年3月第1版第2次印刷

字数：169千字

印数：1851—3650

定价：(10) 0.43元

书号：15063·0540

序 言

本汇编是在氮素工业企业中央试验室工作人员的参加下，由国立氮素工业研究设计院(ГИАП)分析试验室工作人员编写的。汇编中收集了由工厂试验室、ГИАП分析试验室及其他试验室制订并校验过的、氮素工业中统一的生产检验方法。

第四册所载为空气分离工段生产的分析检验方法。

目 录

序 言	2
空气中乙炔的测定	3
用ГИАП型量尘器测定气体含尘量	15
碱洗滌塔和氨热交换器后的空气中二氧化碳的测定	35
氨热交换器后空气中氨的定性检验	39
由蒸发器出来的液态空气中氧的测定	40
液态氧中乙炔的测定	44
冷凝-比色法	44
吸附法	47
气态氧純度的测定	50
气态氧和液态氧中揮发性有机杂质的测定	53
电导测定法	53
用ЭКV仪器作电导测定	66
滴定法	71
氮中杂质氧的测定	73
比色法	73
半連續法	79
氮气中硫化氢的定性检验	83
氮气和空气中可燃杂质的测定	84
用带有緩慢燃烧管的装置进行测定	84
用ИГФ-11—54型装置进行测定	87
净化空气用新鲜碱液和循环碱液的分析	96
NaOH和Na ₂ CO ₃ 的测定	96
乙炔的测定	98
可氧化性的测定	99
沉淀的测定	99
附录	100
化气体体积为标准状态下体积的换算图表	100

目 录

序 言	2
空气中乙炔的测定	3
用ГИАП型量尘器测定气体含尘量	15
碱洗滌塔和氨热交换器后的空气中二氧化碳的测定	35
氨热交换器后空气中氨的定性檢驗	39
由蒸发器出来的液态空气中氧的测定	40
液态氧中乙炔的测定	44
冷凝-比色法	44
吸附法	47
气态氧純度的测定	50
气态氧和液态氧中揮发性有机杂质的测定	53
电导测定法	53
用ЭКУ仪器作电导测定	66
滴定法	71
氮中杂质氧的测定	73
比色法	73
半連續法	79
氮气中硫化氢的定性檢驗	83
氮气和空气中可燃杂质的测定	84
用带有緩慢燃烧管的装置进行测定	84
用ПГФ-11—54型装置进行测定	87
淨化空气用新鮮碱液和循环碱液的分析	96
NaOH和Na ₂ CO ₃ 的测定	96
乙炔的测定	98
可氧化性的测定	99
沉淀的测定	99
附录	100
化气体体积为标准状态下体积的換算图表	100

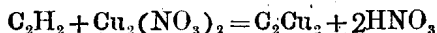
序 言

本汇编是在氮素工业企业中央试验室工作人员的参加下，由国立氮素工业研究设计院(ГИАП)分析试验室工作人员编写的。汇编中收集了由工厂试验室、ГИАП分析试验室及其他试验室制订并校验过的、氮素工业中统一的生产检验方法。

第四册所载为空气分离工段生产的分析检验方法。

空气中乙炔的測定

方法原理 在液态氧的溫度下，用活性氧化鋁(鋁矾土)或硅胶吸附乙炔；而后在氮气流中加热，使乙炔分离出来，并用亚銅盐的氨溶液吸收之。当乙炔与亚銅盐相互作用时，生成乙炔銅，例如：



乙炔銅的胶体溶液呈紫紅色，将其与标准溶液的顏色进行比较。

試 剂

苛性鈉——30%溶液。

鉻酸酐——10%稀硫酸(1:1)溶液。

电石。

乙炔吸收剂。为了制备100毫升吸收剂，可在容积为100毫升的量瓶中将0.5克硝酸銅 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 溶于15毫升蒸餾水中并添加10%氨溶液，使得所制成的溶液中含有0.53克 NH_3 。然后，加入2.3克盐酸羟基胺 $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ (溶于30~35毫升蒸餾水中)，4.5毫升2%明胶溶液和33毫升96%酒精。添加蒸餾水至标记并仔細混和溶液。制成的溶液應該是无色的，存放期限不得超过一昼夜。

明胶溶液 在加热的条件下，将2克明胶溶于100毫升蒸餾水中。将溶液装于带塞的瓶中，置于阴凉处，可保存一周。

硝酸鈷 $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 标准溶液，供制备稳定的标准溶液色阶用。在100^②毫升标准溶液中应含有整20克 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。用工业天平称取20.2~20.5克化学純硝酸鈷并在容积为100毫升的量

① 用滴定方法确定溶液中的氨含量。譬如由滴定知道，1毫升氨溶液含0.0968克 NH_3 ，那么这样的溶液应该添加 $0.53:0.0968=5.48$ 毫升。

② 原书为10，可能有誤——譯者。

瓶中将其溶于蒸馏水中。将量瓶中的溶液稀释至标记并仔细混和溶液。

测定所得溶液中硝酸钴含量。为此，用吸量管取4毫升该溶液注入预先灼烧及称重过的瓷坩埚中。在沙浴上小心蒸发坩埚中的溶液。冷却坩埚，添加0.5毫升比重为1.84的硫酸并蒸发至三氧化硫蒸气停止冒出为止。然后，在馬弗炉中，于400~450°C的温度下灼烧坩埚，冷却后再称重。

$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的含量 x (克/100毫升溶液)，按下式计算：

$$x = \frac{a \times 291.05 \times 100}{155.00 \times 4} = 46.944a$$

式中 a ——灼烧残渣 CoSO_4 的重量，克；

291.05—— $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 分子量；

155.00—— CoSO_4 分子量。

假如在分析时发现，100毫升溶液中 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量少于或多于20克，则相应地添加计算量的钴盐或用水稀释溶液，而后重新测定溶液中的硝酸钴含量，直至所得溶液的钴盐含量为每100毫升溶液整20克 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (溶液1)。

硝酸铬 $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 标准溶液，供制备稳定的标准溶液色阶用。在100毫升标准溶液中应含有整10克 $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 。用工业天平称取10.2~10.3克化学纯硝酸铬并在容积为100毫升的量瓶中将其溶解于蒸馏水中。将量瓶中溶液稀释至标记并仔细混和溶液。

测定所得溶液中的硝酸铬含量。为此，用吸量管取3毫升该溶液注入容积为100毫升的烧杯中。添加50毫升水，0.2克纯碱及15毫升2% KMnO_4 溶液并煮沸10分钟。为了分解剩余的高锰酸钾，添加2毫升酒精并煮沸至乙醛气味完全消失为止。将溶液通过滤纸过滤，并用水洗涤滤纸。在滤液中加入12毫升稀硫酸(1:4)和2克碘化钾。析出的碘用0.1N硫代硫酸钠溶液滴定。

$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 含量 y (克/100毫升溶液), 按下式計算:

$$y = \frac{a \times K \times 0.01333 \times 100}{3} = \frac{1.333 \times a \times K}{3}$$

式中 a ——滴定中所消耗的 $0.1N$ 硫代硫酸鈉溶液的体积, 毫升;

K ——化硫代硫酸鈉溶液浓度为整 $0.1N$ 的校正系数;

0.01333 ——与 1 毫升 $0.1N$ 硫代硫酸鈉溶液相当的 $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 量, 克。

假如在分析时发现, 100毫升溶液中 $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 含量少于或多于10克, 則相应地添加計算量的鉍盐或用水稀释溶液, 而后重新测定溶液中的硝酸鉍含量, 直至所得溶液中的鉍盐含量为每 100 毫升溶液整10克 $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (溶液 2)。

标准色阶的制备

将蒸餾水和制备好的硝酸鉍及硝酸鉍溶液, 按照表 1 所列之数量加入洗净而干燥的比色管中。比色管由无色玻璃制成, 具有同一尺寸(内径10~11毫米, 长140~150毫米)。焊封比色管并很好地混和管内的溶液。制成之标准色阶, 其溶液的颜色相当于每10毫升溶液含有0.01~0.12毫升乙炔。

测定乙炔用的人造标准色阶

表 1

管号	溶液 1, 毫升	溶液 2, 毫升	蒸餾水, 毫升	所相当的乙炔含量, 毫升/10毫升 溶液(第14頁公式中的 a 值)
1	0.40	0.25	9.35	0.01
2	0.98	0.47	8.55	0.02
3	1.55	0.68	7.77	0.03
4	2.15	0.88	6.97	0.04
5	2.80	1.06	6.14	0.05
6	4.20	1.40	4.40	0.07
7	5.70	1.70	2.60	0.09
8	7.95	2.05	—	0.12

人造标准色阶的钴盐及铬盐溶液颜色是很稳定的，可以保持一年（假如溶液存放在焊封的比色管中的话）。

根据乙炔水溶液检验标准色阶 ① 为了检验新制成的人造标准色阶，将该色阶溶液的颜色与天然色阶溶液的颜色进行比较。天然色阶是将乙炔溶于蒸馏水并添加乙炔吸收剂而制成的。

乙炔水溶液制备装置略图示于图 1。

用水分解电石制取乙炔。将约 40 克磨碎的电石置于干燥的、带导出管烧瓶 1（最好是圆底的）中。用带有滴液漏斗 2 的塞子盖住烧瓶，在滴液漏斗中加水。为了平衡装置中的压力，使滴液漏斗与烧瓶的导出管连通，而后者又与洁净乙炔用的瓶 3、4、5、6 相连。洗气瓶 3 中注入 30% NaOH 溶液，洗气瓶 4 中注入 10% 铬酸酐的稀硫酸 (1:1) 溶液，洗气瓶 5 中注入蒸馏水。瓶 6 是安全瓶。

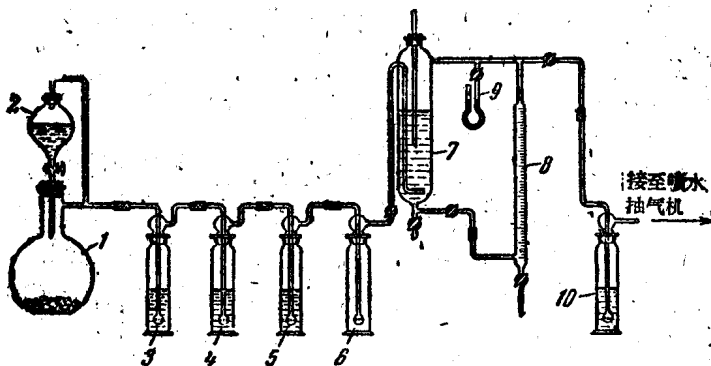


图 1 乙炔水溶液制备装置略图

1—烧瓶；2—滴液漏斗；3、4、5、10—洗气瓶；6—安全瓶；7—吸收器；
8—滴管；9—压力计

将瓶 6 与装有蒸馏水的吸收器 7（供乙炔饱和用）连接。为了吸收得更完全，进入吸收器的乙炔输送管末端装有一块多孔玻璃板。吸收器与容积为 10 毫升的滴管 8 连通；滴管所放的位置要恰好使其零刻度稍低于吸收器中的液面。为了调节装置中的压力，将喷水抽气机（经过洗气瓶 10）接到装置上。压力按水银压力计 9 控制。

① 如果严格地遵守标准色阶制备操作规程，即做到对原料钴盐及铬盐溶液进行分析和按照表 1 准确地配置，那么标准色阶的检验可不必进行。只有在仲裁分析时才须进行检验。

通过滴液漏斗一滴一滴地加水，同时注意使装置中的压力不要太高。

用分解出的乙炔将水饱和2.5~3小时，并按照插入吸收器的温度计记下饱和温度。

将水饱和之后，继续通入乙炔气流，预先用所制得的乙炔水溶液将滴管8洗涤2~3次，而后将它装满。由滴管将15~20毫升溶液通过伸至量瓶底的滴管尖端注入已装有半瓶蒸馏水的量瓶(容积为100毫升)中。用蒸馏水将量瓶内溶液迅速稀释至标记；塞紧量瓶，任其混和。

乙炔在水中的溶解度列于表2。

在表2中可以找到相当于饱和温度的乙炔含量并据此计算出在所制备的乙炔稀溶液中乙炔的含量。由于乙炔极易逸出，故应在制备标准色阶的同时进行乙炔稀溶液的检验分析。

在不同温度下乙炔在水中的溶解度

表 2

温度 ℃	单位体积水中乙炔 的溶解量(以单位 体积计)	温度 ℃	单位体积水中乙炔 的溶解量(以单位 体积计)	温度 ℃	单位体积水中乙炔 的溶解量(以单位 体积计)
10	1.31	16	1.13	22	0.99
11	1.27	17	1.10	23	0.97
12	1.24	18	1.08	24	0.95
13	1.21	19	1.05	25	0.93
14	1.18	20	1.03	26	0.91
15	1.15	21	1.01		

图2是标准乙炔水溶液的制备及分析装置略图。

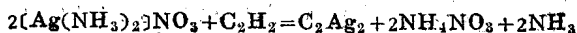
将装有溶液的量瓶4接至高位瓶1。为此，迅速拔出量瓶上的塞子并用带虹吸管3的塞子2塞住量瓶。高位瓶中的压力是通过滴液漏斗注入NaCl饱和溶液来产生的。

虹吸管上接有容积为10毫升的滴管5(供取分析样品用)及容积为1~2毫升的微量滴管6(供计量注入标准色阶比色管的溶液用)。

将10毫升0.2N AgNO₃溶液及2毫升25%氨溶液加入容积为50毫升、带有磨砂塞的锥形瓶中。

将瓶1与滴液漏斗接通，在瓶1中造成压力。打开旋塞8，用瓶4中的溶液充满滴管5，直至达到零刻度为止。旋塞9此时是关闭的。将滴管尖端插入装于锥形瓶中的AgNO₃氨溶液，在不断搅伴的情况下由滴管注入10毫升溶液。用塞子塞住锥形瓶，好好地摇匀之。

在有氨存在的条件下，乙炔与硝酸银发生下列反应：



将乙炔银沉淀滤去，并用冷水洗涤。于滤液中加入3毫升浓硝酸，并以铁钨矾为指示剂，用0.1N 硫氰化铵溶液滴定过量的硝酸银溶液。

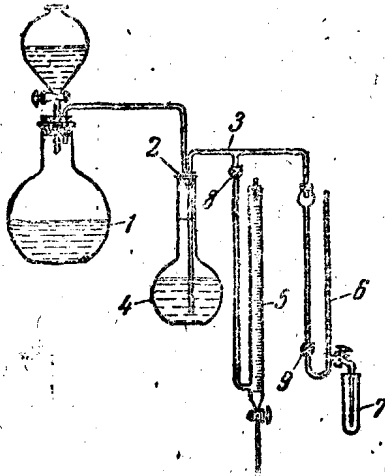


图 2 标准乙炔水溶液制备及分析装置略图

1—高位瓶；2—橡皮塞；3—虹吸管；4—量瓶；5—滴管；6—微量滴管；
7—比色管；8、9—旋塞

乙炔银极易爆炸，因此，对于过滤以后还是潮湿的沉淀，要在用水浴加热的条件下用20%硫酸溶液将它分解。不准将沉淀烘干和从滤纸上刮下来。

1毫升乙炔稀水溶液中乙炔的含量 α (毫升)，按下式计算：

$$\alpha = \frac{(10 - a \times K) \times K_1 \times 2.222}{10} = 0.2222(10 - a \times K) \times K_1$$

式中 10——分析所用的0.2N AgNO₃溶液体积，毫升；

a ——滴定过量硝酸银溶液所消耗的0.1N NH₄CNS溶液体积，毫升；

K ——AgNO₃溶液及NH₄CNS溶液之间的比例系数(相当于1毫升NH₄CNS溶液的AgNO₃溶液的毫升数)；

K_1 ——化AgNO₃溶液浓度为整0.2N的校正系数；

2.222——相当于1毫升整0.2N AgNO₃溶液的乙炔量(根据上述反应)，毫升。

根据求出的乙炔含量，分别算出含0.01、0.02、0.03、0.04、0.05、0.07、0.09、0.12毫升乙炔的乙炔稀水溶液体积(毫升)。

例题。已知1毫升乙炔稀溶液含0.2毫升乙炔。

在这种情况下，0.05毫升乙炔稀水溶液含有0.01毫升乙炔；

1 毫升——0.2毫升

x ——0.01

$$x = \frac{1 \times 0.01}{0.2} = 0.05 \text{ 毫升}$$

同样可以算出，0.1毫升乙炔稀水溶液含有0.02毫升乙炔，依此类推，0.6毫升含有0.12毫升乙炔。

将测定乙炔用的试剂注入洗净并烘干的比色管（由无色玻璃制成，具有同一尺寸；参看第5页）中。试剂量应该这样来计算，即加入乙炔稀溶液后总体积为10毫升（对于上举例题，第一管应加9.95毫升试剂，第二管——9.90毫升，依此类推，最后一管应加9.40毫升）。用橡皮塞把比色管塞紧。

打开微量滴管的旋塞9（参看图2），用来自瓶4的溶液将其充满。

将微量滴管尖端放入装有测定乙炔用的试剂的比色管中，并使尖端伸入溶液中。在每个管中注入计算量的乙炔稀溶液，用塞子塞住比色管并混和之。

用这种方法制备的标准色阶溶液的颜色，分别相当于乙炔含量由0.01至0.12毫升。

将由钴盐及铬盐溶液所制得的标准色阶溶液颜色与所得之乙炔水溶液颜色进行比较。如果标准色阶的制备很仔细（即做到对原料钴盐和铬盐溶液及乙炔水溶液进行分析、精确计算并准确配量溶液等），那么两种色阶中具有相同乙炔浓度的溶液，颜色也应该相同。

附注：1. 在分析乙炔水溶液及制备标准色阶时，一切操作都应该尽可能快地进行，以避免乙炔损失。

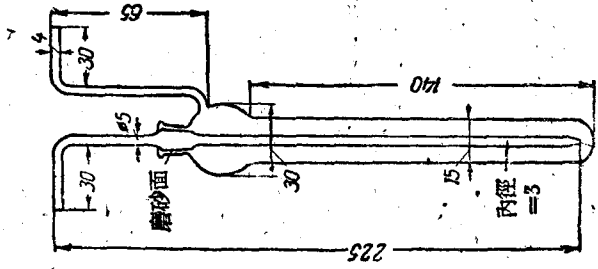
2. 检验人造标准色阶时，只准使用刚制备好的乙炔溶液及乙炔吸收剂。

3. 人造标准色阶的钴盐及铬盐溶液颜色是很稳定的，可以保持一年（假如溶液存放在焊封的比色管中的话）。

根据乙炔-氮混合气检验标准色阶 乙炔-氮混合气的制备及其配料装置略图示于图3。该装置包括：装有压缩氮的钢瓶1；两个氮气干燥瓶2（其中第一瓶装粒状氯化钙，第二瓶装硅胶）；容积为500~600毫升之容器4，供贮存乙炔-氮原料混合气用；容积为50毫升之量管5，供制备乙炔-氮稀混合气及其配量用；装有乙炔吸收剂的两个吸收器7。吸收器的尺寸列于图4。

在气体计量器中制备原料乙炔-氮混合气（乙炔浓度为3~4%）。乙炔取自钢瓶或用水分解电石来制取（参看图1）。按第6页所述的方法洗净乙炔，并将其收集于气体计量器中氯化钙饱和溶液的上面。用氮稀释，使乙炔的浓度为3~4%（体积百分数）。为了达到更好的混合，将混合气放置数日。

用所制得的混合气将容器4（参看图3）充满。为此，提起高位梨形水准瓶3，用水银充满容器至旋塞II。此时，旋塞II处于位置Γ，旋塞I处于位置B。然后，将旋塞II



孔 $\phi 1$
图 4 吸收器

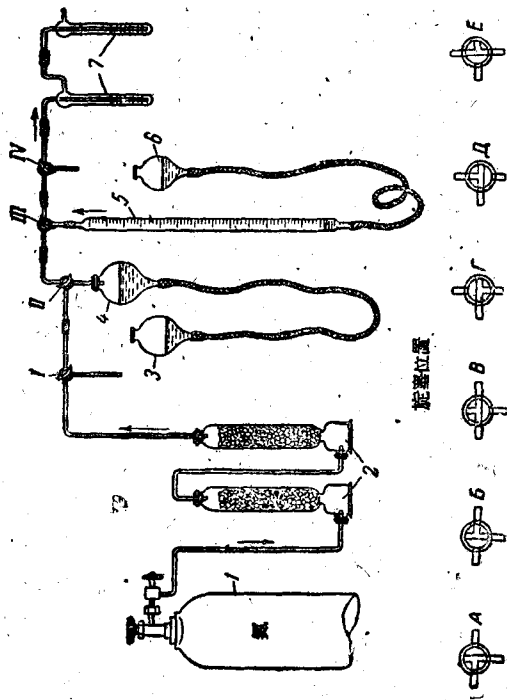


图 3 乙炔-氮混合气的制备及其配料装置略图
1—钢瓶；2—干燥管；3、6—梨形水准瓶；4—气体吸收器；
5—量管；7—吸收器；I~IV—瓣形旋塞

轉至位置Ⅱ。將旋塞Ⅰ的自由支管接至氣體計量器，並以來自氣體計量器的混合氣吹淨連接管。

此時，旋塞Ⅰ處於位置B，旋塞Ⅱ處於位置Ⅱ，旋塞Ⅲ處於位置B，旋塞Ⅳ處於位置A。

放下梨形水準瓶3，將來自氣體計量器的混合氣收集於容器4中（旋塞Ⅱ處於位置Ⅱ）。用混合氣將梨形水準瓶充滿後，把旋塞Ⅱ轉至位置Ⅱ，旋塞Ⅰ轉至位置B，並拆掉氣體計量器。

與容器4裝氣的同時，進行氣體計量器中混合氣的分析。將氣體試樣取入帶有磨砂旋塞並稱重過的真空球形瓶（蓋亞爾球）。在瓶中已預先加入10毫升0.2N AgNO_3 溶液和2毫升25%氨溶液。

吹淨氣體計量器的連接管後，將球形瓶接至管上，迅速旋轉旋塞，放入待測的混合氣，使得樣品重為0.2~0.3克。

將瓶稱重後，好好地搖蕩之，然後濾去乙炔銀沉淀（關於處理乙炔銀沉淀的注意事項，請參閱第8頁）。用冷水洗滌沉淀，用3毫升濃硝酸酸化濾液；過量的硝酸銀用0.1N硫氰化鉍溶液滴定（以銹鉍為指示劑）。

乙炔含量（以體積分數表示）按下法計算。

分析所取的乙炔-氮混合氣的重量——G克。

用滴定法求得的乙炔重量（克）：

$$G_1 = 0.0026(10 - a \times K) \times K_1$$

式中 a——滴定過量硝酸銀溶液所消耗的0.1N NH_4CNS 溶液體積，毫升；

K—— AgNO_3 溶液與 NH_4CNS 溶液間的比例係數（相當於1毫升 NH_4CNS 溶液的 AgNO_3 溶液的毫升數）；

K_1 ——化 AgNO_3 溶液濃度為整0.2N的校正係數；

0.0026——相當於1毫升0.2N AgNO_3 溶液的乙炔重量，克。

求出的乙炔重量相當於乙炔的體積（毫升）：

$$V_1 = \frac{(10 - a \times K) \times K_1 \times 0.0026 \times 22220}{26} = 2.222(10 - a \times K) \times K_1$$

分析所取的混合氣中氮氣重量 G_2 （克）等於：

$$G - (0.0026(10 - a \times K) \times K_1)$$

這相當於氮氣體積 V_2 （毫升）：

$$V_2 = \frac{22400(G - (0.0026(10 - a \times K) \times K_1))}{28} \\ = 800(G - (0.0026(10 - a \times K) \times K_1))$$

乙炔含量（體積分數）：

$$\%C_2H_2 = \frac{(10-a \times K) \times K_1 \times 2.222 \times 100}{\{G - [(10-a \times K) \times K_1 \times 0.0026]\} \times 800 + [(10-a \times K) \times K_1 \times 2.222]}$$

$$= \frac{222.2(10-a \times K) \times K_1}{800\{G - [0.0026(10-a \times K) \times K_1]\} + [2.222(10-a \times K) \times K_1]}$$

在量管 5 中制备乙炔-氮稀混合气；乙炔浓度应为 0.5~1%。为此，将旋塞 III 轉至位置 B，旋塞 IV 轉至位置 A，提起梨形水准瓶 6，用水銀灌滿量管 5。

俟水銀將量管充滿至旋塞 III 后，將旋塞 III 轉至位置 A，小心旋轉旋塞 II 至位置 B 并放下梨形水准瓶 6（此时梨形水准瓶 3 應該这样固定，使得瓶中的水銀面稍高于容器 4 中的水銀面），收集少量混合气于量管中，供吹淨連接管之用。隔斷容器 4，將收集的气体放入大气中（此时旋塞 III 应处于位置 B，旋塞 IV 应处于位置 A）。

然后，重新收集 8~10 毫升混合气于量管中并置旋塞 III 于位置 B，旋塞 II 于位置 A。使所取混合气的压力等于大气压，精确地确定它的体积；为此，將梨形水准瓶 6 这样安放，使得瓶中水銀面和量管中水銀面等高。

用氮把管路吹乾一些時間，然后将氮收集于量管中，至总体积为 50 毫升为止，讓混合气体好好地混和。

算出所制得的稀混合气中乙炔的含量（体积百分数），并計算需要由量管放多少混合气（以体积計）到装有试剂的吸收器 7 中，才能获得相当于 0.01、0.02、……、0.12 毫升乙炔（在标准状态下）的顏色。

也可以由量管取出这样数量的混合气，即使得混合气体积便于由量管刻度讀出，然后算出在标准状态下它相当于多少乙炔体积。

量管中气体体积都应在大气压力下讀出，也就是要把梨形水准瓶 6 固定得使瓶中水銀面和量管中水銀面等高。

为了制备相当于被檢驗的标准色阶溶液顏色的有色溶液，于每个吸收器 7 中各注入 10 毫升乙炔測定用试剂，并将它們順序接至旋塞 IV。把旋塞 IV 轉至位置 B，旋塞 III 轉至位置 B，小心提起梨形水准瓶 6，由量管將算好体积的混合气以緩慢的速度放入吸收器 7（更使气泡能够敷出）。

然后，將旋塞 III 轉至位置 B 并以同样緩慢的速度將氮气由鋼瓶送入吸收器 7，以吹淨連接管（此时，旋塞 I 处于位置 B，旋塞 II 处于位置 A）。經過一段時間后，停止送氮气，將有色溶液由第一吸收器轉注入比色管（第二吸收器中的溶液不应有色）。

重复上述的操作，以制备含有其他不同体积乙炔的有色溶液。

为了檢驗由鉍盐及鉍盐溶液所制成之标准色阶，將色阶的各种溶液的顏色与由吸收器 7 得到的溶液顏色进行比较。

如果混合气及标准色阶的制备很仔細（包括对原料盐預先进行分析）并且配量准确，則乙炔浓度相同的溶液，顏色也應該一致。