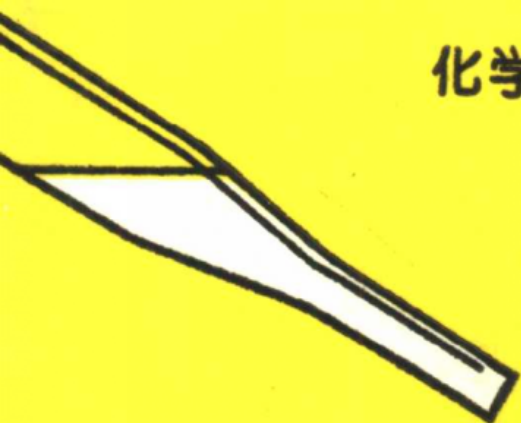


化学工业部化肥司组织编写



硫酸 生产分析规程

（1992年修订版）

化学工业出版社



数据加载失败，请稍后重试！

TQ111.1

14:2

硫酸生产分析规程

(1992年修订版)

化学工业部化肥司组织编写

化学工业出版社

(京)新登字039号

内 容 提 要

本规程系1979年出版的《硫酸生产分析测定规程》的修订版,新版中补充了硫酸生产分析中的基本理论与基本操作、固体亚硫酸铵的生产分析及最新标准以及计算用图表。重点修改了生产控制分析。

1992年修订版使用中华人民共和国法定计量单位,并对图表和公式中的数据进行了相应的换算。

本书供各硫酸生产厂工程技术人员和分析人员使用,也可供大中专、技工学校分析专业师生参考。

1992年修订版执笔者为成钦炳、杨荣泰,蒋华中同志对全书又进行统一整理。

硫酸生产分析规程

(1992年修订版)

化学工业部化肥司组织编写

责任编辑:孙绥中

封面设计:于 兵

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里3号)

化学工业出版社印刷厂印刷

三河市前程装订厂装订

新华书店北京发行所经销

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ 印张 22 插页 2 字数500千字
1993年10月第1版 1993年10月北京第1次印刷

印 数 1—4500

ISBN 7-5025-1135-0/TQ·359

定价18.50元

关于颁发《硫酸生产分析规程》 的通知

随着硫酸生产的发展，1979年化学工业部化肥司颁发的《硫酸生产分析测定规程》已不能适应需要，为此，委托南京化学工业公司研究院对原规程组织了重新修订。在修订过程中广泛征求了有关单位的意见，针对原规程中存在的问题，组织了大化公司化肥厂、四川化工厂、葫芦岛锌厂、重庆化工厂、大冶有色公司冶冻厂、沈阳冶冻厂、南化公司磷肥厂、郴州地区化肥厂等单位对一些分析方法进行了重新验证，并增加了工业生产分析的基础理论部分。

新规程由南化研究院陈锡钧、成钦炳、杨荣泰、胡学文四位同志执笔。于1985年6月在四川硫酸厂召开会议，对规程初稿进行了审定。本规程是硫酸厂生产分析测定的依据，也可作为企业技术人员、分析人员的培训教材。新规程于1989年元月代替原规程，开始执行。

在执行本规程中如遇到问题，请及时向化工部化肥司反映。

化工部化肥司

1988年3月30日

编 者 的 话

1983年，化工部化肥司要求南化公司研究院对1979年版《硫酸生产分析规程》进行修改，为此，我们先后走访了全国各种不同原料、不同流程的硫酸厂约30家，听取了各生产厂对原《硫酸生产分析测定规程》的意见，同时也收集了近年来国内外有关硫酸生产分析方面的资料，并由化工部化肥司组织了两次座谈会，分别对取样地点和生产控制分析中存在的问题进行了讨论。继后，又对炉气中升华硫的测定、污水中总酸度的测定以及冷冻烟气中尘含量的测定组织了试验验证。前后共历时二年。根据大多数硫酸厂分析工作者的要求，本书着重对原《硫酸生产分析测定规程》中的生产控制分析进行了修改，并增加了固体亚硫酸铵的生产控制分析。还编入了分析方法的基本操作与基础理论，参考了本专业的最新标准，扩大了附录的计算查表范围。

全书共分五篇。第一篇“分析方法基础理论与基本操作”：包括与本专业分析中有关的仪器分析法与物性测定法通则，化学分析的基础知识以及硫酸生产分析中主要项目的基础理论。以加深硫酸分析工作者对本书中分析方法的理解决。第二篇“原材料与成品分析”：收集了近年来新修订的本专业国家标准，其中某些项目的测定在不同标准中可能存在某些技术上的差异。本篇除作编辑上修改外，原则上不作任何技术上修改。第三篇“生产控制分析”是本书的重点。本篇仅对《硫酸生产分析规程》1979年版中技术上或编写上存在的问题作了修改与补

充。第四篇“废气、废水、废渣及环境中有害物的分析”：本篇收集了近年来国内颁布的硫酸工业污染物排放标准与环境监测标准等分析方法，从中选出与硫酸生产有关的项目与通用方法并单独另立章节。第五篇“其他分析”：包括锅炉水质分析、安全动火分析、钒催化剂分析与油的分析，本篇也尽量收集了国内外有关的标准分析方法。附录部分除保留原书中与分析计算有关的内容外，还补充了分析化学工作中常用的数据，以便于分析工作者在使用中查阅。

由于各标准制订的时间不同，标准溶液的配制有可能不一致，有待标准修改后统一，书中除有其规定的配制方法外，均参照本书标准溶液的配制方法进行。

本书于1963年9月完成第一版，1979年对“规程”进行了修改^①。本次修改编写工作得到化工部化肥司赵增泰同志的支持，由齐焉同志直接组织南化公司研究院陈锡钧、成钦炳、杨荣泰、胡学文同志编写，并经虞钰初总工程师审阅。在编写前吴孝仙、楼士志等同志，提供了大量有益的建议和意见。在编写过程中，李宝康、李宝世、彭荣华、杨安静、黄天时、胡正芳、于庆生、杨振义、王凤英等同志参加了部分试验验证工作，金雪芳同志收集整理了亚硫酸铵生产控制分析方法。不少同志提供了宝贵意见和资料，并帮助绘制插图，使编写工作得以顺利完成。我们表示深切感谢。

限于时间仓促和我们的水平，书中缺点错误在所难免，敬请读者谅解和批评指正。

(编者 1985年10月)

① 参加1979年修改版编写工作的有叶雅珍、吴孝仙、杨振华、杨荣泰、成钦炳、胡学文等同志。

1992年修订版编者的话

由于八十年代初期编写的《硫酸生产分析规程》中所使用的计量单位已不符合当前要求，加之原版内容尚有部分需要修改和补充，再根据各使用单位的建议，我们遵照化工部化肥司提出的要求，集中力量修订了此书。主要对书中的计量单位修改为中华人民共和国统一实行的法定计量单位；并且还全面修订了书中的标准溶液、杂质标准溶液及制剂、制品的制备，使之与国家标准相吻合；另外，对原版中的某些错误与遗漏之处，也作了详细订正与补充，使之达到尽量完善。

本修订版本的整个工作，在化工部化肥司齐焉同志直接组织下进行，由南京化学工业（集团）公司研究院成钦炳、杨荣泰两同志执笔。由于时间仓促，错误与不妥之处在所难免，敬请读者指正。

编者于1992年6月南京

目 录

第一篇 分析方法基础理论与基本操作

第一章 化学分析通则	1
第一节 百分率与百万分率的表示方法	1
第二节 溶液	1
第三节 分析方法中一些用语的含义	2
第二章 仪器分析方法与物性测定方法	4
第一节 可见分光光度法	4
第二节 原子吸收分光光度法	11
第三节 电位滴定法	16
第四节 示波极谱法	22
第五节 离子选择性电极法	25
第六节 pH值测定法	38
第七节 密度、相对密度测定法	46
第八节 粒度测定法	58
第三章 基准物质与标准溶液	60
第一节 试剂的规格与等级	60
第二节 试剂的保存和贮存方法	61
第三节 基准试剂	63
第四节 标准滴定溶液制备方法	63
第五节 标准液制备方法	79
第六节 制剂及制品制备方法	84
第七节 纯水的制取	93
第四章 容量器皿的校准	98
第一节 滴定管的校准	100

第二节	移液管与容量瓶的校准	101
第三节	气体计量仪器的校准和使用	102
第五章	安全守则	106
第一节	分析室一般安全守则	106
第二节	易燃、易腐蚀和有毒物品的使用	106
第三节	一般伤害的救护	108
第四节	现场采样安全注意事项	108
第六章	分析误差和数据处理	109
第一节	误差与偏差	109
第二节	准确度与精密度	115
第三节	有效数字及其运算规则	116
第七章	取样方法	120
第一节	硫铁矿的取样方法	120
第二节	工业硫磺试样的采取	123
第三节	硫酸的取样方法	125
第四节	气体的取样方法	125
第五节	液体二氧化硫的取样	136
第六节	工业固体亚硫酸铵的取样	137
第七节	取样规则	137
第八章	分析方法基础理论	138
第一节	硫及硫铁矿的分析	138
第二节	铁的分析	140
第三节	砷的分析	146
第四节	氟的分析	150
第五节	铜的分析	158
第六节	铅的分析	161
第七节	锌的分析	163
第八节	汞的分析	166
第九节	硒的分析	167
第十节	镉的分析	170

第十一节	二氧化硫的分析	170
第十二节	三氧化硫和酸雾的分析	174
第十三节	氮氧化物的分析	175
第十四节	水分的分析	176
第十五节	钒的分析	178

第二篇 原材料与成品分析

第一章	硫铁矿和硫精矿测定方法	179
第一节	矿样的采取及制备	179
第二节	矿中水分含量的测定	179
第三节	矿中有效硫的测定	180
第四节	矿中铁含量的测定	184
第五节	矿中砷的测定	186
第六节	矿中氟的测定	190
第七节	矿中铜的测定	192
一、	示波极谱法	192
二、	双环己酮草酰二脲比色法	194
第八节	矿中铅的测定	197
一、	示波极谱法	197
二、	EDTA容量法	198
第九节	矿中锌的测定	201
一、	示波极谱法	201
二、	PAN比色法	203
第十节	矿中碳的测定	206
第二章	工业硫磺的测定方法	209
第一节	试样的采取和制备	209
第二节	硫含量的测定	209
第三节	水分的测定	209
第四节	灰分的测定	210

第五节	酸度的测定	211
第六节	有机物的测定	212
第七节	砷的测定	216
一、AgDDC分光光度法		216
二、古蔡法		219
第八节	铁的测定	221
第九节	粉状硫磺筛余物的测定	223
第三章	工业硫酸的测定方法	224
第一节	取样方法	224
第二节	硫酸含量的测定	224
一、硫酸含量的测定		224
二、游离硫酸酐含量的测定		225
第三节	灼烧残渣的测定	227
第四节	铁的测定	228
第五节	砷的测定	230
一、AgDDC分光光度法		230
二、古蔡法		232
第六节	三氧化二氮的测定	234
第七节	二氧化硫的测定	236
第八节	氯化物的测定	238
一、电位滴定法		238
二、氯化银目视比浊法		241
第九节	透明度的测定	242
第十节	色度的测定	243
第四章	蓄电池用硫酸的测定方法	244
第一节	取样方法	244
第二节	硫酸含量的测定	244
第三节	灼烧残渣含量的测定	244
第四节	锰含量的测定	244
第五节	铁含量的测定	246

第六节	砷含量的测定	246
第七节	氯化物含量的测定	246
第八节	氮氧化物含量的测定	247
第九节	铵含量的测定	250
第十节	二氧化硫含量的测定	255
第十一节	铜含量的测定	255
第十二节	还原性高锰酸钾物质含量的测定	257
第十三节	色度的测定	259
第十四节	透明度的测定	259
第五章	液体二氧化硫的测定方法	259
第一节	取样方法	259
第二节	残渣的测定	259
第三节	水分含量的测定	260
第四节	二氧化硫含量的测定	264
第五节	砷含量的测定	264

第三篇 生产控制分析

第一章	硫酸生产技术经济指标	266
第一节	大型硫酸厂主要技术经济指标	266
第二节	中、小型硫酸厂主要技术经济指标	267
第三节	主要技术经济指标的测定要求	268
第四节	主要技术经济指标的核算	270
第二章	接触法硫酸生产控制分析	275
第一节	生产控制分析项目	275
第二节	硫铁矿与矿渣分析	279
一、	水分含量的测量	279
二、	有效硫的测定	280
三、	总硫的测定	283
四、	碳含量的测定	285

五、粒度筛析	285
第三节 炉气中尘的测定	287
一、外部取样法	287
二、内部取样法	290
三、冶炼烟气中尘含量的测定	293
1. 外部取样灼烧温度校正法	293
2. 滤膜测尘法	296
3. 尘的间接测定法	298
第四节 炉气中二氧化硫含量的测定	301
第五节 炉气中三氧化硫含量的测定	304
第六节 炉气中酸雾含量的测定	308
一、棉塞法	308
二、滤板法	311
第七节 炉气中水分含量的测定	314
第八节 炉气中砷、氟含量的测定	317
一、砷含量的测定	319
二、氟含量的测定	320
1. 茜素磺酸钠比色法	320
2. 铬青R比色法	321
3. 氟离子选择性电极法	323
第九节 炉气中硫蒸气含量的测定	324
第十节 尾气中三氧化硫含量的测定	328
第十一节 冷却水酸度的测定	329
第十二节 废水和稀酸的分析	331
一、废水中二氧化硫含量的测定	331
1. 碘量法	331
2. 中和法	332
二、废水中总酸度的测定	334
三、废水中总硫含量的测定	335
第十三节 循环酸浓度的测定	337

一、比重法	337
二、中和法	339
第十四节 氨法尾气回收的母液分析	339
一、亚硫酸铵含量的测定	339
二、比重的测定	340
三、总亚硫酸盐含量的测定	341
四、分解塔母液酸度的测定	342
五、母液中和后含氨量的测定	343
六、母液中各成分的分别测定	344
七、生产固体亚硫酸铵的生产控制分析	349
第十五节 氨法尾气回收放空废气的分析	349
一、二氧化硫含量的测定	350
二、尾气中各主要组分的测定	350
三、废气中总氨量的测定	353
第三章 硫磺制酸生产控制分析	355
第一节 工业硫磺纯度分析	355
第二节 焚硫炉出口和余热锅炉出口气体中三氧化硫和水分的 联合测定	355
第三节 其它分析	360
第四章 塔式法硫酸生产控制分析	361
第一节 控制分析项目	361
第二节 循环酸浓度的测定	361
第三节 混酸的分析	363
第四节 气体中氮氧化物含量的测定	368
第五节 气体中氧含量的测定	373
第六节 生酸塔出口气体中二氧化硫及氮氧化物含量的 测定	375
第七节 尾气中氮氧化物含量的测定	379
一、二磺酸酚法（快速法）	379
二、盐酸萘乙二胺比色法	383

第五章 液体二氧化硫生产控制分析	387
第一节 分析项目、地点与方法	387
第二节 气体中高浓度二氧化硫含量的测定	387
第三节 气体中水分含量的测定	389
第六章 工业固体亚硫酸铵的生产控制分析	392
第一节 取样方法	392
第二节 一水亚硫酸铵含量的测定	392
第三节 亚硫酸氢铵或碳酸氢铵含量的测定	393
第四节 硫酸铵含量的测定	394
第五节 游离水含量的测定	395

第四篇 废气、废水以及环境中有害物质的分析

第一章 有害物质排放标准与环境标准	397
第一节 硫酸工业污染物排放标准	397
一、尾气排放标准	397
1. 硫酸厂尾气排放标准	397
2. 国外硫酸厂尾气排放标准	397
二、废水排放标准	398
1. 硫酸工业废水排放标准	398
2. 国外硫酸工业废水排放标准	399
三、车间空气中有害物容许浓度	399
第二节 环境质量标准	400
一、居住区大气中有害物质最高容许浓度	400
二、地面水中有害物质最高容许浓度	400
第二章 尾气分析	401
第一节 二氧化硫和硫酸雾（包括三氧化硫）的测定	401
一、中和法	401
二、氯钡酸钡法	403
三、碘量法	407

第二节	氮氧化物的测定	409
第三章	废水分析	409
第一节	砷的测定	409
第二节	氟的测定	410
第三节	汞的测定	412
第四节	铅的测定	414
一、	原子吸收分光光度法	414
二、	双硫脲比色法	416
第五节	镉的测定	419
一、	原子吸收分光光度法	419
二、	镉试剂——曲来通 (Triton) × 100 光度法	420
第六节	铜的测定	423
一、	原子吸收分光光度法	423
二、	双环己酮草酰二脲 (BCO) 比色法	424
第七节	锌的测定	426
一、	原子吸收分光光度法	426
二、	双硫脲比色法	428
第八节	悬浮物的测定	431
第九节	pH值的测定	432
第四章	硫酸厂环境中有害毒物的分析	433
第一节	二氧化硫和硫酸雾的测定	433
第二节	氮氧化物的测定	433
第三节	大气中颗粒状物质的测定	434
第四节	砷的测定	441
第五节	镉的测定	441
第六节	汞的测定	442
第七节	铅的测定	442
第八节	氟的测定	442
一、	水中氟化物的测定	442
二、	气体中氟化物的测定	442