

钙镁磷肥生产分析方法

湖南化工研究所编

石油化学工业出版社

内 容 简 介

本书比较系统地介绍了钙镁磷肥生产中的原料、燃料、成品、半成品、副产品、炉气、厂房空气和污水等的生产控制分析和非日常例行分析，集中了当前生产实际中比较通用和成熟的分析方法。书中所编入的分析方法，除考虑必须的准确度之外，还尽量注意了简单快速，并顾及到各方面的具体需要，对于某些主要分析项目，一般都并列有多个分析方法，以供选择。

本书主要供钙镁磷肥生产分析人员阅读使用，也可作为从事这方面教学和科研的人员参考。

钙镁磷肥生产分析方法

湖南化工研究所 编

*

石油化学工业出版社 出版

(北京和平里七区十六号楼)

燃料化学工业出版社印刷二厂 印刷

新华书店北京发行所 发行

*

开本 $787 \times 1092^{1/32}$ 印张 11

字数 236千字 印数1—10,450

1976年2月第1版 1976年2月第1次印刷

书号15063·化37 定价 0.88 元

毛主席语录

领导我们事业的核心力量是中国共产党。

指导我们思想的理论基础是马克思列宁主义。

深挖洞、广积粮、不称霸。

分析的方法就是辩证的方法。所谓分析，就是分析事物的矛盾。不熟悉生活，对于所论的矛盾不真正了解，就不可能有中肯的分析。

FC56/35

前 言

在毛主席的无产阶级革命路线指引下，我国的钙镁磷肥工业自一九五八年以来，得到了不断巩固和发展。广大职工从我国的资源条件出发，遵循毛主席关于“打破洋框框，走自己工业发展道路”的伟大教导，开展了中低品位磷矿制造钙镁磷肥的试制和生产，成功地建立了高炉法和电炉法制造钙镁磷肥的生产工艺。目前全国钙镁磷肥的产量仅次于过磷酸钙，成为主要磷肥品种之一。

十余年来，随着生产的飞跃发展，钙镁磷肥生产分析得到了逐步建立和健全，在实践中摸索和积累了许多丰富经验，不断地提高了分析水平，使之基本上能满足生产的需要。

当前，形势一派大好。钙镁磷肥工业战线上的广大职工，在党的“十大”精神鼓舞下，狠抓革命，猛促生产，掀起了革命、生产的新高潮。为了适应这一大好形势，更好地满足生产发展的要求，我们认真总结了以往的经验，特编写了“钙镁磷肥生产分析方法”这本书，以供参考。

全书共分四章。第一章概论，着重说明了钙镁磷肥生产分析的目的意义、分析内容和分析试样的采取和制备；第二章原料及燃料分析，比较详细地介绍了磷矿石、蛇纹石、白云石、硅石、钾长石、焦炭和白煤的分析；第三章主要介绍了成品、半成品分析，并对生产中几种比较主要的副产品分析，亦作了适当的说明；第四章炉气、厂房空气和污水分析，系根据生产和环境保护的要求，仅就近年来的应用情况，介

绍了诸如氟化物等的分析。

在编写过程中，我们进一步学习了国内有关生产厂矿、科研单位的先进经验，并同时对其某些主要项目的分析方法，进一步进行了验证和改进试验。因此，书中所编入的分析方法，具有一定的普遍性、实用性和先进性。考虑到我国钙镁磷肥生产分析的具体需要，一些主要分析项目的测定，一般都列有1~3个分析方法，并对它们的测定原理、操作要点和注意事项等，均作了适当的说明，以便工人和初学者易于接受和掌握。

但是，书中所编入的某些分析方法，仍存在不够完善的地方，因此，有待今后进一步改进、充实和提高；同时，由于我们水平所限，遗漏和错误在所难免，欢迎大家批评指正。

在编写本书的过程中，得到了全国许多钙镁磷肥厂、科研单位的热情鼓励和大力协助。又承江西省轻化工局组织东乡磷肥厂进行了认真细致的审查，他们对本书的内容提出了宝贵的意见，在此谨致以衷心的感谢。

编 者

一九七四年八月

目 录

前言	(1)
第一章 概论	(1)
第一节 钙镁磷肥生产分析的目的与要求	(1)
第二节 钙镁磷肥生产分析项目	(3)
第三节 试样的采取和制备	(6)
第二章 原料及燃料分析	(15)
第一节 磷矿石的分析	(15)
一、水分的测定	(16)
(一)外在水分的测定	(17)
(二)内在水分的测定	(17)
(三)总水分的测定	(18)
二、灼烧失量的测定	(18)
三、多项分析试液的制备	(19)
(一)酸溶法	(19)
(二)碱熔法	(21)
四、酸不溶物的测定	(23)
五、二氧化硅的测定	(25)
(一)动物胶凝聚重量法	(25)
(二)氟硅酸钾容量法(碱熔)	(28)
(三)氟硅酸钾容量法(酸溶)	(32)
(四)硫酸—氢氟酸重量法	(34)
六、五氧化二磷的测定	(36)
(一)磷钼酸喹啉重量法	(36)
(二)磷钼酸喹啉容量法	(40)

(三)磷钼酸铵容量法·····	(43)
七、三氧化二铁的测定·····	(47)
(一)重铬酸钾容量法·····	(47)
(二)EDTA络合滴定法·····	(50)
八、三氧化二铝的测定·····	(54)
(一)铁铝EDTA连续滴定法·····	(55)
(二)磷酸铝—EDTA络合滴定法·····	(59)
九、氧化钙、氧化镁的测定·····	(63)
(一)钙镁EDTA直接滴定法·····	(64)
(二)铜试剂分离EDTA络合滴定法·····	(69)
(三)EGTA—DCyTA络合滴定法·····	(73)
(四)高锰酸钾间接容量法·····	(76)
十、氧化锰的测定·····	(80)
(一)过硫酸铵—亚铁盐容量法·····	(81)
(二)EDTA络合滴定法·····	(85)
(三)高碘酸钾比色法·····	(87)
十一、氟的测定·····	(90)
(一)硝酸钍容量法·····	(90)
(二)氟离子选择电极法·····	(95)
十二、硫的测定·····	(102)
(一)硫酸钡重量法·····	(102)
(二)EDTA间接滴定法·····	(105)
十三、二氧化碳的测定·····	(107)
十四、铈的测定·····	(111)
(一)二硫四氧酸钠—磷酸盐容量法·····	(112)
(二)亚铁盐容量法·····	(118)
(三)磷酸三丁酯萃取—偶氮胂Ⅲ比色法·····	(120)
第二节 蛇纹石、滑石和橄榄石的分析·····	(123)
一、灼烧失量的测定·····	(125)
二、铁铝钙镁硅分析试液的制备·····	(125)

(一) 镍坩埚熔融法	(125)
(二) 石墨粉坩埚熔融法	(125)
三、二氧化硅的测定	(127)
四、三氧化二铁的测定	(127)
五、三氧化二铝的测定	(128)
六、氧化钙、氧化镁的测定	(128)
(一) EDTA直接滴定法	(128)
(二) 铜试剂分离EDTA络合滴定法	(129)
(三) EGTA—DCyTA 络合滴定法	(131)
七、镍的测定	(132)
八、钴的测定	(136)
九、铬的测定	(136)
第三节 白云石和石灰石的分析	(136)
一、灼烧失量的测定	(137)
二、酸不溶物的测定	(137)
三、氧化钙、氧化镁的测定	(138)
四、三氧化二铁的测定	(138)
五、三氧化二铝的测定	(138)
(一) EDTA 络合滴定法	(138)
(二) 铝试剂比色法	(139)
第四节 硅石的分析	(142)
一、灼烧失量的测定	(142)
二、二氧化硅的测定	(142)
(一) 硫酸—氢氟酸重量法	(142)
(二) 动物胶凝聚重量法	(144)
三、铁铝钙镁分析试液的制备	(144)
四、三氧化二铁的测定	(144)
五、三氧化二铝的测定	(144)
六、氧化钙、氧化镁的测定	(144)
第五节 钾长石的分析	(145)

一、灼烧失量的测定	(145)
二、多项分析试液的制备	(145)
三、二氧化硅的测定	(145)
四、三氧化二铁的测定	(145)
五、三氧化二铝的测定	(146)
六、二氧化钛的测定	(146)
七、氧化钙、氧化镁的测定	(148)
八、氧化钾的测定	(148)
(一)四苯硼钠—季胺盐容量法	(149)
(二)四苯硼钠—硝酸银容量法	(154)
(三)火焰光度法	(154)
九、氧化钠的测定	(157)
(一)火焰光度法	(157)
(二)醋酸铀酰锌钠重量法	(158)
第六节 烧结矿的分析	(160)
第七节 焦炭和白煤的分析	(160)
一、水分的测定	(161)
(一)总水分的测定	(161)
(二)分析试样水分的测定	(162)
二、灰分的测定	(163)
(一)缓慢灰化法	(163)
(二)快速灰化法	(163)
三、挥发分的测定	(164)
四、固定碳的计算	(167)
五、热值的计算	(168)
六、全硫的测定	(168)
七、各种状态的换算方法	(171)
八、灰分的全分析	(171)
第三章 成品、半成品及副产品的分析	(173)
第一节 钙镁磷钾肥成品的分析	(173)

一、水分的测定	(173)
二、细度的测定	(173)
三、有效磷的测定	(174)
四、有效钾的测定	(175)
(一)四苯硼钠—季胺盐容量法	(176)
(二)四苯硼钠—硝酸银容量法	(176)
第二节 半成品的分析	(179)
一、有效磷的测定	(179)
二、有效钾的测定	(179)
三、多项分析试液的制备	(180)
四、全磷的测定	(180)
五、全钾的测定	(180)
六、二氧化硅的测定	(181)
七、三氧化二铁、三氧化二铝的测定	(181)
八、氧化钙、氧化镁的测定	(181)
九、氧化亚铁的测定	(181)
十、氟的测定	(183)
(一)硝酸钍容量法	(183)
(二)氟离子选择电极法	(183)
十一、镍的测定	(184)
第三节 镍磷铁的分析	(185)
一、磷的测定	(185)
二、镍的测定	(187)
(一)二甲基乙二醛肟重量法	(187)
(二)EDTA络合滴定法	(189)
(三)二甲基乙二醛肟比色法	(191)
三、铁的测定	(191)
四、铬的测定	(192)
五、钴的测定	(196)
第四节 磷酸三钠的分析	(199)

一、磷酸三钠含量的测定	(199)
二、硫酸盐的测定	(200)
三、氯化物的测定	(201)
四、水不溶物的测定	(202)
第五节 冰晶石的分析	(203)
一、湿存水的测定	(203)
二、总水分的测定	(204)
三、氟的测定	(205)
(一)硝酸钍容量法	(205)
(二)氟氯化铅容量法	(208)
(三)氟氯化铅—EDTA 容量法	(212)
四、钠的测定	(214)
(一)醋酸铀酰锌钠重量法	(214)
(二)硫酸钠重量法	(216)
五、铝的测定	(218)
六、氮的测定	(220)
七、硅的测定	(222)
八、磷的测定	(225)
九、铁的测定	(227)
(一)邻二氮菲比色法	(227)
(二)硫氰酸盐比色法	(229)
十、硫酸根的测定	(231)
第六节 氟硅酸钠的分析	(232)
一、氟硅酸钠含量的测定	(232)
二、游离酸的测定	(234)
三、水不溶物的测定	(235)
四、水分的测定	(235)
五、铅的测定	(236)
六、细度的测定	(237)
第七节 碘的分析	(237)

第四章 炉气、厂房空气和污水的分析	(240)
第一节 炉气分析	(240)
一、炉气组成	(240)
二、炉气中被测组分浓度的表示方法与换算	(241)
三、炉气试样的采集和分析试液的制备	(242)
(一)采集方法	(242)
(二)采样速度的选择	(243)
(三)炉气速度的测量和采样速度的计算	(244)
(四)采样装置	(249)
(五)采样手续与分析试液的制备	(256)
四、氟的测定	(258)
(一)锆-羊毛铬菁 R 比色法	(259)
(二)镉-茜素络合酮比色法	(262)
(三)硝酸钍容量法	(268)
(四)氟离子选择电极法	(268)
五、磷的测定	(269)
(一)以硫酸联胺为还原剂的磷钼蓝比色法	(270)
(二)以硝酸铋—抗坏血酸为还原剂的磷钼蓝比色法	(271)
六、二氧化硫的测定	(272)
七、硫化氢的测定	(278)
八、水分的测定	(281)
九、尘埃的测定	(283)
(一)内部集尘法	(283)
(二)外部集尘法	(285)
十、酸性气体总量、氧和一氧化碳的测定	(287)
第二节 厂房空气分析	(290)
一、氟的测定	(291)
(一)锆-羊毛铬菁 R 比色法	(291)
(二)氟离子选择电极法	(292)
二、粉尘的测定	(293)

第三节 污水分析	(294)
一、水样的采集与保存	(294)
二、氟的测定	(295)
(一)硝酸钍容量法	(295)
(二)氟离子选择电极法	(295)
三、磷的测定	(296)
四、硫化物的测定	(296)
五、硫酸盐的测定	(297)
六、酚的测定	(300)
七、总硬度的测定	(303)
八、pH 值测定	(304)

附录 (305)

附录 I 氯化钠封闭溶液上的饱和水蒸汽压	(305)
附录 II 常用浓酸和氢氧化铵的比重与当量浓度	(305)
附录 III 几种气体在标准状态下的重度	(306)
附录 IV 车间空气中的几种有害气体、蒸汽的最高容许浓度	(306)
附录 V 污水排入地面水的卫生规则	(306)
附录 VI 各种温度下水的饱和蒸汽压和气体中的含水量	(307)
附录 VII 常用酸碱指示剂	(309)
附录 VIII 几种重要的络合滴定指示剂	(313)
附录 IX 金属离子—EDTA 络合物的稳定常数	(319)
附录 X 比色分析中滤光片的选择	(320)
附录 XI 筛号与孔径对照表	(320)
附录 XII 被水蒸汽饱和的潮湿气体体积换算为 0°C、760 毫米汞柱干燥状态时所用的换算系数 K 值	(321)
附录 XIII 国际原子量(1961年, 1971年)表	(335)

第一章 概 论

第一节 钙镁磷肥生产分析的目的与要求

将磷矿石与蛇纹石（或白云石等其他硅镁矿石）在高炉、电炉或平炉中进行高温（1350℃以上）熔融，熔体经水淬骤冷，便形成一种稳定的无定型玻璃体，通过烘干、磨细，即为钙镁磷肥成品。

钙镁磷肥是一种弱碱性的枸溶性磷肥，其中除含有磷（ P_2O_5 ）、钙（ CaO ）、镁（ MgO ）、硅（ SiO_2 ）等主要成分之外，还含有少量的铁、铝、锰、镍、铜、氟和稀土等。根据 HG 1—294—65部颁标准的规定，它的技术指标如表 1 所列：

钙镁磷肥技术指标

表 1

指 标 名 称	指 标				
	特 级 品	一 级 品	二 级 品	三 级 品	四 级 品
有效五氧化二磷含量(C- P_2O_5)% $\geq$	20	18	16	14	12
水分含量 % $\leq$	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
细 度 (通过 80 目筛)% $\geq$	80	80	80	80	80

我们对钙镁磷肥生产的要求，既要优质高产，又要安全节约，使之符合多快好省建设社会主义的原则。因此，在整个生产过程中，除了其他条件和因素之外，分析工作将发挥十分重要的作用。

1. 为配料提供计算依据。为了生产一定质量的钙镁磷肥和使炉料能够很好地熔融，就需要有一定份量的磷矿石，配合着一定份量的熔剂。为此，必须首先对各种原、燃料进行分析，然后，根据各种不同原、燃料的化学成分，按照一定的比例，计算和确定它们最适当的入炉数量，以期达到炉料熔点低、熔体流动性好、产品中有效成分高的目的。

2. 在生产过程中，往往由于原、燃料不可能十分均匀，特别是在料场管理不严、机械化程度较差的地方，以分析结果为依据的配料计算，难免与实际情况产生误差，以致影响正常生产，降低肥料质量。所以，需要经常地对半成品等进行控制分析，帮助我们及时发现问题，适当调整配料比例，实现优质高产。

3. 炉料在熔融过程中发生一系列十分复杂的化学反应，并同时释放出氟化氢、四氟化硅和硫化氢等有害气体。其中一小部分被排入大气后，严重地污染空气，影响人体健康，危害周围庄稼。因此，经常性的炉气、厂房空气中有害成分的分析，为我们进行炉气处理、综合利用和安全生产都是十分必要的。

4. 为产品质量进行准确的鉴定，在生产中发挥有效的技术督促作用。

如此等等，可见钙镁磷肥生产分析，对于加强技术管理，提高产品质量，降低消耗定额，保障安全，均衡生产，充分挖掘生产潜力和不断提高生产水平具有何等重要的意义。所以，除了各级领导予以充分重视之外，每个分析工作者，必须政治挂帅，充分认识生产与分析的密切关系，不断提高分析水平，为促进钙镁磷肥生产的发展贡献力量。

第二节 钙镁磷肥生产分析项目

钙镁磷肥生产分析, 包括原料、燃料、成品、半成品、副产品、炉气、厂房空气和污水等的控制分析项目以及非日常例行分析项目。在这里, 我们综合了全国主要钙镁磷肥厂的情况, 列表 2 如下, 以供参考。

钙镁磷肥生产分析项目

表 2

序号	分析物料	控 制 分 析		非日常例行	备 注
		分析项目	分析次数	分析项目	
1	原 料: 磷 矿 石	五 氧 化 二 磷 氧 化 钙 氧 化 镁 三 氧 化 二 铁 三 氧 化 二 铝 酸 不 溶 物 (或二氧化硅) 灼 烧 失 量	每批分析一次	氟 三 氧 化 硫 二 氧 化 碳 氧 化 锰 铀 水 分	必要时随送 随分析
	蛇 纹 石	二 氧 化 硅 氧 化 钙 氧 化 镁 三 氧 化 二 铁 三 氧 化 二 铝 灼 烧 失 量 镍	同 上	铬 钴	同 上
	白 云 石、石 灰 石	氧 化 钙 氧 化 镁 酸 不 溶 物 灼 烧 失 量	同 上	三 氧 化 二 铁 三 氧 化 二 铝	同 上
	硅 石	二 氧 化 硅 灼 烧 失 量	同 上	三 氧 化 二 铁 三 氧 化 二 铝	同 上

续表

序号	分析物料	控制分析		非日常例行 分析项目	备 注
		分析项目	分析次数		
	钾长石	二氧化硅 三氧化二铁 三氧化二铝 氧化钾 氧化钙 氧化镁 灼烧失量	同上	氧化钙 氧化镁 氧化钠 氧化铁	同上
	烧结矿	五氧化二磷 氧化钙 氧化镁 三氧化二铁 三氧化二铝 二氧化硅	同上		
2	燃料： 焦炭	水分 灰分 固定碳 挥发分	同上	发热量 全硫 灰分全分析	同上
	白煤	同	同上	同上	同上
3	成品	有效磷 有效钾 细水度	每班次分析一次 每出厂一批分析一次		同上
4	半成品	全有效磷 全有效钾 全有效钾	每班次分析一次	三氧化二铁 氧化铜 氧化镍	同上