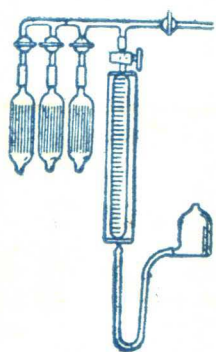


成堆干餾厂气体分析 操作方法

石油工业部成堆干餾小型試驗厂著



石油工业出版社

內 容 提 要

气体分析在成堆干餾人造石油厂內起着极为重要的作用，根据經常的分析，可以了解干餾情况，調節生产；可以預防爆炸性气体的形成，保證安全生产。我們出版这本小册子的目的，也就是为了給各地搞成堆干餾厂的同志作为熟悉有关气体分析的知識的参考材料。

这本小册子里扼要地講述了气体分析的原理，仪器的配置和連接，吸收液的制备，操作方法，記錄和操作方法等。看了这小册子，基本上就能掌握有关气体分析的知識和操作方法。

本書是搞成堆干餾厂的同志們的必备資料。

統一書号：T15037·392

成堆干餾廠气体分析操作方法

石油工业部成堆干餾小型試驗厂著

*

石油工业出版社出版（地址：北京六鋪炕石油工业部內）

北京市書刊出版業營業許可証出字第083號

石油工业出版社印刷厂印刷 新华書店發行

*

787×1092 $\frac{1}{2}$ 開本 * 印張 $\frac{5}{8}$ * 7千字 * 印1—10,000册

1958年9月北京第1版第1次印刷

定价(10)0.08元.

緒 言

成堆干餾廠進行氣體分析的目的是：（一）及時檢查氣體中的氧含量，以防止可燃氣體的形成；（二）根據氣體中一氧化碳、二氧化碳的含量，可以測知燃燒過程和燃燒的完全程度，為控制生產提供分析資料。

這本小冊子是根據我廠頁岩成堆干餾試驗中所作氣體分析而寫成的。在具體實踐中，可能有些地方需要更改和補充。為了進一步了解氣體分析的其他問題，可以參考“化學工業中的氣體分析”（勃拉仁諾娃等著，化工出版社出版，周鳴鏞等譯）和“碳氫化合物氣體分析”（杰緬其叶娃著，俞惟樂譯，石油工業出版社出版）。

目 录

緒 言

一、取样瓶和取样手續.....	1
二、气体分析簡單原理和分析仪器.....	2
三、操作方法.....	7
四、記錄和計算.....	9

一、取样瓶和取样手續

气体分析中的取样方法很多，取样瓶的形式也各不相同，最适于小型厂用的取样瓶为管状取样瓶，如图1。如买不到玻璃取样瓶，则可用橡皮球代替，但由于橡皮球胆的扩散或取样时洗得不干净而存在其他气体，所以有影响气体分析的代表性的缺点。

取样手續：取样前必須检查取样瓶是否封閉严密。把取样瓶的旋塞用酒精洗干净，塗上潤滑脂或凡士林，用手輕輕的轉动几下，至旋塞透明无紋，然后用水准瓶(图2)以饱和食盐水①充滿取样瓶（瓶中不許有气泡），关闭取样瓶上通大气的活塞，降低水准瓶，保持五分鐘，如果取样瓶的液面不下降，则表示不漏气；如果液面下降，說明取样瓶漏气，这时可把旋塞再轉动几下，重新試驗，若还是漏气，应把旋塞取下重新洗干净，再塗上潤滑脂或凡士林，插入旋塞孔，輕輕轉动几下旋塞，再按上法試漏，直至完全不漏气为止。

試漏完毕后，使取样瓶与水准瓶連接，使取样瓶內充滿盐水，然后与气体样品出气口相連接（先以超过十倍連接管体积的气体吹洗連接管）。取样时先打开取样瓶进气口的旋塞，然后再打开取样瓶出水口旋塞。在取样过

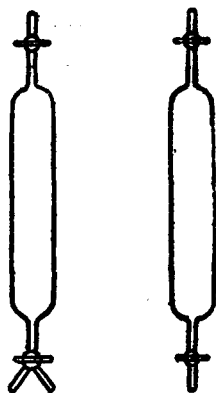


图1 管状取样瓶

①食鹽水不大会溶解气体的各種組分。

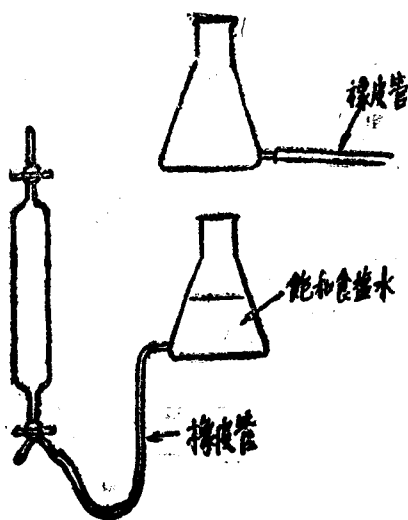


图2 水准瓶以及与取样瓶的连接法

过程中，水准瓶的液面不宜低于取样瓶的液面。取样完毕，先关闭取样瓶出口旋塞，再关闭取样瓶进气口旋塞。这样做的目的是保证取样瓶里的压力是正压，以免空气漏入。

如用橡皮球取样时，先把球里的气体赶出，然后用所要分析的气体充满球体，再赶出，连续 2—3 次之后即可取样。这样做的目的是保证所取气体的代表性。

二、气体分析简单原理 和分析仪器

采用最简单的气体分析器（图 3）来进行油页岩及煤成堆干馏生成气体的分析。此仪器可测定二氧化碳（ CO_2 ），氧气（ O_2 ）和一氧化碳（ CO ）。

气体分析的原理是先量出所要分析的气体的体积，再使这已知体积的气体与各种吸收溶液接触，这些吸收溶液能选

择地与气体中的个别组分发生化学反应，因而就把这组分吸收掉。根据气体经过相应吸收溶液后所减少的体积，就可以定出气体中被吸收组分的含量，气体体积随温度和压力的变动而变动，所以在具体工作中必须随时注意温度和大气压的变动，其中尤其重要的是温度的变化。但在短时间内分析一个样品时，可以不考虑大气压和温度的变化。

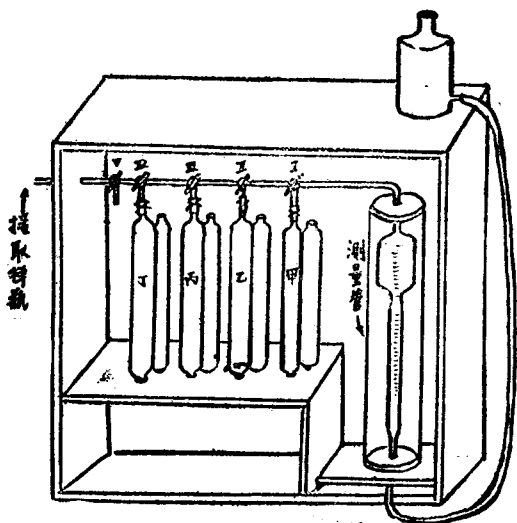
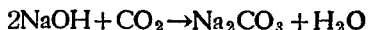
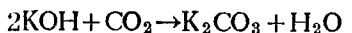


图3 气体分析器

二氧化碳 (CO_2) 的测定 用33%浓度的氢氧化钾 (KOH) 或20%的氢氧化钠 (NaOH) 吸收二氧化碳 (CO_2)。

反应如下:

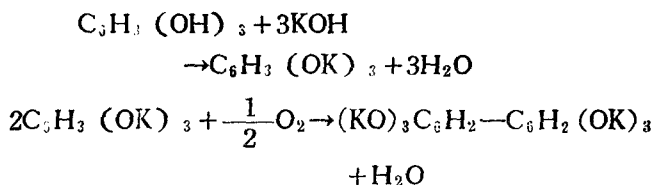


33%浓度的 KOH 溶液的配制法为二份重量的水 加 一份

重量的KOH。

此溶液除了吸收二氧化碳之外，还吸收乙炔、硫化氢、二氧化硫及其他酸性气体。溶液放在接触式的吸收瓶中（见图4）。

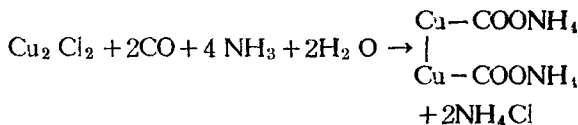
氧的测定 用焦性没食子酸碱溶液作吸收液。其反应如下：



吸收液的配制法是把5克焦性没食子酸溶于15毫升水中，另以48克氢氧化钾溶于32毫升水中，二溶液于吸收瓶内混合。每毫升吸收液可吸收8—10毫升氧气。此吸收液在温度高于15°C时可以很快地完全地吸收氧气；在低温时，则吸收速度显著降低，且吸收氧气不完全。这一点要在操作时注意。

吸收液应放在接触式吸收瓶中，在与大气接触的液面，应放一层厚4—5毫米的液体石蜡，以免吸收液与大气中的氧起作用。

一氧化碳的测定 用氨性氯化亚铜作吸收液。与一氧化碳的反应为：



吸收液的配制方法是將250克氯化铵（ NH_4Cl ）溶于750毫升蒸馏水中，加入200克氯化亚铜（ Cu_2Cl_2 ）。將溶液保

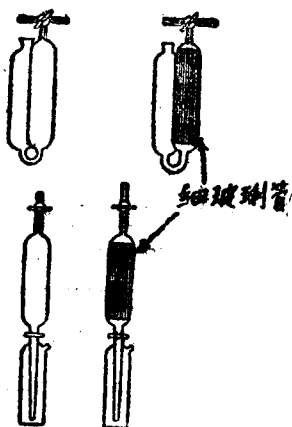


圖 4 接觸式吸收瓶

存在一充滿紅銅絲並用橡皮塞塞緊的瓶中，靜置數天，直到溶液變成無色或淺黃色。使用時與濃氨水按 2:1 的比例混和，放在有紅銅絲的接觸式或氣泡式吸收瓶中（圖 5）。氨性氯化亞銅溶液吸收一氧化碳之後會放出氨氣，所以被分析的氣體必須經過 10% H_2SO_4 溶液吸收。

氣體分析儀器（圖 3）是由一些安裝在木架上的玻璃另件所組成。這種集合式的儀器便於攜帶，也最適合距城市遠的山村小廠使用。



圖 5 氣泡式吸收瓶



圖 6 測量管

這儀器共分三部分。第一部份是 100 毫升有刻度的測量管，它用來測量氣體樣品的體積。測量管上部寬大，其目的

是减小仪器的高度(见图6)。测量管外包以水套,以避免分析时温度变化。测量管下端用橡皮管与盛饱和食盐水溶液的水准瓶连接。为了及时发现所分析的气体是否存在碱性组分,因此在食盐饱和溶液中加入两滴酸,并用甲基橙染红。第二部份是吸收瓶(如图3中的甲、乙、丙、丁等瓶),分为接触式和气泡式两种。它们的用途各不相同,要依所用的吸收液而定。接触式吸收瓶内放满细玻璃管,以增加吸收面积。第三部份是梳形毛细三通旋塞排(见图7)。梳形旋塞排上的各旋塞因用途不同,其式样也就不一样。介绍如下:

1. 月牙形毛细三通旋塞, 这种旋塞是外三通, 内二通的(图8)。

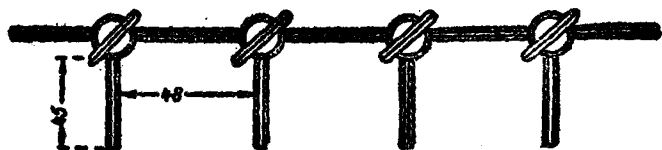


图7 梳形旋塞排

2. “T”形毛细三通旋塞, 这种旋塞是外三通、内三通的(图9)。

3. 排气三通旋塞, 如图3中的V(图10)。

图3中的甲吸收瓶是用来吸收二氧化碳, 内盛33%KOH溶液, 放入的量不宜过多, 也不可太少。多了, 操作时往往容易使溶液溢出; 如果太少, 大气会压入吸收瓶中, 使分析不能进行。最合适的量为充满吸收瓶后, 在与它相连通的空瓶中还剩有三厘米高的溶液(图11)。

乙瓶用来吸收氧气。其中盛焦性没食子酸碱溶液, 用量

和甲瓶一样。

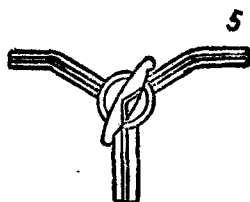


圖 8 月牙形毛細三通旋塞

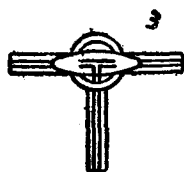


圖 9 “T”形毛細三通旋塞

丙瓶盛氨性氯化亚铜，用量同甲、乙瓶。

吸收瓶的排列次序不能倒换，操作时应严格的沿甲、乙、丙瓶分别吸收 CO_2 、 O_2 、 CO ，因为焦性没食子酸碱溶液会吸收二氧化碳，氨性氯化亚铜会吸收氧气。



圖 10 排气三通旋塞

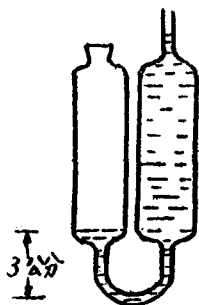


圖 11 最合适的吸收液量

三、操作方法

1. 在运转过程中，每隔一小时就应分析一次气体。在排风机气体排出口的采样孔采样。在分析以前，首先检查仪器各处是否封严，所有橡皮管是否紧密并且玻璃管是否对接，旋塞是否涂上润滑脂或凡士林。然后进行试漏。参看图 3，把

旋塞 I 关闭，提高与测量管连通的水准瓶，五分鐘后，如测量管的液面无变化，则可認為不漏气。开旋塞 I，閉旋塞 II，同样試漏，一直进行到旋塞 V 为止。如发现哪一个旋塞漏气，就要把它取下用酒精洗干淨，吹干，重新塗上潤滑脂，繼續試漏，直到不漏气时为止。

2. 將所有吸收瓶中的液面都調整到距三通旋塞一公分的地方，把測量管的液面也調整到刻度零之外。

3. 把取有气样的取样瓶用一小段橡皮管和通旋塞 V 的玻璃管連接。整个系統与大气隔絕，把与取样瓶相連的水准瓶提高。打开取样瓶进口旋塞，使饱和盐水压入取样瓶，再打开取样瓶的出气口旋塞。用等于10倍梳形毛細三通旋塞排中的体积的气体洗滌这旋塞排中的空間（这段体积叫做死空間，購来的仪器，一般都在 1—3 毫升之間。当数据要求比較准确时，必須在計算中考虑死空間的数值）。

把洗过的气体从旋塞 V 放掉。要連續洗 2—3 次。然后再取入气样，使測量管中液面下降，气体就被吸入測量管中。測量管水面应下降到刻度 100 以下，亦即取 100 多毫升的气样。关闭旋塞 V。升高水准瓶，將測量管内气体压出，直至液面停于某刻度时止（所取体积最好为 100 毫升）。这时要以一只手压連于水准瓶（与測量管相連的）上的橡皮管。以保持气样体积为 100 毫升，另一只手打开旋塞 V 通大气一秒鐘，使气体压力为大气压。多余的气体就从測量管逸出。关闭旋塞 V，重新检查測量管的液面是否恰恰为 100 毫升，將这体积記錄下来，开始进行分析。

4. 打开旋塞 I，在甲瓶吸收二氧化碳。升高和降低水准瓶，使气体全部由測量管进入和从吸收瓶排出 4—5 次后，

使甲瓶的液面回到原来的位置，并关闭旋塞 I。使水准瓶内的液面和测量管内的液面在同一水平线上① 分析者用单只眼睛平视二液面读出测量管的读数(图12)。记下这读数。以后再將气体通入甲瓶 2—3 次，再读数，如前后读数相符，则表示已吸收完毕，否则須往复通入甲瓶，直至前后读数不变为止。然后依次在乙、丙瓶分别吸收氧气和一氧化碳，手續同甲瓶。如用氨性氯化亚铜吸收一氧化碳，則吸收后还須使气体在丁管通过，以除去氮。

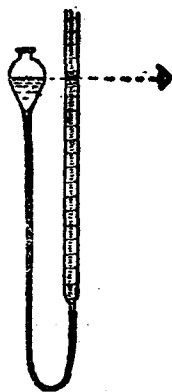


圖 12 正确讀數法

每次讀数的時間要一样，因为測量管壁上不断有食盐水流下，等待時間不同，流下的量也不同，这也能影响讀数。

四、記錄和計算

为了便利計算和少出差錯，可用下面的一般記錄表格：

气体分析原始記錄

气样名称：

编号：

取样地点：

取样日期：

室溫， $^{\circ}\text{C}$

分析者：

量管讀数，毫升

1. 第一次取气

$V =$

2. KOH 吸收后

$V_1 =$

3. $\text{C}_6\text{H}_5(\text{OK})_3$ 吸收后

$V_2 =$

4. Cl_2Cl_2 吸收后

$V_3 =$

① 測量管內的液面應該取弧形液面的最低点作为标准。

分析結果:

$$1. \text{二氧化碳}\% = \frac{V - V_1}{V} \times 100 =$$

$$2. \text{氧 气}\% = \frac{V_1 - V_2}{V} \times 100 =$$

$$3. \text{一氧化碳}\% = \frac{V_2 - V_3}{V} \times 100 =$$

茲举实例如下:

气体分析原始記錄

試样名称: 頁岩干餾生成气

編号: 1.

取样地点: 六鋪炕成堆干餾試驗厂

取样日期: 58年5月15

日上午八时

室溫: 20°C

分析者: ×××

量管讀數, 毫升

1. 第一次取气

$V = 90$

2. KOH吸收后

$V_1 = 80$

3. $\text{O}_6\text{H}_3(\text{OK})_3$ 吸收后

$V_2 = 75.5$

4. Cu_2Cl_2 吸收后

$V_3 = -$

分析結果:

$$1. \text{二氧化碳}\% = \frac{90 - 80}{90} \times 100 = 11.1\%$$

$$2. \text{氧 气}\% = \frac{80 - 75.5}{90} \times 100 = 5.0\%$$

$$3. \text{一氧化碳}\% = \quad \quad \quad$$