

分 析 规 程

(汇 编)

南京化学工业公司磷肥厂

一九七九年

分析規程

(第二版)

國藥院衛生部醫藥研究所

出版

分 析 规 程

(汇 编)

南京化学工业公司磷肥厂

一九七九年

前 言

为了适应我厂生产技术发展的需要，在我厂原《分析工手册》的基础上，总结了近几年来在实际分析工作中较为有效的分析检验方法，特汇编成此《分析规程》。为满足我厂分析人员要求还增添了化工车间生产流程概述及生产控制分析方法。本书供我厂分析人员及有关人员学习和参考。

《分析规程》共分四篇，第一篇为原材料分析，第二篇为成品分析，第三篇为生产控制分析（硫酸生产控制分析，即将由南化研究院出版专著，故本书未编入）。第四篇为基本知识概述。最后部分为附录，列出本书分析中所需要查阅的数据。

《分析规程》编写过程中，尽量采用既保证一定的准确度而又达到简便快速的分析方法，故书中除编入经典法外还编入了我厂分析人员常用的分析方法。此外对其测定的基本原理和在分析中应注意的事项也作了简要叙述。书中采用的分析方法若与国家（部）标准不一致时应按国家（部）标准规定执行。

此《分析规程》由吴孝仙、杨德华两同志执笔编写，刘德熔、张洪娟、过宗一、华婵姘、刘运志、陈荷英等同志参加了编写工作。由于我们水平有限，书中差错之处在所难免，尚有待于生产实践的考验，请读者提出改进意见使规程逐步完善。

目 录

第一篇 原材料分析

第一章 磷 矿	1
第一节 磷矿日常分析	1
一、水分的测定	1
二、全五氧化二磷的测定	2
(一)磷钼酸喹啉重量法	2
(二)不经预溶矿磷钼酸铵容量法	3
(三)磷钼钨黄比色法	5
第二节 磷矿全分析	6
一、灼烧失量	6
二、二氧化碳的测定	7
(一)二氧化碳的气体分析	7
(二)二氧化碳烧失法	10
三、酸不溶物的测定	10
四、二氧化硅的测定	11
五、氟的测定	12
(一)硝酸钍容量法	12
(二)氟离子选择电极法	15
六、氯的测定	17
七、氧化锰的测定	19
(一)铋酸钠容量法	19
(二)高碘酸钾比色法	20
八、五氧化二磷的测定	22
磷钼酸喹啉重量法	22
九、三氧化二铁的测定	23
(一)重铬酸钾容量法	23
(二)EDTA络合滴定法	25
十、三氧化二铝的测定	26
(一)磷酸铝重量法	26
(二)EDTA络合滴定法	27
十一、氧化钙的测定	28
十二、氧化镁的测定	30

(一) 8-羟基喹啉重量法	30
(二) EDTA 络合滴定法	33
十三、硫酸根的测定	34
附：磷精矿和磷矿石分析规则(国家标准报批稿)	36
第二章 硫铁矿	80
第一节 硫铁矿的日常分析	80
一、水份的测定	80
二、有效硫的测定	80
第二节 硫铁矿的主要杂质分析	81
一、砷的测定	81
二、氟的测定	83
(一) 茜素磺酸钠比色法	83
(二) 二甲酚橙比色法	84
三、铅的测定	84
四、铜的测定	86
第三章 硫磺的分析	86
一、水份的测定	86
二、硫的测定	87
(一) 差减法	87
(二) 二硫化碳法	87
三、酸度的测定	88
四、沥青的测定	88
五、灰份的测定	89
六、砷的测定	89
第四章 辅助原料	91
第一节 硫酸(92.5%)	91
第二节 稀硫酸	91
一、稀硫酸含量的测定	91
二、含硝的测定	92
第三节 氯化钠	92
一、水份的测定	92
二、氯化钠含量的测定	93
第四节 磷酸三钠	94
一、磷酸三钠含量的测定	94
二、水不溶物含量的测定	95
第五节 硅石	95
第六节 煤焦	96

一、水份的测定	96
二、灰份的测定	96
三、挥发份的测定	97
四、固定碳的测定	98
第七节 硫酸钠(元明粉)的测定	98
一、水份的测定	98
二、硫酸钠含量的测定	98
第八节 硫酸钾	99
一、水份的测定	99
二、氧化钾含量的测定	99
第九节 硝酸的测定	100
第十节 烧碱的分析	101
一、氢氧化钠和碳酸钠的测定	101
二、氯化钠含量的测定	102
第十一节 苯的测定	102
一、外观的测定	102
二、比重的测定	102
三、馏程的测定	103
四、酸洗比色	105
五、臭价的测定	106
六、冰点的测定	107
七、含硫的测定	108
第十二节 三氯乙烯的分析	110
一、外观色度的测定	110
二、比重的测定	111
三、沸程的测定	112
四、不挥发残渣的测定	113
五、水抽取液 pH 的测定	113
六、水分含量的测定	113
第十三节 高锰酸钾	113
一、水份的测定	113
二、高锰酸钾含量的测定	114
第十四节 矾泥	114
一、三氧化二铝的测定	114
二、铁的测定	116
第十五节 氨水的测定	116
第十六节 盐酸的分析	117
第五章 耐火耐酸材料及其他	119
第一节 粘土	119

一、水分的测定	119
二、灼烧失量的测定	119
三、二氧化硅的测定	119
四、铁、铝氧化物的测定	121
五、氧化铁的测定	121
六、氧化铝的测定	122
七、氧化钙的测定	122
八、氧化镁的测定	123
第二节 耐火砖	123
一、耐火度的测定	124
二、气孔率的测定	124
第三节 耐酸砖	124
耐酸度的测定	124
第四节 耐酸泥	125
第五节 硅酸钠(水玻璃)	125
一、比重的测定	125
二、氧化钠含量的测定	126
三、二氧化硅含量的测定	126
(一)容量法	126
(二)重量法	128
四、硅率的测定	128
第六节 甲醛含量的测定	129
(一)亚硫酸钠法	129
(二)碘量法	130

第二篇 成 品 分 析

第一章 普通过磷酸钙的分析	132
一、水分的测定	132
二、游离酸的测定	132
三、有效五氧化二磷的测定	134
(一)磷钼酸喹啉重量法	134
(二)磷钼酸喹啉容量法	136
第二章 氟硅酸钠的分析	139
一、氟硅酸钠含量的测定	139
二、游离酸的测定	140
三、水不溶物的测定	141
四、水份的测定	141
五、铅的测定	142

六、细度的测定	142
第三章 硫酸的分析	143
一、硫酸含量的测定	143
二、发烟硫酸中硫酸含量及游离硫酸酐的测定	143
三、灼烧残渣的测定	145
四、铁含量的测定	145
五、砷含量的测定	146
六、外观的测定	147
第四章 硝酸磷肥的分析	148
一、水分的测定	148
二、总氮的测定	149
三、有效五氧化二磷的测定	150
四、水溶性五氧化二磷的测定	151
五、粒度的测定	152
六、氧化钾的测定	152
第五章 磷酸铵的分析	153
一、水分的测定	153
二、氮的测定	154
三、有效五氧化二磷的测定	154
四、粒度的测定	155
第六章 黄磷的分析	156
第一节 黄磷中残渣的测定	156
第二节 磷铁的分析	156
一、磷的测定	157
二、铁的测定	157
第三节 磷泥的分析	157
一、水分的测定	157
二、杂质的测定	158
三、磷的测定	158
第七章 工业己内酰胺的分析	159
一、高锰酸钾值的测定	159
二、凝固点的测定	159
三、挥发性碱的测定	160
四、水分含量的测定	161
五、颜色度的测定	161

六、透明度的测定	161
七、机械杂质的测定	162
第八章 氯气的分析	163
第九章 亚硫酸氢铵母液的分析	165
一、总SO ₂ 含量的测定	165
二、氮的测定	165
第十章 硫酸铵母液的分析	167
一、酸、碱性的测定	167
二、硫酸铵含量的测定	167
三、二氧化硫含量的测定	167
第十一章 磷石膏的分析	169
有效五氧化二磷	169
第十二章 铵明矾的分析	170
一、氧化铝的测定	170
二、氧化铁的测定	170
三、重金属(铅)的测定	171
四、砷的测定	171
第十三章 硫酸铝的分析	173
一、硫酸铝的测定	173
二、氧化铁的测定	173
三、游离硫酸的测定	174
四、水不溶物的测定	174
五、砷的测定	175
第十四章 聚氯化铝的分析	176
一、比重的测定	176
二、三氧化二铝的测定	176
三、盐基度的测定	177
四、pH的测定	178
五、总硫酸根含量的测定	178

第三篇 生产控制分析规程

第一章 供矿车间生产控制分析规程	180
-------------------------------	------------

供矿车间生产工艺流程概述	180
第一节 磷矿粉的分析	181
一、水份的测定	181
二、全五氧化二磷的测定	181
三、细度的测定	181
第二节 气体中含尘的测定	181
一、取样孔位置的选择	181
二、管道内截面的测量	182
三、管内静压 P(静)的测量	182
四、管内动压 P(动)的测量	182
五、测量所测管道的系统温度	183
六、测定所测管道内的水份百分含量	183
七、采样点数的确定	184
八、各采样点气体流速的计算	185
(一)单点气体流速的计算	185
(二)平均气体流速(V S)的计算	186
九、采样的流量的计算	187
十、尘含量的测定	188
第二章 普钙车间生产控制分析规程	190
二〇二工段生产流程概述	190
第一节 二〇二工段的磷矿分析	191
一、水份的分析	191
二、全磷的分析	191
三、细度的分析	192
四、磷矿全分析	192
第二节 二〇二工段鲜肥的分析	192
一、料浆中硫磷比的测定	192
二、鲜肥水份的分析	193
三、鲜肥中游离酸的分析	194
四、鲜肥中全五氧化二磷的分析	195
五、鲜肥中有效五氧化二磷的测定	196
六、鲜肥中硫酸根的测定	197
七、鲜肥中氟的测定	198
二〇一工段生产流程概述	198
第三节 结晶器、增稠器的溢流液测定	200
第四节 管道中氟气的测定	201
(一)容量法	201
(二)电极法	204
第五节 氟硅酸浓度的分析	206

第六节 食盐的分析	207
第七节 氟硅酸钠半成品的测定	208
第八节 除尘器效率的测定	208
第九节 放江水的测定	208
一、总酸度的测定	208
二、污水中盐酸、氟硅酸钠、氯化钠的测定	209
第三章 黄磷车间生产控制分析规程	210
黄磷生产工艺流程概述	210
第一节 原材料的分析	210
一、磷矿石的分析	210
(一)水份的测定	210
(二)酸不溶物的测定	211
(三)五氧化二磷的测定	211
(四)氧化钙的测定	213
(五)三氧化二铁的测定	215
二、硅石的分析	217
酸不溶物的测定	217
三、焦炭的分析	217
(一)水份的测定	217
(二)灰分的测定	218
(三)挥发分的测定	218
(四)固定炭的测定	218
第二节 中间控制分析	218
一、炉渣的分析	218
(一)酸不溶物的测定	218
(二)五氧化二磷的测定	219
(三)氧化钙的测定	219
二、磷铁的分析	220
(一)铁的测定	220
(二)磷的测定	220
三、尾气的测定	221
(一)尾气总磷量的测定	221
(二)炉气尾气中二氧化碳、氧气、一氧化碳的测定	223
四、磷泥的分析	224
(一)总磷的测定	224
(二)残渣的测定	225
(三)残渣中磷的测定	225
(四)元素磷的测定	226
(五)水份的测定	226

五、泥磷的分析	226
(一)总磷的测定	226
(二)残渣的测定	226
(三)残渣中磷的测定	226
(四)化合磷的测定	226
(五)元素磷的测定	227
(六)水份的测定	227
第三节 副产工业磷酸的分析	227
工业磷酸生产工艺流程概述	227
一、磷酸含量的测定	227
二、铁的测定	228
第四节 副产除尘器的粉尘的分析	228
一、水份的测定	228
二、游离五氧化二磷的测定	229
三、有效五氧化二磷的测定	229
四、全五氧化二磷的测定	229
五、氧化钾的测定	229
第五节 污水中元素的测定	229
元素磷的测定	229
第四章 磷铵车间生产控制分析规程	232
萃取磷酸生产流程概述	232
第一节 磷矿全分析	234
一、水份的测定	234
二、灼烧失量的测定	234
三、酸不溶物的测定	234
四、二氧化硅的测定	234
五、五氧化二磷的测定	234
六、氧化钙的测定	234
七、氧化镁的测定	234
八、氧化锰的测定	234
九、三氧化二铁的测定	236
十、三氧化二铝的测定	236
十一、氟的测定	236
十二、二氧化碳的测定	236
十三、氯的测定(同原料磷矿日常分析)	237
第二节 硫酸的分析	237
同成品分析第三章	237
第三节 磷酸全分析	237
一、五氧化二磷的测定	237

二、三氧化硫的测定	237
三、氧化钙的测定	238
四、三氧化二铁的测定	238
五、三氧化二铝的测定	238
六、氧化镁的测定	239
七、氧化锰的测定	240
八、氟含量的测定	240
(一)硝酸钍容量法	240
(二)氟离子选择电极法	240
九、二氧化硅的测定	240
十、氯根的测定	241
氯化银比浊法	241
第四节 磷石膏全分析	242
一、含液量的测定	242
二、结晶水的测定	242
三、水溶性五氧化二磷的测定	242
四、非水溶性五氧化二磷的测定	243
五、三氧化硫的测定	243
六、氧化钙的测定	243
七、三氧化二铝的测定	243
八、三氧化二铁的测定	243
九、氟含量的测定	244
(一)硝酸钍容量法	244
(二)氟离子选择电极法	244
十、酸不溶物的测定	244
十一、烧失量的测定	244
第五节 生产控制分析	244
一、料浆溶固比测定	244
二、洗涤率的测定	244
三、萃取率的测定	245
四、磷铵料浆全分析之测定	245
(一)中和度之测定	245
(二)五氧化二磷之测定	246
(三)氮含量之测定	247
(四)氧化钙之测定	247
(五)氧化镁之测定	247
(六)三氧化二铁, 铝之测定	247
(七)氯的测定	247
(八)二氧化硅之测定	247
(九)氧化锰之测定	247

(十)三氧化硫之测定	247
(十一)氯含量之测	247
五、磷铵成品全分析之测定	247
(一)颗粒度之测定	247
(二)水份之测定	248
(三)全五氧化二磷之测定	248
(四)水溶性五氧化二磷之测定	248
(五)有效五氧化二磷之测定	248
(六)氮含量之测定	248
(七)氧化钙之测定	248
(八)氧化镁之测定	248
(九)三氧化二铁之测定	248
(十)三氧化二铝之测定	248
(十一)三氧化硫之测定	248
(十二)氟含量的测定	249
(十三)氧化锰之测定	249
(十四)二氧化硅之测定	249
第六节 气体含量分析	249
一、气体中氮含量的测定	249
二、气体中含尘的测定	251
三、气体管道中氟含量的测定	251
第七节 萃取磷酸中副产氟硅酸钠分析	254
一、水份的测定	254
二、氟硅酸钠含量的测定	254
三、游离酸的测定	255
四、水不溶物的测定	256
五、硫酸根的测定	256
六、五氧化二磷的测定	257

第五章 冷冻法生产氮磷复合肥料生产控制分析方法冷冻法硝酸磷肥生产氮磷复合

肥料工艺流程概述:	259
第一节 原料磷矿的全分析	261
一、水份的测定	261
二、烧失量的测定	261
三、酸不溶物的测定	261
四、二氧化硅的测定	261
五、五氧化二磷的测定	261
六、氧化钙的测定	261
七、氧化镁的测定	261
八、三氧化二铁的测定	261

九、三氧化二铝的测定	261
十、氟的测定	262
十一、二氧化碳的测定	262
第二节 原料硝酸的分析	262
酸浓度的测定	262
第三节 酸解液的分析	263
一、五氧化二磷及游离硝酸的混酸测定	263
二、总五氧化二磷的测定	264
三、水溶性五氧化二磷的测定	264
四、氧化钙的测定	265
五、氧化镁的测定	265
六、氟的测定	265
七、三氧化二铁的测定	265
八、三氧化二铝的测定	265
九、水份的测定	266
十、酸不溶物的测定	266
第四节 母液的分析	267
一、总五氧化二磷的测定	267
二、氧化钙的测定	267
三、氧化镁的测定	267
四、三氧化二铁的测定	267
五、三氧化二铝的测定	267
六、氟的测定	267
七、水份的测定	267
八、游离硝态氮的测定	267
第五节 中和料浆的分析	267
一、总五氧化二磷的测定	267
二、有效五氧化二磷的测定	268
三、水溶性五氧化二磷的测定	268
四、氨态氮的测定	268
五、硝态氮的测定	269
六、水份的测定	270
第六节 浓缩料浆全分析项目同上	270
第七节 成品的分析	270
一、有效五氧化二磷的测定	270
二、全五氧化二磷的测定	270
三、氨态氮的测定	270
四、硝态氮的测定	270
五、水份的测定	271
第八节 硝钙的转化分析	271

一、四水硝钙中氧化钙的测定	271
二、转化后，硫酸钙中氧化钙的测定	272
三、硝铵溶液及洗涤水中微量钙的分析	272
四、碳铵——硝铵溶液中二氧化碳，游离铵，结合铵的分析	273
(一)二氧化碳的测定	273
(二)游离铵——总铵——结合铵的测定	275
第六章 硝酸—硫酸法生产氮磷复合肥料及硝酸—硫酸—硫酸钾生产氮磷钾， 三元素复合肥料生产控制分析规程	277
硝酸——硫酸法生产氮磷复合肥料工艺流程概述	277
硝酸——硫酸——硫酸钾生产氮磷钾三元复合肥料工艺流程概述	277
第一节 原料磷矿全分析	278
一、水份的测定	278
二、烧失量的测定	279
三、酸不溶物的测定	279
四、二氧化硅的测定	279
五、五氧化二磷的测定	279
六、氧化钙的测定	279
七、氧化镁的测定	279
八、三氧化二铁的测定	279
九、三氧化二铝的测定	279
十、氟的测定	279
十一、二氧化碳的测定	279
十二、硫酸根的测定	279
第二节 原料硝酸的分析	279
第三节 原料硫酸的分析	279
第四节 原料硫酸钾的分析	280
第五节 酸解液的分析	280
一、总五氧化二磷的测定	280
二、水溶性五氧化二磷的测定	280
三、硝态氮的测定	281
四、总氧化钙的测定	281
五、氧化镁的测定	281
六、硫酸根的测定	282
七、水份的测定	282
第六节 中和氨化料浆的分析	282
一、总五氧化二磷的测定	282
二、水溶性五氧化二磷的测定	283
三、有效五氧化二磷的测定	283
四、氨态氮的测定	283