

生产控制分析规程

鄂西化工厂

一九七二年八月

目 录

前 言	1
化验室职责范围与任务	2
车间化验室工作制度	4
第一章 水 汽	
一 水样采集的规定	6
二 悬浮物的测定	6
三 全固体的测定	8
四 灼烧残渣的测定	8
五 酸研度的测定	9
六 溶解固体物(含盐量)的测定	11
七 总硬度的测定	14
八 磷酸根的测定	16
九 pH值的测定	17
十 酚类的测定	21
十一 氯化物的测定	26
十二 溶解氧的测定	27
十三 总铁的测定	30
十四 油含量的测定	33
十五 锅炉烟道气中 CO_2 含量的测定	35
十六 游离二氧化碳的测定	35

第二章 空 分

一 入蓄冷器前空气中水份含量的测定	38
二 空气中二氧化碳含量的测定	39
三 空气中微量氮含量的测定	41
四 液氧和液体富氧空气中乙炔含量的测定	44
五 纯氧的测定	49
六 氮气中氧含量的测定	52
七 氮气中微量氧的定性分析	54
八 空气中灰尘含量的测定	55
九 氮气中微量氧的测定	58

第三章 造 气

一 煤气全分析	61
①燃烧法	61
②爆炸法	65
二 煤气中碳黑含量的测定	71
二 裂化气中碳黑分析	73
三 碳黑水中碳黑含量测定	75
四 洗涤水中油脂含量的测定	76
五 废热锅炉水分析	78
①氢氧化钠和碳酸钠的测定	78
②氯根的测定	79
③硫酸根的测定	79
④总固体的测定	81
六 洗气塔、除尘器水分析	81
①氰化物的测定	81

②水中微量氨的测定	83
③水中二氧化碳含量的测定	84
④水中硫化氢的测定	84
⑤PH值的测定	84
⑥氯根总固体的测定。	84
七 饱和塔、热水塔水分析	84
①碳酸氢钠的测定	84
②氯根的测定	85
③硫酸根的测定	85
④硫化氢的测定	85
⑤总固体的测定	86
八 冷凝液分析	86
九 蒸气比例的测定	86
十 脱硫塔进口气中硫化氢含量的测定	88
十一 脱硫塔出口气中微量硫化氢含量的测定	90
十二 脱硫液中碳酸钠、碳酸氢钠含量的测定	94
①电位滴定法	94
②中和法	95
十三 脱硫液pH值的测定	96
十四 脱硫液中钒酸钠(总钒)的测定	98
十五 脱硫液中蒽醌二磺酸钠的测定	100
①比色法	100
②重量法	101
十六 脱硫液中硫代硫酸钠的测定	103
十七 氧化液中悬浮硫的测定	104
①碘量法	104

②重量法	105
十八 脱硫液中氰化钠的测定	106
十九 脱硫液中硫氢化钠的测定	108
二十 脱硫液中四价钒的测定——萃取比色法	109
二十一 煤气中有机硫含量的测定	111
二十二 脱硫塔木格子脱脂分析	113
二十三 付产品硫磺的分析	115
二十四 脱硫液中酒石酸钾钡的测定	116

第四章 合 成

一 气体全分析	117
①变换气、水洗气、水洗弛放气、铜洗再生气分析	117
②合成塔进出口气中氨含量的分析	121
③氨罐弛放气的测定	124
④冰机氨纯度的分析	126
⑤新鲜气分析	128
⑥合成塔进口气中氩气的分析	129
⑦水洗入口气体中硫化氢分析	132
⑧水洗气中硫化氢的测定	133
二 水洗塔饱和度的测定	134
三 水洗塔进口水全分析	138
四 铜氨液全分析	141
①总铜分析	141
②高价铜分析	143
③铜氨液中总氨分析——甲醛法	144
④铜氨液中总氨的分析——催化法	146

⑤铜氨液中醋酸含量的分析——甲醛法	149
⑥铜氨液中醋酸含量的分析——离子交换法	151
⑦铜氨液中二氧化碳的分析	152
⑧铜氨液中一氧化碳的分析	154
⑨铜氨液比重的测定及游离氨的计算	156
⑩铜氨液中油的测定	157
⑪铜氨液中残渣的测定	158
⑫铜氨液中硫含量的测定	159
⑬废氨水中总铜的测定	161
⑭氨吸收塔后氨水分析	163
五 氨吸收塔后气体中氨含量的分析	163
六 氨水测定	165
七 铜氨洗后气体中微量一氧化碳、二氧化碳的测定	166
八 合成塔触煤升温还原时水气浓度的测定	181

第五章 稀 硝

一 原料气的分析	187
①气氨纯度的测定	187
②净化空气中含尘量的测定	187
二 氨——空气混合气的分析	187
①混合气中含氧量的分析	187
②氨浓度的分析	189
③氨氧化率的测定	191
三 NO_x 气体中硝铵含量的分析	192
四 尾气分析	195
①尾气中氮氧化物含量的测定	195

②尾气中氧含的的测定	197
五 硝酸及溶介物质含量的测定	197
①成品稀硝酸的测定	197
(甲) 比重法	197
(乙) 容量法	197
(丙) N_2O_4 含量的分析	199
②硝酸中氯根含量的测定	199
③硝酸中铵盐含量的测定	201
(甲) 比色法	201
(乙) 甲醛法	202
六 废热锅炉供、放水的分析	202
第六章 硝 铵	
一 中和器出口硝铵溶液的分析	203
①氨和硝酸的测定	203
②硝酸铵含量的测定	204
(甲) 比色法	204
(乙) 甲醛法	205
二 再中和溶液酸矸度的测定	206
三 硝酸铵生产过程中损失量的分析	206
①中和废气冷凝液分析	206
甲、酸矸度的测定	206
乙、硝酸铵的测定	207
●甲醛法	207
●加热法	208
②一、二段冷凝器冷却水中酸矸度及硝酸铵的损失分析	209

(甲) 循环上水的分析	209
(乙) 冷却水酸矸度及硝酸铵的损失测定	210
(丙) 比色法测定	212
四 一段蒸发和贮槽硝酸铵溶液浓度测定	212
五 二段蒸发溶液浓度分析	213
六 成品硝酸铵的分析	214
① 水份含量的测定	214
② 游离酸的测定	214
③ 硝酸铵纯度的测定	215
④ 熔融状态硝酸铵的测定	216
七 气氨浓度的测定	218
八 稀硝酸浓度的测定	218
九 造粒塔放空气中硝铵粉尘的测定	219

第七章 浓 硝

一 成品浓硝酸中硝酸及氮氧化物含量的测定	223
二 硝酸镁溶液中硝酸镁及硝酸含量的测定	226
三 尾气中氮氧化物含量的测定	229
四 水中硝酸含量的测定	229
五 水中硝酸镁含量的测定	231

第八章 动火分析

一 目的	232
二 要求	232
三 分析方法	232
① 可燃性气体分析方法	233

②氨分析方法	233
③空气及管道中微量一氧化碳的分析	236

第九章 非标准溶液的配制

一 1 N硫酸的配制	237
二 2 %碘化钾和3 %硫氰化钾混合液配制	237
三 5 %淀粉溶液的配制	237
四 5 %硫脲溶液的配制	238
五 25%甲醛溶液的配制	238
六 硅藻土的配制	238
七 硅胶的再生	238
八 3 %双氧水中性溶液的配制	239
九 75%硫酸溶液的配制	239

第十章 标准溶液的制备

一 概论	240
二 各种规定溶液配制和标定	241
甲、酸碱部分	241
①0.1N盐酸溶液的配制及标定	241
②0.1N硝酸溶液的配制及标定	242
③0.1N硫酸溶液的配制及标定	243
④1 N氢氧化钠溶液的配制及标定	243
⑤0.5N加Ba ⁺⁺ 氢氧化钠溶液的配制及标定	244
⑥0.1N氢氧化钠溶液的配制及标定	245
⑦0.1N氢氧化钾乙醇溶液的配制及标定	245
乙、氧化还原部分	246
①0.1N高锰酸钾溶液的制备及标定	246

●0.1N硫代硫酸钠溶液的制备及标定	249
●0.01N硫代硫酸钠溶液的制备及标定	252
●0.1N及0.01N碘溶液的制备及标定	253
●0.1N硫酸亚铁铵溶液的制备及标定	254
●0.1N溴化钾溴酸钾溶液的制备及标定	255
●0.1N铬酸溶液的制备及标定	256
丙、沉淀络合部分	257
●0.05MEDTA标准溶液(乙二胺四乙酸二钠盐)	257
●0.1N硝酸银标准溶液	258
●0.02821N 或 $\frac{1}{35.45}$ 硝酸银标准溶液	260
●0.1N硝酸汞标准溶液	261
●0.1N硫氰酸钾标准溶液	262
三 指示剂的配制方法	263
四 测定水中溶解氧比色牌的配制	265
五 测定液体氧和液体富氧空气中的乙炔含量比色牌的配制	267
六 缓冲液及特殊试剂的配制	269
七 标准试剂的配制	270
八 常用洗涤液的配制	274
九 附 录	274
表1、几种常用原子量附表	275
表2、几种常用化合物和离子的当量表	276
表3、水在真空中的密度	277
表4、标准温度20℃时玻璃量器容量表	278

表5、0.1N溶液温度校正表·····	280
表6、0.1N $\frac{\text{NaOH}}{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 溶液的温度校正表·····	282
表7、0.5N $\frac{\text{NaOH}}{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 溶液的温度校正表·····	284
表8、1N NaOH溶液的温度校正表·····	286
表9、1N H_2SO_4 溶液的温度校正表·····	288
表10、0—100℃ 饱和水蒸汽压表·····	290
表11、水银在不同温度下的密度·····	292
表12、气体在不同温度压力下的体积校正系数 ·····	293
表13、硝酸比重浓度对照表·····	299
表14、硝酸溶液浓度比重对照表·····	304
表15、甲醛溶液的甲醛浓度比重对照表(15℃) ·····	312
表16、 NH_3 重量百分数换算成体积百分数表·····	314
表17、气体体积校正系数表·····	318

前 言

在党的“九大”团结胜利路线光辉照耀下，全国各条战线都呈现出“抓革命、促生产、促工作、促战备”的新高潮，我厂在伟大领袖毛主席“三线建设要抓紧”的指示指引下，经过全体革命职工和施工部门几年的共同努力奋斗，今年即将基本建成投入生产，为农业和国防建设作出贡献。

随着斗、批、改运动的步步深入，随着生产力的迅猛发展，各项社会主义企业管理制度在与“管、卡、压”的修正主义管理制度及“操作无规程，分析无手续”的无政府主义的斗争中逐步建立健全，起着加强技术管理、提高生产能力的重要作用。

分析测定工作在化工生产中，起着十分重要的作用，犹如生产上的耳目，随时反映出生产系统内各个阶段的化学反应情况、设备运行动态，指示我们确定最适宜的操作条件，为保证优质、高产、低耗、安全提供可靠数据，从而不断挖掘生产潜力，提高生产技术水平。所以做好分析测定工作在化工生产中是极为重要的。

为了统一分析测定方法，适应开工及正常生产的需要，根据我厂生产工艺流程的特点，吸取兄弟厂的经验，在各车间化验室的支持、帮助下我们综合编制了此生产控制分析规程。毛主席教导我们说：“一个正确的认识往往需要经过由物质到精神，由精神到物质，即由实践到认识，由认识到实践这样多次的反复，才能够完成。”此规程还有待我们在实践中不断总结经验，共同修改，使之逐步完善。

化验室职责范围与任务

一、职责范围：

负责车间生产过程中所必需的生产控制分析和停车检修过程中所必须的安全动火分析，并对化验室所有一切仪器与设备负有妥善保管和维护的责任。

二、岗位任务：

1、通过各项分析，及时指导工艺岗位正确执行工艺条件与操作，以达到安全、高质、高产、低消耗的目的。

2、按时准确完成规定的分析项目，并将分析结果及时报给工艺岗位。当生产不正常时，应尽最大努力，积极协助工艺岗位找原因。

3、当其它车间或化验室发生问题时，要互相

大力支援，以保证全厂全面完成任务。

4、严格遵守分析规程，细心操作，保证作到准、稳、快。

5、以主人翁态度保管和维护化验室一切仪器和设备，并做好文明生产。

6、认真、及时、正确填写报表和工作日志。

7、对实习人员必须从政治上关心，在技术上必须毫不保守的传授，为国家培养德才兼备的分析人员而尽应有的责任。

车间化验室工作制度

一、必须严格遵守各项规章制度。

二、工作时必须穿工作服。

三、试验台上必须保持整齐清洁，不用之物品不可置于台上，以免妨碍工作。

四、分析仪器使用后，应立即洗净放回原处，使用之前需用少量蒸馏水洗涤一、两次。

五、凡本人不懂的仪器药品，不准动用，别人使用的仪器药品未经本人许可也不准随便乱动。

六、取试剂时，瓶塞应倒放在台上或夹在手指上，取完后应立即加盖盖好，剩余试剂不可倒回原瓶，以免影响试剂的浓度。

七、试剂瓶必须贴上标签，示明名称、浓度以及配制的日期。

八、废液必须倒在指定地方，浓酸、浓碱稀释后弃去。以免损害排水管。含有贵重元素的废液应保

存于规定的容器内。以便回收。

九、天秤使用必须小心，避免震动，天秤发生故障时。通知负责人检查与修理。不得擅自动手修理。

十、凡超过100克以上的物品，未经负责人许可。禁止在分析天秤上称量。

十一、使用电气设备。（如电烘箱，高温炉，电水浴……等）必须注意升温情况严格控制升温速度，发生故障时，必须请电工修理。

十二、分析数据必须填写在原始记录本上，不得涂改，保持清洁。

十三、原始记录本不准撕毁或乱划。

第一章 水 汽

一、水样采集的规定

1、采样瓶的准备：用时必须洗涤干净，必要时可用洗液洗涤，再用蒸馏水冲洗，直到瓶内不挂水珠为止。

2、分析水样准备：所取水样必须具有代表性如取河水应在上、中、下游各处取样，混匀后进行分析，所取水量为2立升左右。如在容器内或管道内取样，必须在设有冷却装置的管内取样，取样前应让水流出数分钟后再进行取样，取满后立即盖好瓶塞，立即送到化验室进行分析。对于易挥发气体和不稳定盐类应及时分析。如氧、二氧化碳、硫化氢、PH值、亚硝酸盐等以免影响分析结果。

3、样瓶：必须贴标签，注明水源，地点，取样日期，季节和气候。

4、水样分析越快越好，但不能立即分析时其保留时间最长：

受污染水—12小时

较纯净水—48小时

未受污染水—72小时

二、悬 浮 物 的 测 定

1、原理：