

氮素工业生产的分析檢驗

第 八 册

蘇聯國立氮素工業研究設計院編

17

化学工业出版社

氮素工业生产的分析檢驗

第八册

稀硝酸車間的生产檢驗

苏联国立氮素工业研究設計院 (ГИАИ) 編

刘崇志 譯

化学工业出版社

在“氮素工业生产的分析检验”汇编第八册中,详细地叙述了稀硝酸生产的检验方法。

本书可供生产稀硝酸工厂(车间)的分析检验人员使用,也可供化工学院和中等专业学校有关专业的师生参考。

ГИАП
АНАЛИТИЧЕСКИЙ
КОНТРОЛЬ
ПРОИЗВОДСТВА
В АЗОТНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВЫПУСК 8

ГОСХИМИЗДАТ (МОСКВА, 1958)

氮素工业生产的分析检验

第八册

刘崇志 译

化学工业出版社出版 北京安定门外和平北路

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 新华书店发行

开本: 787 × 1092 毫米¹/₃₂ 1959年9月第1版

印张: 3³/₃₂

1960年3月第1版第2次印刷

字数: 88千字

印数: 2101—3600

定价: (10)0.52元

书号: 15063·0561

目 录

前言	4
空气中含尘量的测定 (用ГИАП尘量计)	5
气态氧的分析	25
氧含量的测定 (浓度高于95%)	25
可燃杂质含量的测定	28
碱雾含量的测定	30
氧-空气混合物中氧含量 (浓度高于25%) 的测定	32
气态氮的分析	36
惰性气体含量的测定	36
在平均混合试样中测定	36
浓度低于1%时的测定	36
浓度高于1%时的测定	3
在一次取样中测定	41
油含量的测定	43
发光法定量测定	43
定性分析	48
氮-空气混合物中氮含量的测定	49
接触率的测定	51
含氮氧化物的气体的分析	55
NO氧化成NO ₂ 的程度和一氧化氮含量的测定	55
氧化程度高于50%时的测定	55
氧化程度低于50%时的测定	59
氧化程度不詳时的测定	62
氧含量的测定	68
铍盐含量的测定	71

定性分析	71
比色法	72
光电比色测定	73
目视比色测定	76
滴定法	77
含氮氧化物废气的分析	78
氮氧化物含量的测定	78
滴定法	78
用抽空瓶法测定	79
用校准瓶法测定	81
比色法	83
氧含量的测定	85
塔后酸中及气体冷却器中的冷凝液中 HNO_3 含量的测定	90
按比重测定	90
滴定法测定	92
产品硝酸的分析	93
HNO_3 含量的测定	93
氮氧化物含量的测定	94
直接滴定测定	94
反滴定测定	95
硝酸铵含量的测定	96
比色法	96
光电比色测定	97
目视测定	98
滴定法	98
冷凝器中蒸气冷凝液及洗水等中氨含量的测定	99
滴定法	100
比色法	100
冷凝水和水的分析	101
全碱度的测定	101
硬度的测定	102

油酸盐法	103
络合物滴定法	105
氯化物含量的测定	109
溶解的氧含量的测定	111
比色法	111
碘量法	119
气体冷却器后循环水酸度的定性分析	121
污水分析	122
硝酸含量的测定	122
氨含量的测定	123
附录	
气体体积换算成标准状况用的换算图	123

前 言

本汇编系由国立氮素工业研究设计院（ГИАП）分析室的工作人员和各氮素工厂中央实验室的工作人员合编。汇编中编入氮素工业生产检验的统一方法；这些方法系由工厂实验室、ГИАП分析室和其他实验室拟出，并经过校核。

第八册叙述了稀硝酸车间生产的分析检验方法。

空气中含尘量的测定(用ГИАГ尘量计)

方法原理 使待试空气通过装在专门仪器上的滤纸，阻留在滤纸上的尘量借助光电装置用光学方法测定。空气通过滤纸前后的反射能力，用规定单位(仪器的分度)来表示。

知道仪器分度值(根据仪器的校正数据)和经过滤纸的空气量，可算出空气中含尘量。

光学方法灵敏度很高，可以测出滤纸表面上微量尘埃。本仪器适于测定空气中不超过1—2毫克/米³的含尘量。

仪器

在常压下操作的过滤空气中尘埃用的装置图示于图1。

待试空气用抽气机从管道1中沿取气管经过滤装置3抽出。抽出的空气量用流速计5测量。用温度计4测量流过气体的温度，用水银压力计6测量抽力。

过滤装置 在常压下操作的系统所用过滤装置的零件如图

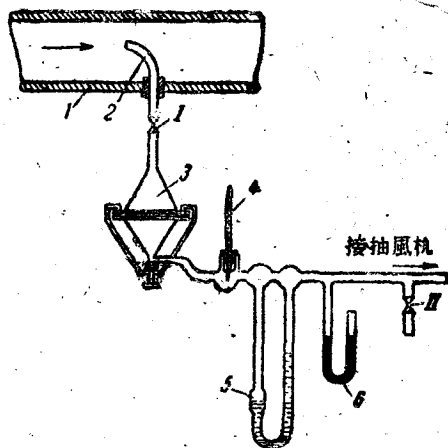


图1 在常压下操作的过滤空气中尘埃用的装置图

1—管道，2—取气管，3—过滤装置，4—温度计，5—流速计，6—水银压力计，I—旋塞，II—螺絲夹

2所示。过滤装置由两个底部相连的金属锥形壳① 1和2(最好用铝制)构成,两底之间放有穿孔金属板3和致密滤纸4(使用蓝带无灰滤纸)。滤纸边用厚绘图纸垫圈压紧。两外壳用带

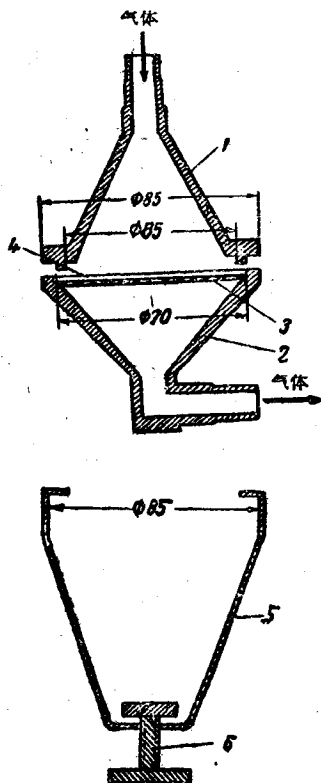


图2 在常压下操作的系统所用过滤装置零件

1—上壳; 2—下壳; 3—穿孔金属板; 4—滤纸; 5—夹具; 6—夹具的压紧螺钉

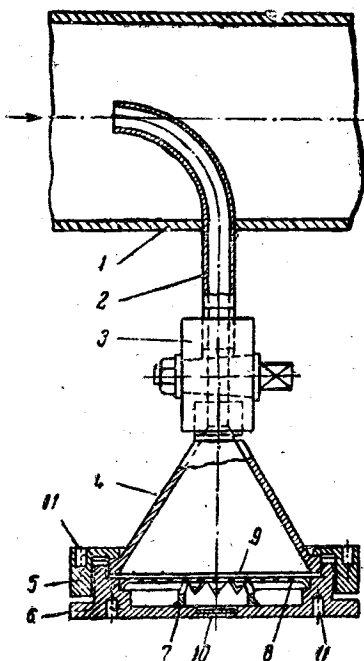


图3 在高压下操作的系统所用过滤装置

1—管道; 2—取气管; 3—金属旋塞; 4—外壳; 5—联结螺母; 6—底座; 7—有齿支环(直径21/25毫米,厚8.5毫米); 8—穿孔金属板(厚0.5毫米,白处间隔0.54毫米); 9—滤纸; 10—节流孔板(直径15毫米,孔直径2.5毫米); 11—销子孔

① 为了避免尘埃沉积在上壳壁上, 纵轴与母线间的角度应当为 30° 。

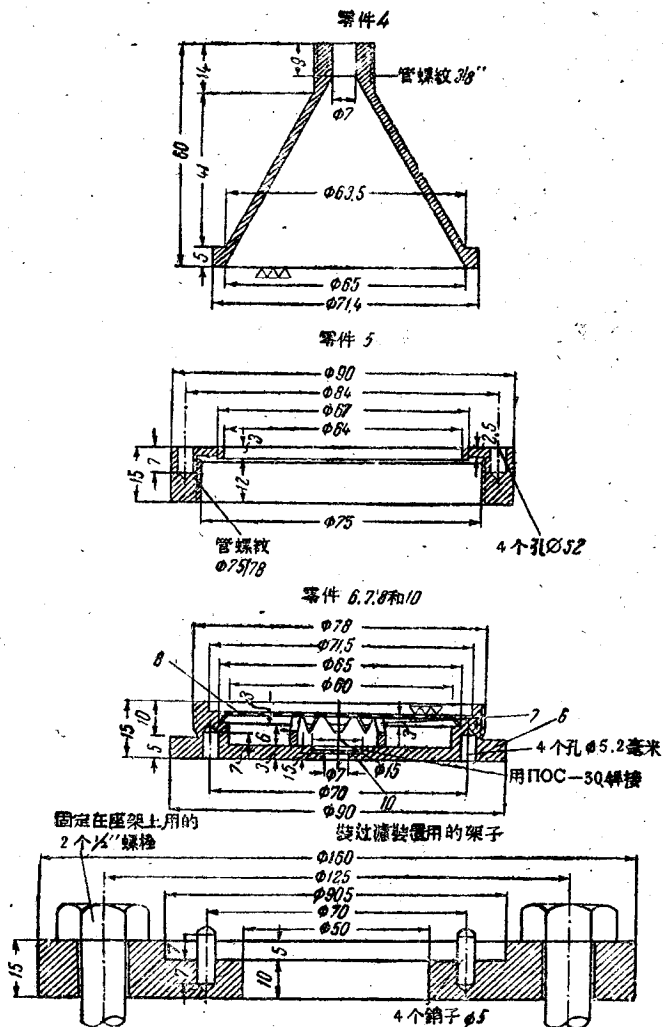


图 4 在高压下操作的系统所用过滤装置零件 (见图 3)

有压紧螺钉6的夹具5夹紧。

在高压下操作的系统使用其他过滤装置(图3)。此装置由带节流孔板10的底座6、锥形壳4、联结螺母5、有齿支环7

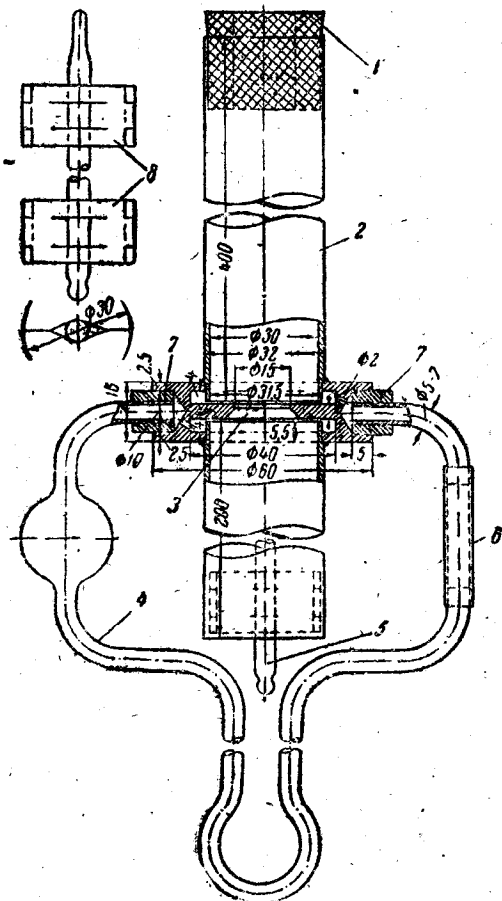


图5 测量空气流速和温度用的便携式检查管。

1—带孔橡皮塞；2—金属管；3—孔板；4—流速计；5—温度计；6—橡皮管；7—橡皮塞；8—温度计夹(厚0.1毫米的钢板)

和穿孔金属板 8 (其上放置滤纸 9) 构成。这种过滤装置的零件如图 4 所示。

用带孔板的携带式检查管 (图 5) 定期检查空气流速和温度。

ГИАП 尘量计 仪器的主要部件是光电装置, 用此装置测量空气过滤前后滤纸反射的光束强度。光电装置示于图 6。

下部开口的金属光室 4 有两个相对的孔, 在左孔的前面装有光源 1, 光源是一个交流白炽灯 (12 伏、21 瓦)。

光源可以沿水平和垂直移动。当光源移近小孔时, 光电系统的总灵敏度增大, 移远则减小。光源可以用制动螺钉固定在所需位置。

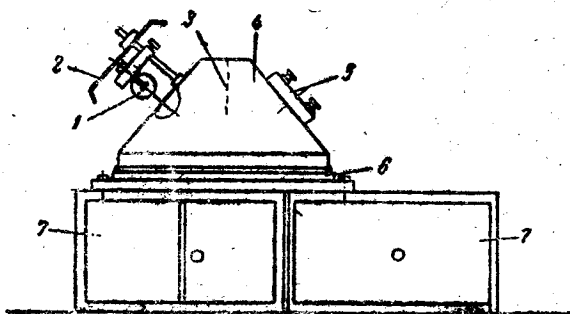


图 6 光电装置图

1—光源(白炽灯); 2—灯罩; 3—屏; 4—光室; 5—光电池;
6—底座; 7—木盒

在光室 4 的右孔的前面装有晒光电池 5。

光室 4 紧压在仪器的底座 6 上。底座的上面有 1 凹槽, 滤纸放在槽中。光室和底座 6 用铰链相连, 能容易地从上面拿开。在图 6 所示的情况下, 光室紧紧将滤纸边压在凹槽上。

光源发出的光束经光室的左孔射到滤纸上, 再从滤纸表面反射出来, 经右孔被光电池的感光层所吸收。为了防止光电池

直接受光源作用，室内按垂直位置装上一个金属屏3。

光室内表面和金属屏涂以无光泽的黑色硝基清漆。灯罩2可以防止外部光源的光线射到室内。

光室安装在木盒7(320×160×100毫米)上。左半个盒内放有电路系统的零件和尘量计的接线板。右半个盒有几个抽屉，用来存放滤纸和尘量计的备用零件。

仪器的电路原理图绘于图7。

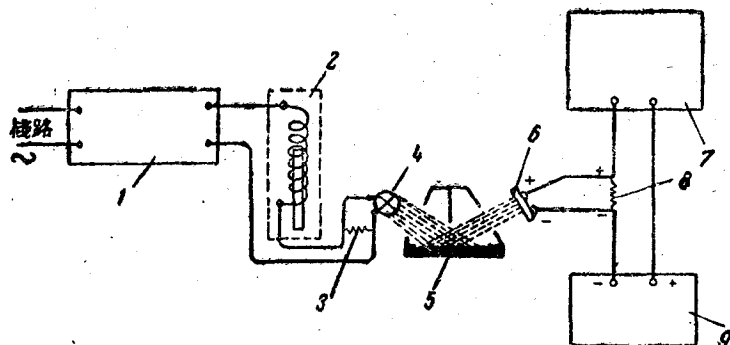


图7 ГИАН 尘量计电路原理图

1—电压稳定器；2—电流稳定器；3—白炽灯分路；4—白炽灯；5—滤纸；6—光电池；7—电子电位计；8—外电阻；9—携带式电位计

灯4发出的光束从滤纸5表面反射出来，和光电池6的感光层作用。光电池产生的光电流在外电阻8上造成一电压。各种光电池电压的绝对值在12—18毫伏特内变动。

滤纸上的尘埃能减弱射到光电池上的光束。

目的在于有可能测量光束极微的变化。因为光束变化，外电阻8的电压也变化，所以说测定就是测量电压。为此，可接一个携带式电位计9(所产生的稳定电压与电阻8的电压相等)来完全控制电阻8的电压。同时，可据此在电路中接入电位计7，以表示电阻8上的电压的改变。仪器越灵敏，测出电压的

改变越小。

在上述电路中，用电子指示电位計（帶0—2毫伏特的刻度盘）作灵敏仪器。电位計刻度盘分成80分度。度盘全长80厘米。度盘的分度值約为0.025毫伏特。

要使測量系統灵敏度大，供給光源的电流必須高度稳定（见图7）。

为此，使用悬心电流稳定器2。此稳定器①是一个和負載（白熾灯）串联的螺管綫圈。螺管綫圈內放有用变压器鋼錒成的截面为圓形的鉄心。

用两个鋼螺栓将鉄心定准中心。螺管綫圈鉛直放置。当交流电經過螺管綫圈的繞組时，螺管綫圈吸引鉄心，使鉄心留在綫圈內成悬吊状态。如果供給螺管綫圈的电压越大，則鉄心进入綫圈越深，因而电抗随之增大，这样也就防止电流增加。

輸入电压变动不超过 $\pm 1\%$ 时，用这种稳压器能使流經灯4的电流稳定（变动 $\pm 0.02\%$ ）。

用市售ЭПА-27型鉄共振式电压稳定器1預先稳定輸入电压。此稳压器能消除电源电路的波动，从而造成电流稳定器正常工作的有利条件。

綫繞电阻3（灯的分路）稍减小經過白熾灯4的电流，因而可以大大延长灯的使用期限。

整套尘量計包括以下零件：

光电装置。

ГИАП 电流稳定器。

ЭПД-17型电子电位計（帶0—2毫伏特的刻度盘）。

ПП 型携带式电位計。

ЭПА-27型电压稳定器。

① 悬心电流稳定器的說明及計算，請參閱苏联氮素工业研究設計院研究报告汇编第四册（Труды ГИАП, выд. IV, Госхимиздат, 1954）原文243頁。

УФ-101 型或 ФЭС 型硒光電池(備用)。

帶卡口燈座的21瓦、12伏特的白熾燈(備用)。

檢驗用砝碼約5克。

塵量計的安裝 安裝塵量計時，應當放在坐北的乾燥房間內，應該遠離窗戶及明亮光源。

成套塵量計中的儀器放在穩當的桌上（電壓穩定器放在桌下的地板上），桌上引有120或220伏特的交流電以及電路的接地綫。

按照安裝圖(圖8)連接各儀器，要嚴格注意切勿接錯正負極。

與光電裝置和電子電位計的輸入端相連的導綫應敷設在盒

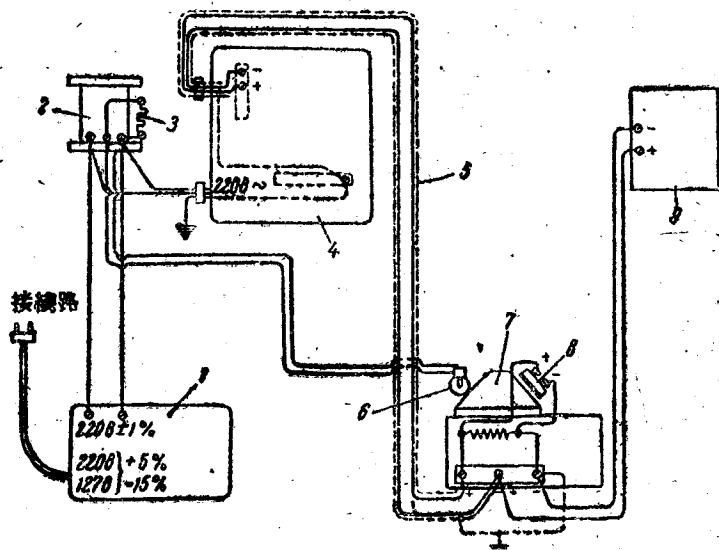


圖 8 ГИАИ 塵量計安裝圖

- 1—ЭПА-27電壓穩定器；2—ГИАИ電流穩定器；3—白熾燈的分路；4—ЭПА-1電子電位計；5—金屬屏；6—白熾燈；7—光室；8—硒光電池；9—ПП 攜帶式電位計

屬軟管中，此管接地。也使电子电位計相应的接綫柱接地。

电流稳定器放在金属三角架上，稳定器底盘上装一水准器，轉动調整螺釘將稳定器固定在水平位置上。

借助調整接綫板的适当跨接装置，可以将电压稳定器接到額定电压为 120 或 220 伏特的电路中。在电路中接入稳定器之前应当看看跨接装置是否正确。

尘量計的檢驗 安装完毕后接通尘量計的电源，为此将电压稳定器 1 接到电路上(见图 8)。这时，电流稳定器 2 的鉄心悬在綫圈中，光源电灯亮。然后将白色滤紙(直径 70 毫米)放到光电装置的回槽中，接通电子电位計 4 的电源。把携带式电位計 9 的轉换开关放到位置“H”(测量)，緩緩轉动携带式电位計滑綫变阻器的鈕，便可以将电子电位計的指針定到任何分度。

尘量計光电系統灵敏度的检查，可用尘量計中所附的檢驗查砒碼(約 5 克)来完成。緩緩轉动携带式电位計滑綫变阻器鈕，將指針定在“40”分度处。將檢驗砒碼放在电流稳定器鉄心的鋼針上。如果这时电子电位計指針按順时針方向移动 15—16 分度，則儀器的灵敏度正常。

校核后，將檢驗砒碼取下，放在尘量計光电装置的抽屜內。电子电位計指針应当轉回原来位置，誤差不应超过 1—2 分度。

測定程序

取樣規則 取待試气体試样时，必須遵守下列条件：

1. 气体管道气流速度和取气管进气孔处气流速度要保持平衡(气体管道中气流速度的計算見下述)；

2. 为了防止尘埃沉积在取气管的內壁，应注意选择管的直径，使气体在管中流动的綫速度为 20—25 米/秒。要选取的气体的体积速度应保証取气管中所需的綫速度。所通过气体的体积速度一般为 30 升/分。在这种情况下，取气管的直径应当

是4—5毫米。

3. 取气管这样安在气道中，管的进气孔迎向气流，孔的中心和气道的几何轴重合。

4. 用普兰往(Пито-Прандтль)型气压测量管和 МФУ-3型或 ЦАГИ 型差微压力计^①测定气道中的气流速度，用它们测量气道中某点的动压头(根据气体的总压头和静压头差)。

气道某点气流速度 w_r (米/秒)按下式计算：

$$w_r = \sqrt{\frac{2g \cdot h}{r_t}}$$

式中 g ——重力加速度 (9.81 米/秒²)；

h ——气道某点的动压头(毫米水银柱)；

r_t ——气体在操作条件下的重度 (公斤/米³)。

气体的比重可以用下列公式计算：

$$\text{对干燥气体}^{\text{②}}, r_t = \frac{r_0(B + P_r)273}{760(273 + t_r)}$$

式中 r_0 ——在标准状况下干燥气体的重度 (公斤/标准米³)，按表求出；

B ——气压计所示压力(毫米水银柱)；

P_r ——气道中压力(正压〈+〉或负压〈-〉)(毫米水银柱)；

t_r ——气道中气体温度(°C)。

对湿气体：

① 详细说明见 Г. Гордон 和 И. Пейсахов 著“Контроль пылеулавливающих установок”，Металлургиздат，1951；也可见“Аналитический контроль производства в азотной промышленности”，вып. 1，Госхимиздат，1956，73—74页。

② 实际上，干燥气体就是温度在 20—30°C 以下时，气体湿度没有空气湿度大的气体。