

中华人民共和国化学工业部

小氮肥厂生产分析 测定规程 (试行)

化学工业出版社

81.4416
152

中华人民共和国化学工业部

小 氮 肥 厂

生产分析测定规程

(试 行)



中华人民共和国化学工业部
小氮肥厂生产分析测定规程
(试行)

化学工业出版社出版
(北京和平里七区十六号楼)
化学工业出版社印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行

34/147

开本 $787 \times 1092^{1/32}$ 印张 $8^{1/4}$ 字数 191 千字 印数 1—34,200
1982 年 11 月北京第 1 版 1982 年 11 月北京第 1 次印刷
统一书号 15083·3489 定价 0.71 元

关 于 试 行
《小氮肥厂技术规程》的通知
(79)化肥司字第137号

为了加强小氮肥企业的基础工作、提高管理水平和技术水平，我们组织有关省、市的小氮肥企业编写了这套《小氮肥厂技术规程》，现予颁发试行。

在试行工作中，要求各小氮肥厂：

一、参照规程，并结合本厂的实际情况，在不降低标准和要求的前提下制订出本单位的技术规程。

二、加强对试行工作的领导。要把试行规程作为搞好技术管理的重要措施之一。要制订落实措施，定期检查执行情况。

三、在试行中，要不断总结经验，对规程提出修改和补充意见，并及时将意见报部化肥司。

化学工业部化肥司
一九七九年七月二十日

目 录

小氮肥厂生产分析测定规程

第一章 总则	1
第二章 溶液的制备	2
第一节 标准溶液的配制及标定	2
一、一般规定	2
二、标准溶液的配制及标定	3
（一）1N及0.1N盐酸标准溶液	3
（二）1N及0.1N硫酸标准溶液	4
（三）0.5N及0.1N氢氧化钠标准溶液	5
（四）0.1及0.01N硫代硫酸钠标准溶液	6
（五）0.1N及0.01N碘标准溶液	8
（六）0.05M及0.02M乙二胺四乙酸二钠标准溶液	9
（七）0.1N及0.01N重铬酸钾标准溶液	10
（八）0.1N高锰酸钾标准溶液	10
（九）0.1N硝酸银标准溶液	12
（十）0.1N硫氰酸钠（或硫氰酸钾）标准溶液	13
（十一）0.05N氢氧化钾乙醇标准溶液	14
（十二）0.05N氯化钡—氯化镁标准溶液	14
（十三）0.03N碘酸钾标准溶液	15
（十四）0.05N硫酸亚铁铵标准溶液	16
第二节 非标准溶液的配制	16
一、酸溶液	16
二、气体吸收剂	17
三、盐溶液	18
四、其他试剂	18
五、缓冲溶液	19
第三节 指示剂的配制	19
第三章 原材料的分析	22

36042

第一节 煤的分析	22
一、煤样的采取及缩制	22
二、水分的测定	26
三、灰分的测定	32
四、挥发分的测定	35
五、固定碳的计算	38
六、碳酸盐二氧化碳的测定	38
七、全硫的测定	43
(一) 艾氏法	43
(二) 高温燃烧中和法	46
八、煤的低位发热值的计算	52
九、煤灰熔融性的测定	56
第二节 焦炭的分析	61
第三节 碳化煤球、消石灰及生石灰的分析	64
一、碳化煤球的分析	64
二、消石灰及生石灰的分析	68
第四节 油品的分析	69
一、恩氏粘度的测定	69
二、闪点的测定	74
三、酸值的测定	77
四、机械杂质的测定	79
五、水分的测定	83
第四章 水质分析	87
第一节 水样的采集	87
第二节 原水及生产用水的分析	87
一、全固形物的测定	87
二、悬浮固形物的测定	90
三、溶解固形物的测定	92
四、pH的测定	93
五、氯化物的测定	96
(一) 硝酸银容量法	96
(二) pCl电极法	98
六、碱度的测定	102

七、总硬度的测定	103
八、溶解氧的测定	104
第三节 污水的分析	107
一、氯化物的测定	107
二、硫化物的测定	108
三、氨氮的测定	110
四、挥发酚的测定	111
五、油的测定	115
六、化学耗氧量的测定	119
第五章 成品的分析	122
第一节 碳酸氢铵成品的分析	122
一、含氮量的测定	122
二、水分的测定	123
第二节 氨水成品的分析	125
第三节 液氨成品的分析	127
一、水分、油含量的测定	127
二、氨含量的计算	129
第四节 硫磺成品的分析	129
一、水分的测定	129
二、灰分的测定	130
三、酸度的测定	131
四、有机物的测定	132
五、砷的测定	137
六、铁的测定	140
七、硫含量的计算	142
第六章 生产控制分析	143
第一节 造气、变换	143
一、半水煤气(或变换气)的分析	143
二、磁导式氧分析器法	147
三、红外线—氧化碳分析器法	147
四、锅炉、煤气炉水夹套、废热锅炉、饱和热水塔排污 水中全固形物及溶解固形物的测定	148
五、灰渣残碳的测定	148

第二节 脱硫	149
一、脱硫塔进、出口气中硫化氢的测定	149
二、对苯二酚脱硫液的分析	151
(一) 氨的测定	151
(二) 对苯二酚的测定	151
(三) 二氧化碳的测定	154
(四) 硫化氢的测定	156
(五) 硫代硫酸铵的测定	158
(六) 硫氰酸氨的测定	159
(七) 悬浮硫的测定	161
三、铁氨法脱硫液中氢氧化铁的测定	163
四、氨水脱硫液的分析	166
(一) 氨的测定	166
(二) 硫化氢的测定	166
(三) 亚硫酸根及硫代硫酸根的测定	166
五、ADA脱硫液的分析	168
(一) 总钼的测定	168
(二) 葱醌二磺酸钠的测定	170
(三) 硫代硫酸钠的测定	171
(四) pH的测定	172
(五) 碳酸钠和碳酸氢钠的测定	172
(六) 硫氰化钠的测定	174
(七) 硫酸钠的测定	175
(八) 悬浮硫的测定	176
第三节 碳化	177
一、上塔进口及各塔出口气中二氧化碳的分析	177
(一) 红外线二氧化碳分析法	177
(二) 奥氏气体分析仪法	177
二、碳化气中氨含量的测定	178
三、碳化气中硫化氢的测定	179
四、浓氨水、碳化母液及各塔出口液的分析	179
五、碳化氨水、碳化母液及碳酸氢铵中添加剂的测定	180
第四节 铜洗	185

一、铜液的分析	185
(一) 低价铜的测定	185
(二) 总铜的测定	187
(三) 总氨的测定	189
(四) 醋酸的测定	191
(五) 二氧化碳的测定	195
(六) 一氧化碳的测定	197
二、铜洗气中微量一氧化碳、二氧化碳的分析	198
(一) 红外线分析法	198
(二) 电导式电桥分析法	198
(三) 电导式自动分析法	206
第五节 合成	207
一、合成塔进口气中氢与甲烷的测定	207
(一) 热导式氢自动分析仪法	208
(二) 奥氏气体分析法	208
二、合成塔进、出口气中氨的测定	210
三、氨催化剂还原出水的分析	212
(一) 氨催化剂还原出水中氨的测定	212
(二) 氨催化剂还原水汽浓度的测定	214
第七章 生产测定	219
一、煤气炉吹风气的分析	219
二、铜洗再生气的分析	220
三、液氨贮槽弛放气、合成放空气的分析	220
四、气体中氩含量的测定	220
五、煤气炉蒸汽分解率的测定	224
六、蒸汽与半水煤气(或变换气)比例的测定	226
七、饱和塔饱和度的测定	228
八、气体中有机硫的测定	230
九、醋酸铜氨液中油的测定	234
十、醋酸铜氨液中沉淀物的分析	235
(一) 硫化亚铜的测定	235
(二) 氢氧化亚铁的测定	237
第八章 安全分析	240

第一节 动火分析	240
一、氧气、一氧化碳及甲烷的动火分析	240
二、氮气的动火分析	242
第二节 有毒气体的分析	243
一、一氧化碳的测定	243
（一）发烟硫酸—五氧化二碘检气管比长度法	243
（二）硫酸钡—钼酸铵检气管比色法	244
二、氨的测定	245
（一）中和法	245
（二）纳氏试剂比色法	245
（三）溴酚蓝检气管比长度法	247
三、硫化氢的测定	247
（一）硝酸银比色法	247
（二）醋酸铅检气管比长度法	250

附 录

一、标准溶液浓度的一升量值温度校正值表	251
二、各种温度下水的饱和蒸汽压和气体中含水量表	253
三、被水蒸汽饱和的潮湿气体体积换算为0℃和760毫米水银柱干燥状态时所用的换算系数K值	255
四、氯化钠饱和溶液的水蒸汽压力	266
五、常用指示剂的pH值变色范围	266
六、水银在各种温度时的密度	266
七、几种常用的气体克分子体积	267
八、几种常见气体的热导率	267
九、车间空气中有害物质最高允许浓度	267
十、几种可燃、易爆气体在空气中的爆炸界限	268
十一、混合气体的爆炸界限	268
十二、氨水溶液密度表	268
十三、标准pH缓冲溶液配制表	269
十四、煤质分析各指标符号及名称	269
十五、煤焦各种基的换算	271
十六、煤的焦渣特征分类	271
十七、氮肥主要产品标准（摘要）	272

第一章 总 则

一、本规程适用于以煤、焦炭为原料、生产碳酸氢铵和氨水的小氮肥厂，也基本上适用于其他类型的小氮肥厂。

二、本规程中并列使用的两种或两种以上的分析方法，可选择其中一种使用。

三、本规程所采用的气体分析仪及其各种组分分析方法都属于生产控制范畴，如作为工艺计算和测定之用，必须采用精密的气体全分析仪校正数据

四、本规程与国家有关规定相抵触时，以国家规定为准。

第二章 溶液的制备

第一节 标准溶液的配制及标定

一、一般规定

(一) 本规程中所使用的水及稀释液在没有注明其他要求时, 系指蒸馏水或离子交换水。

(二) 工作中所使用的分析天平的砝码、滴定管、容量瓶及移液管均需校正。

(三) 用于仲裁分析和成品分析的标准溶液的配制。

1. 本规程中凡规定用“标定”和“比较”两种方法测定浓度时, 不得略去其中的任何一种方法, 且两种方法测得的浓度值之相对误差不得大于0.2%, 並以标定所得数字为准。

2. 标准溶液的浓度为标准温度20℃时的浓度, 否则应予以校正(见附录一)。

(四) 用于生产控制分析的标准溶液的配制

1. 可采用“标定”或“比较”一种方法测定浓度, 但必须测定两份或两份以上, 当两份测定的相对误差在 $\pm 0.2\% \sim 0.1\%$ 以内时, 才可取平均值计算其浓度。

2. 可调整配制的标准溶液浓度等于欲配制的浓度, 调整计算公式如下:

(1) 当 $N_{已配} \neq N_{欲配}$ 时:

$$V_{加水电} = \frac{N_{已配}}{N_{欲配}} \times \frac{N_{欲配}}{N_{欲配}} \times V_{配制标准溶液体积, 毫升}$$

(2) 当 $N_{\text{已配}} = N_{\text{欲配}}$ 时:

$$V_{\text{应加标准液}} = \frac{N_{\text{原液}} - N_{\text{已配}}}{N_{\text{标准液}} - N_{\text{欲配}}} \times V_{\text{配制前剩余体积, 毫升}}$$

(五) 配制 $0.02 N$ (M) 或更稀的标准溶液时, 应在临用前将浓度较高的标准溶液用煮沸并冷却的蒸馏水稀释。必要时应重新标定。

(六) 碘量法的反应温度在 $15 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 之间。

二、标准溶液的配制及标定

(一) $1 N$ 及 $0.1 N$ 盐酸标准溶液

1. 配制

$1 N$ 盐酸标准溶液: 量取 90 毫升浓盐酸, 注入 1000 毫升水中。

$0.1 N$ 盐酸标准溶液: 量取 9 毫升浓盐酸, 注入 1000 毫升水中。

2. 标定

(1) 测定方法

$1 N$ 盐酸标准溶液: 称取 1.6 克于 $270 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的基准无水碳酸钠, 称准至 0.0002 克, 溶于 50 毫升水中, 加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红混合指示剂, 用 $1 N$ 盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸 2 分钟, 冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。在相同条件下做空白试验。

$0.1 N$ 盐酸标准溶液: 称取 0.2 克于 $270 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的基准无水碳酸钠, 称准至 0.0002 克。溶于 50 毫升水中, 加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红混合指示剂, 用 $0.1 N$ 盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸 2 分钟, 冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。同时做空白试验。

(2) 计算

盐酸标准溶液的当量浓度:

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.05299}$$

式中 G ——无水碳酸钠之重量, 克;

V_1 ——盐酸溶液之用量, 毫升;

V_2 ——空白试验盐酸溶液之用量, 毫升;

0.05299——碳酸钠之毫克当量, 克。

3. 比较

(1) 测定方法

量取 30.00 ~ 35.00 毫升盐酸待标溶液, 加 50 毫升不含二氧化碳的水及 2 滴 1% 酚酞指示剂, 用相应浓度的标准氢氧化钠溶液滴定, 近终点时加热至 80℃, 继续滴定至溶液呈粉红色。

(2) 计算

盐酸标准溶液的当量浓度:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中 V_1 ——氢氧化钠标准溶液之用量, 毫升;

N_1 ——氢氧化钠标准溶液之当量浓度;

V ——盐酸溶液之用量, 毫升。

(二) 1 N 及 0.1 N 硫酸标准溶液

1. 配制

1 N 硫酸标准溶液: 量取 30 毫升浓硫酸, 缓缓注入 1000 毫升水中, 冷却, 摇匀。

0.1 N 硫酸标准溶液: 量取 3 毫升浓硫酸, 缓缓注入 1000 毫升水中, 冷却, 摇匀。

2. 标定

方法同 1N 及 0.1N 盐酸标准溶液的“标定”。

3. 比较

方法同 1N 及 0.1N 盐酸标准溶液的“比较”。

(三) 0.5N 及 0.1N 氢氧化钠标准溶液

1. 配制

将氢氧化钠配成饱和溶液，注入塑料桶中密闭放置至溶液清亮，使用前以塑料管虹吸上层清液。

0.5N 氢氧化钠标准溶液：量取 26 毫升氢氧化钠饱和溶液，注于 1000 毫升不含二氧化碳的水中，摇匀。

0.1N 氢氧化钠标准溶液：量取 5 毫升氢氧化钠饱和溶液，注于 1000 毫升不含二氧化碳的水中，摇匀。

2. 标定

(1) 测定方法

0.5N 氢氧化钠标准溶液：称取 3 克于 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘至恒重的基准苯二甲酸氢钾，称准至 0.0002 克，溶于 80 毫升不含二氧化碳的水中，加 2 滴 1% 酚酞指示剂，用 0.5N 氢氧化钠溶液滴定至溶液所呈粉红色与标准色相同。在相同条件下作空白试验。

0.1N 氢氧化钠标准溶液：称取 0.6 克于 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘至恒重的基准苯二甲酸氢钾，称准至 0.0002 克。溶于 50 毫升不含二氧化碳的水中，加 2 滴 1% 酚酞指示剂，用 0.1N 氢氧化钠溶液滴定至溶液所呈粉红色与标准色相同。在相同条件下作空白试验。

标准色配制：量取 80 毫升 pH8.5 的缓冲溶液，加 2 滴 1% 酚酞指示剂，摇匀。

(2) 计算

氢氧化钠标准溶液的当量浓度：

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.2042}$$

式中 G ——苯二甲酸氢钾之重量，克；

V_1 ——氢氧化钠溶液之用量，毫升；

V_2 ——空白试验氢氧化钠溶液之用量，毫升；

0.2042——苯二甲酸氢钾之毫克当量，克。

3. 比较

(1) 测定方法

量取 30.00~35.00 毫升盐酸标准溶液 (0.5 N , 0.1 N)，加 50 毫升不含二氧化碳的水及 2 滴 1% 酚酞指示剂，用相应浓度的氢氧化钠溶液滴定，近终点时加热至 80℃ 继续滴定至溶液呈粉红色。

(2) 计算

氢氧化钠标准溶液的当量浓度：

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中 V_1 ——盐酸标准溶液之用量，毫升；

N_1 ——盐酸标准溶液之当量浓度；

V ——氢氧化钠溶液之用量，毫升。

(四) 0.1 N 及 0.01 N 硫代硫酸钠标准溶液

1. 配制

0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液：称取 26 克硫代硫酸钠（或 16 克无水硫代硫酸钠），溶于 1000 毫升水中，缓缓煮沸 10 分钟，冷却，放置两周后过滤备用。

0.01 N 硫代硫酸钠标准溶液：将 0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液用煮沸刚冷却的蒸馏水稀释。

2. 标定

(1) 测定方法

0.1N 硫代硫酸钠标准溶液：称取0.15克于120℃烘至恒重的基准重铬酸钾，称准至0.0002克。置于碘量瓶中，溶于25毫升水，加2克碘化钾及20毫升4N硫酸，摇匀。于暗处放置10分钟。加150毫升水，用0.1N硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时加3毫升0.5%淀粉指示剂，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。在相同的条件下作空白试验。

(2) 计算

硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.04903}$$

式中 G——重铬酸钾之重量，克；

V_1 ——硫代硫酸钠溶液之用量，毫升；

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液之用量，毫升；

0.04903——重铬酸钾之毫克当量，克。

3. 比较

(1) 测定方法

准确量取30.00~35.00毫升0.1N碘标准溶液，置于碘量瓶中，加150毫升水，用0.1N硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时加3毫升0.5%淀粉指示剂，继续滴定至溶液蓝色消失。

同时作水所消耗碘的空白试验，方法如下：取250毫升水，加0.05毫升0.1N碘标准溶液、3毫升0.5%淀粉指示剂，用0.1N硫代硫酸钠滴定至溶液蓝色消失。

(2) 计算

硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度：

$$N = \frac{(V_1 - 0.05) N_1}{V - V_2}$$