

蘇聯化學工業部

Я. В. 薩莫伊洛夫肥料和殺虫殺菌劑科學研究所

硫酸和過磷酸鈣生產的 分析與檢驗方法

〔蘇〕

Б. В. 米哈雷楚克 主編

化學工業出版社

81.721
183

蘇聯化學工業部

Я.В.薩莫伊洛夫肥料和杀虫杀菌剂科学研究所

硫酸和过磷酸鈣生產的 分析与檢驗方法

主 編

[苏] Б.В.米哈雷楚克

編 者

A.Г.阿美林、A.В.巴列耶夫、E.Б.勃魯次庫斯、
Ф.Н.克雷曼、P.Е.奧舍羅維奇、M.Н.斯帖帕
諾夫、M.Л.切彼列韋茨基、M.M.切爾諾芭耶娃

王連清 譯

化學工業出版社

本書闡述了硫酸和过磷酸鈣工厂中的原料、半成品和成品的分析檢驗方法，以及氟硅酸鈉生产車間产品的分析方法。这些方法均已为近几年来工作所試驗和确定。

本書供硫酸和过磷酸鈣工厂的試驗室和車間的操作人員閱讀，对从事硫酸和过磷酸鈣生产方面的工程技術人員及农业化学試驗室的工作人員也頗有裨益，并可供高等及中等化工学校的学生参考之用。

在本書翻譯过程中，蒙馮秉中和吳鶴群两同志协助，特致以謝意。

Под редакцией Б. В. Михальчука
МЕТОДЫ АНАЛИЗА
И КОНТРОЛЯ ПРОИЗВОДСТВА
СЕРНОЙ КИСЛОТЫ
И СУПЕРФОСФАТА
ГОСХИМИЗДАТ(Москва·1955)

硫酸和过磷酸鈣生产的分析与檢驗方法

王連清 譯

化学工业出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市書刊出版业營業許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷

新华書店发行

開本：850×1163·1/32

1959年3月第1版

印張：5 $\frac{2}{32}$

1959年3月第1次印刷

字數：136千字

印數：1—10,000

定價：(10) 0.90元

書号15063·0363

序

本书是生产硫酸和过磷酸钙工厂的化学分析试验室工作者的实用指南。书中详尽地阐述了硫酸和过磷酸钙，以及氟硅酸钠——过磷酸钙工厂生产出的化学毒物——的化学检验方法。

书中所研究的分析方法已在萨莫伊洛夫肥料和杀虫杀菌剂科学研究所(НИУИФ)的试验室里进行过试验。除各标准所推荐的分析方法外，书中还介绍了许多新的迅速而准确的分析方法。

很多作者参加了本书的编写工作，主编为Б.В.米哈雷楚克。第一章由Е.Б.勃鲁次库斯和М.Н.斯帖帕诺夫执笔；第二章由А.В.巴列耶夫、Ф.Н.克雷曼和М.М.切尔诺芭耶娃执笔；第三章由А.Г.阿美林和Ф.Н.克雷曼执笔；第四章和第五章由Е.Б.勃鲁次库斯和М.Л.切彼列韦次基执笔。关于比色分析部分由Р.Е.奥舍罗维奇编写。此外，书中有个别方法是由М.М.文尼克、Д.Я.伊特基娜、Б.В.米哈雷楚克、Е.М.波波娃、Н.И.斯梅斯洛威和Е.В.亚什格介绍的。

作者恳请读者将自己的意见和希望寄至：莫斯科В-134卡卢日斯基公路71号a 肥料和杀虫杀菌剂科学研究所(НИУИФ)。

作者

目 录

序.....	7
第一章 采样的方法	8
采样的意义; 概述	8
硫酸生产中的采样.....	10
入庫原料的采样.....	10
生产过程中的原料、半成品和成品的采样	12
过磷酸鈣生产中的采样.....	15
磷灰石精矿、磷块岩粉和骨粉的采样	15
氟硅酸鈉生产中的采样.....	16
第二章 塔式法硫酸的生产檢驗	17
硫原料的分析.....	17
黄铁矿中含水量的测定	17
黄铁矿、磁黄铁矿和含煤黄铁矿中总含硫量的重量法测定	18
黄铁矿和灰渣中硫化物硫的 УНИХИМ 快速法测定.....	19
黄铁矿和灰渣中硫酸盐硫的测定	23
黄铁矿和电除尘器后的矿尘中的硫的测定	24
含煤黄铁矿和炉料中碳的测定	26
黄铁矿和灰渣中少量銅和鋅的极譜分析法测定	28
黄铁矿和灰渣中銅的重量法测定	29
灰渣的分析.....	31
总含铁量的重鉻酸鉀法测定	31
亚铁和硫化物硫的测定	34
灰渣組成的計算	37
含硒矿泥的分析.....	39
硒的测定	39
硫酸的容量法测定	40
循环含硝硫酸的分析.....	41
比重和温度的測量	41
N_2O_3 的高錳酸鉀滴定法测定.....	41
N_2O_3 的精确的高錳酸鉀滴定法测定.....	42
硫酸的容量法测定	43
原料硫酸中 H_2SO_4 的测定.....	44
含硝硫酸和成品硫酸中硝酸的测定	45
成品硫酸的分析.....	47

00253

H ₂ SO ₄ 的测定	47
N ₂ O ₃ 的高锰酸钾滴定法测定	48
N ₂ O ₃ 的克里斯比色法测定	48
N ₂ O ₃ 的ННУИФ 比色法测定	50
由鼓风机出来的硫酸冷凝液的分析	51
脱硝硫酸中 H ₂ SO ₄ 的测定	51
混酸和硝酸的分析	51
总酸度的测定	51
硫酸的测定	52
N ₂ O ₃ 的高锰酸钾滴定法测定	53
硝酸的测定	54
固态残留物的测定	54
水的测定	54
氨水的分析	54
氨的测定	54
炉气的分析	55
二氧化硫的碘定量法测定	55
二氧化硫利用碘化钾和高锰酸钾的碘定量法测定	58
氧的测定	59
气体中矿尘的测定	61
气道中气体的速度和通过矿尘捕集器圆锥体截面的气体量的计算	63
塔式系统中混合气体的分析	65
二氧化硫和氮氧化物的测定	65
废气的分析	68
NO ₂ 和 NO 的УНХИМ 比色法测定	68
一吨成品硫酸所消耗硝酸量的计算	70
氧化工段的生产检验(将 NH ₃ 氧化成 NO)	70
接触器前氨-空气混合气中氨的测定	71
接触器后气体中一氧化氮的测定	72
第三章 接触法硫酸的生产检验	73
成品硫酸和发烟硫酸的分析	73
硫酸的测定	73
发烟硫酸中游离三氧化硫的测定	73
灼烧残留物的测定	74
砷的比色法测定	75
颜色的测定	77
铁的比色法测定	77

蓄電池用硫酸的分析	79
N_2O_3 的比色法測定	79
錳的比色法測定	80
氯的測定	81
被硫化氫或硫化銨沉淀的金屬的測定	82
鐵的比色法測定	82
還原高錳酸鉀的物質的測定	84
顏色的測定	84
試劑用硫酸的分析	84
外觀的測定	84
氯的測定	84
硝酸的測定	85
鉛的測定	85
鉍鹽的測定	86
還原高錳酸鉀的物質的測定	87
吸收器出來的發煙硫酸和一水化物濃度的相互滴定法測定	87
冷凝液和酸中鹼的測定	89
精制工段酸的分析	90
H_2SO_4 的測定	90
氣體的分析	91
含水量的測定	91
砷的比色法測定	93
硫酸酸沫和霧的測定	93
硫酸霧中 H_2SO_4 濃度的測定	95
廢氣中三氧化硫和硫酸霧的測定	96
廢氣中硫酸總量的測定	99
吸收率的計算	99
爐氣中三氧化硫和二氧化硫的測定	100
發煙硫酸吸收器後三氧化硫的測定和吸收率的計算	101
接觸器前硫酸霧的測定	101
接觸器後二氧化硫的測定	102
轉化率的計算	103
第四章 過磷酸鈣的生產檢驗	103
磷灰石精礦和磷塊岩粉的分析	103
含水量的測定	103
磷的測定	104
氟的測定	106

倍半氧化物总含量的测定	108
三氧化二铁的光电比色法测定	110
二氧化碳的测定	111
磨细度的测定	113
过磷酸钙的分析	114
含水量的测定	114
总 P_2O_5 的测定	114
有效 P_2O_5 的测定	119
游离磷酸的测定	126
水溶性 P_2O_5 的测定	127
硫酸盐硫的测定	130
氟的测定	130
粒状过磷酸钙的分析	131
总 P_2O_5 的测定	131
有效 P_2O_5 的测定	131
水溶性 P_2O_5 的测定	131
颗粒强度的测定	131
粒度组成的测定	132
第五章 氟硅酸钠的生产检验	133
氟硅酸钠的分析	133
含水量的测定	133
Na_2SiF_6 的测定	133
游离酸的测定	134
磨细度的测定	134
氯化钠的分析	135
含水量的测定	135
氯化钠的测定	135
送去沉淀氟硅酸钠的氟硅酸的分析	136
H_2SiF_6 的测定	136
氟硅酸钠沉淀后所得滤液的分析	137
氟硅酸钠的测定	137
盐酸和氯化钠的测定	138
气体的分析	139
气体中氟的测定	139
附录	
I. 光电比色分析	141
II. 参考表	145

81.721
183

蘇聯化學工業部

Я.В.薩莫伊洛夫肥料和杀虫杀菌剂科学研究所

硫酸和过磷酸鈣生產的 分析与檢驗方法

主 編

[苏] Б.В.米哈雷楚克

編 者

A.Г.阿美林、A.В.巴列耶夫、E.Б.勃魯次庫斯、
Ф.Н.克雷曼、P.Е.奧舍羅維奇、M.Н.斯帖帕
諾夫、M.Л.切彼列韋茨基、M.M.切爾諾芭耶娃

王連清 譯

化學工業出版社

本書闡述了硫酸和过磷酸鈣工厂中的原料、半成品和成品的分析檢驗方法，以及氟硅酸鈉生产車間产品的分析方法。这些方法均已为近几年来工作所試驗和确定。

本書供硫酸和过磷酸鈣工厂的試驗室和車間的操作人員閱讀，对从事硫酸和过磷酸鈣生产方面的工程技術人員及农业化学試驗室的工作人員也頗有裨益，并可供高等及中等化工学校的学生参考之用。

在本書翻譯过程中，蒙馮秉中和吳鶴群两同志协助，特致以謝意。

Под редакцией Б. В. Михальчука
МЕТОДЫ АНАЛИЗА
И КОНТРОЛЯ ПРОИЗВОДСТВА
СЕРНОЙ КИСЛОТЫ
И СУПЕРФОСФАТА
ГОСХИМИЗДАТ(Москва·1955)

硫酸和过磷酸鈣生产的分析与檢驗方法

王連清 譯

化学工业出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市書刊出版业營業許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷

新华書店发行

開本：850×1163·1/32

1959年3月第1版

印張：5 $\frac{2}{32}$

1959年3月第1次印刷

字數：136千字

印數：1—10,000

定價：(10) 0.90元

書号15063·0363

目 录

序.....	7
第一章 采样的方法	8
采样的意义; 概述	8
硫酸生产中的采样.....	10
入庫原料的采样.....	10
生产过程中的原料、半成品和成品的采样	12
过磷酸鈣生产中的采样.....	15
磷灰石精矿、磷块岩粉和骨粉的采样	15
氟硅酸鈉生产中的采样.....	16
第二章 塔式法硫酸的生产檢驗	17
硫原料的分析.....	17
黄铁矿中含水量的测定	17
黄铁矿、磁黄铁矿和含煤黄铁矿中总含硫量的重量法测定	18
黄铁矿和灰渣中硫化物硫的 УНИХИМ 快速法测定.....	19
黄铁矿和灰渣中硫酸盐硫的测定	23
黄铁矿和电除尘器后的矿尘中的硫的测定	24
含煤黄铁矿和炉料中碳的测定	26
黄铁矿和灰渣中少量銅和鋅的极譜分析法测定	28
黄铁矿和灰渣中銅的重量法测定	29
灰渣的分析.....	31
总含铁量的重鉻酸鉀法测定	31
亚铁和硫化物硫的测定	34
灰渣組成的計算	37
含硒矿泥的分析.....	39
硒的测定	39
硫酸的容量法测定	40
循环含硝硫酸的分析.....	41
比重和温度的測量	41
N_2O_3 的高錳酸鉀滴定法测定.....	41
N_2O_3 的精确的高錳酸鉀滴定法测定.....	42
硫酸的容量法测定	43
原料硫酸中 H_2SO_4 的测定.....	44
含硝硫酸和成品硫酸中硝酸的测定	45
成品硫酸的分析.....	47

00253

H ₂ SO ₄ 的测定	47
N ₂ O ₃ 的高锰酸钾滴定法测定	48
N ₂ O ₃ 的克里斯比色法测定	48
N ₂ O ₃ 的ННУИФ 比色法测定	50
由鼓风机出来的硫酸冷凝液的分析	51
脱硝硫酸中 H ₂ SO ₄ 的测定	51
混酸和硝酸的分析	51
总酸度的测定	51
硫酸的测定	52
N ₂ O ₃ 的高锰酸钾滴定法测定	53
硝酸的测定	54
固态残留物的测定	54
水的测定	54
氨水的分析	54
氨的测定	54
炉气的分析	55
二氧化硫的碘定量法测定	55
二氧化硫利用碘化钾和高锰酸钾的碘定量法测定	58
氧的测定	59
气体中矿尘的测定	61
气道中气体的速度和通过矿尘捕集器圆锥体截面的气体量的计算	63
塔式系统中混合气体的分析	65
二氧化硫和氮氧化物的测定	65
废气的分析	68
NO ₂ 和 NO 的УНХИМ 比色法测定	68
一吨成品硫酸所消耗硝酸量的计算	70
氧化工段的生产检验(将 NH ₃ 氧化成 NO)	70
接触器前氨-空气混合气中氨的测定	71
接触器后气体中一氧化氮的测定	72
第三章 接触法硫酸的生产检验	73
成品硫酸和发烟硫酸的分析	73
硫酸的测定	73
发烟硫酸中游离三氧化硫的测定	73
灼烧残留物的测定	74
砷的比色法测定	75
颜色的测定	77
铁的比色法测定	77

蓄電池用硫酸的分析	79
N_2O_3 的比色法測定	79
錳的比色法測定	80
氯的測定	81
被硫化氫或硫化銨沉淀的金屬的測定	82
鐵的比色法測定	82
還原高錳酸鉀的物質的測定	84
顏色的測定	84
試劑用硫酸的分析	84
外觀的測定	84
氯的測定	84
硝酸的測定	85
鉛的測定	85
銻鹽的測定	86
還原高錳酸鉀的物質的測定	87
吸收器出來的發煙硫酸和一水化物濃度的相互滴定法測定	87
冷凝液和酸中鹼的測定	89
精制工段酸的分析	90
H_2SO_4 的測定	90
氣體的分析	91
含水量的測定	91
砷的比色法測定	93
硫酸酸沫和霧的測定	93
硫酸霧中 H_2SO_4 濃度的測定	95
廢氣中三氧化硫和硫酸霧的測定	96
廢氣中硫酸總量的測定	99
吸收率的計算	99
爐氣中三氧化硫和二氧化硫的測定	100
發煙硫酸吸收器後三氧化硫的測定和吸收率的計算	101
接觸器前硫酸霧的測定	101
接觸器後二氧化硫的測定	102
轉化率的計算	103
第四章 過磷酸鈣的生產檢驗	103
磷灰石精礦和磷塊岩粉的分析	103
含水量的測定	103
磷的測定	104
氟的測定	106

倍半氧化物总含量的测定	108
三氧化二铁的光电比色法测定	110
二氧化碳的测定	111
磨细度的测定	113
过磷酸钙的分析	114
含水量的测定	114
总 P_2O_5 的测定	114
有效 P_2O_5 的测定	119
游离磷酸的测定	126
水溶性 P_2O_5 的测定	127
硫酸盐硫的测定	130
氟的测定	130
粒状过磷酸钙的分析	131
总 P_2O_5 的测定	131
有效 P_2O_5 的测定	131
水溶性 P_2O_5 的测定	131
颗粒强度的测定	131
粒度组成的测定	132
第五章 氟硅酸钠的生产检验	133
氟硅酸钠的分析	133
含水量的测定	133
Na_2SiF_6 的测定	133
游离酸的测定	134
磨细度的测定	134
氯化钠的分析	135
含水量的测定	135
氯化钠的测定	135
送去沉淀氟硅酸钠的氟硅酸的测定	136
H_2SiF_6 的测定	136
氟硅酸钠沉淀后所得滤液的分析	137
氟硅酸钠的测定	137
盐酸和氯化钠的测定	138
气体的分析	139
气体中氟的测定	139
附录	
I. 光电比色分析	141
II. 参考表	145

序

本书是生产硫酸和过磷酸钙工厂的化学分析试验室工作者的实用指南。书中详尽地阐述了硫酸和过磷酸钙，以及氟硅酸钠——过磷酸钙工厂生产出的化学毒物——的化学检验方法。

书中所研究的分析方法已在萨莫伊洛夫肥料和杀虫杀菌剂科学研究所(НИУИФ)的试验室里进行过试验。除各标准所推荐的分析方法外，书中还介绍了许多新的迅速而准确的分析方法。

很多作者参加了本书的编写工作，主编为Б.В.米哈雷楚克。第一章由Е.Б.勃鲁次库斯和М.Н.斯帖帕诺夫执笔；第二章由А.В.巴列耶夫、Ф.Н.克雷曼和М.М.切尔诺芭耶娃执笔；第三章由А.Г.阿美林和Ф.Н.克雷曼执笔；第四章和第五章由Е.Б.勃鲁次库斯和М.Л.切彼列韦次基执笔。关于比色分析部分由Р.Е.奥舍罗维奇编写。此外，书中有个别方法是由М.М.文尼克、Д.Я.伊特基娜、Б.В.米哈雷楚克、Е.М.波波娃、Н.И.斯梅斯洛威和Е.В.亚什格介绍的。

作者恳请读者将自己的意见和希望寄至：莫斯科В-134卡卢日斯基公路71号a肥料和杀虫杀菌剂科学研究所(НИУИФ)。

作者

第一章 採样的方法

採样的意义；概述

采取分析用的原料和产品的試样，是生产檢驗最重要的作业之一。

分析不遵守規則所采取的試样，結果一定不能正确得出被測定組分在从中采取試样的全部产品中的含量。在各工厂中，制定有詳細的采样規程。禁止任何违反規程的現象。采样規程应符合現行國定全苏标准(ГОСТ)或技术条件。

采取粉碎而均匀的原料試样时，通常不会遇到困难。但如果物料不均匀，并且在整批物料中含有大小不一的块粒，那么在这种情况下采样是有困难的。

液体的采样頗为簡單。但有时即使在这种情况下，为了避免錯誤，也必須遵守一定的条件。例如，由未密封的儲器或儲槽中采取浓硫酸試样时，上层酸由于受大气中水分的稀釋而浓度降低。此外，在大多数情况下，液体(如 H_2SO_4 、 H_3PO_4)中含有盐类杂质，此类杂质沉积于儲器或儲槽的底部。因此，为了得到正确的分析結果，采样时必須將液体充分地加以搅拌。

采取被有机物质所污染的废酸試样时，应特別仔細。有机物质在酸中，既可能呈溶解状态存在，也可能呈悬浮微粒状态存在，后者沉积于底部或浮于表面。

粉碎的矿石(浮选黄鉄矿和磷灰石)試样用采样器(图 1)从車廂中采取。采样器为一金属导槽；槽的一端是尖的，另一端則装有手柄。采样时，將采样器沿物料整个深度插入。这时，物料即装满于导槽的切口內。然后，抽出采样器，并将器內物倒入箱內或其他容器中。

把从各个車廂采来的試样合并成总試样，总試样可用下述方法之一很容易地加以縮分。



图 1 采样器

从未粉碎矿石中所取得的試样，需要进一步地予以加工。

粗碎 可用手敲錘子或在顎式破碎机中进行粗碎（块度为50毫米左右）。

細碎 粗碎后，将矿石試样置于球磨机*中加以細碎（粒度为0.3~0.7毫米）。

混合 粉碎后，將試样充分混合。最普通的混合方法是将物料堆成“圓錐体”。將物料置于水泥地板或鉄板上，然后采样工沿其四周走动，用鏟子將物料抛于中心，形成“圓錐体”。当全部物料堆成“圓錐体”时，再用鏟子把“圓錐体”尖端的矿石移至周边，使物料形成圓盘形（更确切地说，使之形成截头圓錐体）。

也可以用木板使圓錐体形成圓盘，將木板側放于圓錐体的尖端，左右轉动，使物料倒集在周边。

試样的縮分 將混合后所形成的圓盘分成四等分，其中两分（对位的）弃去，其余两分再用同样的方法重新堆成新的“圓錐体”。重复构成如上所述的圓盘，圓盘再分成四等分，其中两分（对位的）又弃去。

这种称为四分法的縮分一直进行到获得重量为2~3千克的平均試样时为止。

此外，試样可用舀取法或縮分器縮分。

所謂舀取法，就是将試样放在水泥台或鉄板上，摊成均匀的一层，用小鏟分成16~20个正方形，再用小鏟从每一个正方形中沿試样层整个厚度采取矿石，采取的数量以能使总試样的重量达2千克左右为度。

縮分器或称分样器（图2），它是一只箱子，箱的底部有一排平行的、相互隔开的、宽30毫米的縫。物料撒入縫內，再沿斜槽导入受器。物料由斜槽总数的一半进入一个受器內，而由其余半数进入另一受器內。弃去一个受器內的物料，而另一受器內的物料再使之第二次、第三次……通过縮分器，直至得到所需重量的試样时

* 試样的粗碎与細碎設備在化学科技書籍出版社1948年出版的A. B. 維諾格拉道夫著“化工厂試驗室的組織”和1953年出版的Г. А. 哈恩和E. A. 安非莫娃著“工业原料与产品的取样”两書中有所叙述（此二書的中譯本均已出版——譯者）。