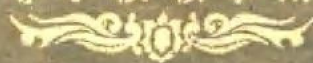


高等学校教学用书



无机物工学实验指南

[蘇] M. E. 波 任 B. A. 科背列夫 合著
E. C. 杜瑪爾金娜 Г. B. 別里琴科

化学工业出版社

高等学校教学用书

无机物工学实验指南

(苏) M. E. 波 任 B. A. 科背列夫 合著
E. C. 杜瑪尔金娜 T. B. 別里琴科

成都工学院化工系无机物工学教研组 译

化学工业出版社

本书經苏联高等教育部批准为高等工业学校教学参考书，适用于化工学院，也可供化学工业中的技术人員和实验室工作人員参考之用。

本书共分两篇：第一篇包括27个实验，介绍酸、碱、盐及肥料等工业生产的分析理论和检验方法。第二篇包括26个无机化学工业工艺性的实验。

参加本书翻译工作的有成都工学院化工系无机物工学教研组王建华、江札科、周敦倫、刘中正、罗澄源、苏裕光等同志。全书經刘中正、苏裕光等同志校訂。

М. Е. Позин · В. А. Копылов
Е. С. Тумаркина · Г. В. Бельченко

РУКОВОДСТВО
К ПРАКТИЧЕСКИМ
ЗАНЯТИЯМ
ПО ТЕХНОЛОГИИ
НЕОРГАНИЧЕСКИХ
ВЕЩЕСТВ

ГОСХИМИЗДАТ(ЛЕНИНГРАД · 1957)

高等学校教学用书

无机物工学实验指南

成都工学院化工系无机物工学教研组 譯

化学工业出版社出版 北京安定門外和平北路

北京市书刊出版业营业許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 新华书店发行

开本：850 × 1168毫米 $1/32$ 1959年10月第1版

印张：9 $\frac{4}{32}$ 1959年10月第1版第1次印刷

字数：236千字 印数：1—7000

定价：(10)1.25元 书号：15063·0524

序 言

本书作者是根据高等化工学校学生在进行无机物工学专业实验时必须具备参考书这一原则出发来编写这个指南的。这本参考书的出现，也应该大大地减轻教师的工作。

无机物工学专业实验的目的，是培养学生对无机工艺各典型过程进行实验性的研究和掌握生产检验的方法。培养学生实验室的技能，也是很重要的任务，而实验室的实验是发展新的和改进旧的化学工艺方法的第一个步骤。

书中所叙述的实验条件尽可能地接近生产上的条件。

作者广泛地采用了B.И.阿特罗申科、Г.К.波列斯科夫、С.И.沃里弗科維契、И.Н.庫茲明內赫、И.С.里列耶夫、К.М.馬林及其他在实验室中对无机物工艺过程进行研究而且探讨出一系列独特方法的学者们的数据。

根据无机物工学专业教学计划分配给专业实验的时间来看，学生可以做完10~15个实验。做工艺性实验时，要同时进行分析检验。

本书包括数十个实验，以便将若干实验题目同时分配给各组学生时有大力进行选择的可能。作者在选择给学生介绍的实验题目时，不得不考虑到在教学实验室的条件下，组合实验所需装置的可能性。

本书第一篇的内容是生产分析检验的某些重点实验（其中不包括学生在分析化学实验中详细研究的分析）。根据实验设备的条件，可以独立地来进行这些实验，或与本指南第二篇中的工艺性实验结合进行（从教学法的观点着眼，作者认为后者更为合理）。

每个实验都介绍了实验目的、简短的理论概念及实验手续三部分。在实验的介绍中，尚有供教师参考的教学法指示。在很多情况下，教学法指示都在最后单独列成一节。最后，在每个实验之后，还列出了参考文献。

非常重要的是，不应使学生利用实验说明机械地完成标准实验，

而应使学生获得创造性地进行科学研究的技能。如果教师在已有經驗的基础上利用本书中的实验說明来組織同学独立地完成各种实验項目，只是将本书中叙述的实验作为参考的基础时，那么上面的要求就有可能实现。

作者認為必須利用一切可能性来培养学生独立工作的能力，所以在本书中有意識地未列出图表和手册中的数据(只有少数例外)，而这些数据在实验过程中或在处理实验結果时都是需要的。学生应从手册中查出这些操作数据并学会工程师所必需的利用这些数据的技能。

实验13~16、44、49~53是M.E.波任写的；实验4~6、12、22、23、32、35、40~43、45~48是B.A.科背列夫写的；实验1、7、11、17~21、24~27、34、37~39是E.C.杜瑪尔金娜写的；实验2~3、8~10、28~31、33和36是Г.В.別里琴科写的。全书由M.E.波任根据教学法指示加以編排。

作者謹向以下各位同志致以謝意：使我們有可能获得一系列生产檢驗資料的K.K.金尔司捷得和C.H.拉斯托尔古耶夫；参加修改几个实验教学法工作的列宁格勒林少維特工学院无机物工学教研組的И.А.卡尔达辛斯卡婭及其他成員；对初稿提出宝贵意見的B.И.阿特罗申柯、Л.В.弗拉基米洛夫、С.И.沃里弗科維契、А.П.扎碩林、B.И.康維薩尔、Н.Я.索洛莫諾娃、Р.М.費多洛維奇和А.Н.謝特林等。

本书是根据列宁格勒林少維特工学院无机物工学教研組几十年来領導学生实验的經驗并吸收其他学院(莫斯科門捷列夫化工学院、哈尔科夫列宁工学院等)的經驗編写的。

作者并不認為本书的編写工作已达到完滿的地步，我們热誠地希望各高等学校的教师們給以批評，并准备根据批評意見对本书作进一步的改进。

目 录

序言	6
----------	---

第 一 篇

生产的分析檢驗

第一章 硫酸生产的檢驗

实验 1. 硫铁矿和矿渣中硫含量的测定	8
实验 2. 用吸收法测定硫酸生产的气体中 SO_2 的含量	13
实验 3. 硫酸生产的气体中 SO_2 和 SO_3 的测定	21
实验 4. 含硝硫酸中氮氧化物含量的测定	28
实验 5. 工业硫酸的分析	40
实验 6. 发烟硫酸的分析	44

第二章 硝酸生产的檢驗

实验 7. 空气-氨混合气的分析	49
实验 8. 含氮氧化物的气体的分析	51
实验 9. 按苏尔兹法分别测定含硝气体中的 NO 与 NO_2	54
实验 10. 比色法测定气体中氮氧化物的浓度	61

第三章 純鹼及氧化鋁生产的檢驗

实验 11. 純碱生产中的氨盐溶液、碳酸化塔液、滤液及蒸馏液的分析	68
实验 12. 鋁土矿的分析	73

第四章 无机肥料、盐和磷酸生产的檢驗

实验 13. 无机肥料的吸湿性的测定	82
实验 14. 盐类湿度的测定	86
实验 15. 肥料及盐类的粘結性的测定	87
实验 16. 粒状物料靜止角的测定	93
实验 17. 鉀石盐、光鹵石以及工业用氯化鉀中氯化鉀含量的测定	95
实验 18. 紆核磷灰石粉和磷灰石精矿的分析	100
实验 19. 过磷酸鈣的分析	102
实验 20. 阳离子交换法分析磷酸盐肥料	105
实验 21. 用光电比色法测定磷	109
实验 22. 磷酸和硫酸混合物的分析	115

实验23.	氮肥中氮含量的测定	118
实验24.	铬酸钠同重铬酸钠共存时的电位测定	124
实验25.	硫化物、亚硫酸盐和硫代硫酸盐共存时的电位测定	128
实验26.	多硫化钠、亚硫酸钠和硫代硫酸钠溶液的分析	132
实验27.	硫化钡熔融物的分析	137

第 二 篇

生 产 过 程

第五章 硫 酸 工 学

实验28.	硫铁矿的焙烧	140
实验29.	二氧化硫气的接触氧化	144
实验30.	用含硝硫酸氧化二氧化硫气	153
实验31.	硫酸对氮氧化物的吸收	158

第六章 合成氨及硝酸工学

实验32.	一氧化碳的转化	163
实验33.	氨的合成	171
实验34.	氨的氧化	181
实验35.	由氮氧化物制造硝酸	187
实验36.	在泡沫设备中用纯碱溶液吸收氮氧化物	195

第七章 纯碱、烧碱及氧化铝工学

实验37.	氨盐溶液的碳酸化	204
实验38.	从滤液中回收氨	210
实验39.	苛化纯碱溶液制烧碱	216
实验40.	铝土矿的脱出性	219
实验41.	霞石配料的烧结	227
实验42.	用碳酸化法分解铝酸钠溶液	234

第八章 无机肥料及无机盐工学

实验43.	从钾石盐提取氯化钾	242
实验44.	从氯化钾和硝酸钠制取硝酸钾	247
实验45.	过磷酸钙的制造	253
实验46.	萃取磷酸的制造	258
实验47.	重过磷酸钙的制造	264
实验48.	沉淀磷酸钙的制造	268
实验49.	硫酸盐的还原	272

实验50.	硫代硫酸钠(次硫酸盐)的制造	274
实验51.	从氧化铜和二氧化硫制取硫酸铜	277
实验52.	由铬酸钠制取重铬酸钠	280
实验53.	氯化氢的吸收	282

高等学校教学用书

无机物工学实验指南

(苏) M. E. 波 任 B. A. 科背列夫 合著
E. C. 杜瑪尔金娜 T. B. 別里琴科

成都工学院化工系无机物工学教研组 译

化学工业出版社

本书經苏联高等教育部批准为高等工业学校教学参考书，适用于化工学院，也可供化学工业中的技术人員和实验室工作人員参考之用。

本书共分两篇：第一篇包括27个实验，介绍酸、碱、盐及肥料等工业生产的分析理论和检验方法。第二篇包括26个无机化学工业工艺性的实验。

参加本书翻译工作的有成都工学院化工系无机物工学教研组王建华、江札科、周敦倫、刘中正、罗澄源、苏裕光等同志。全书經刘中正、苏裕光等同志校訂。

М. Е. Позин · В. А. Копылов
Е. С. Тумаркина · Г. В. Бельченко

РУКОВОДСТВО
К ПРАКТИЧЕСКИМ
ЗАНЯТИЯМ
ПО ТЕХНОЛОГИИ
НЕОРГАНИЧЕСКИХ
ВЕЩЕСТВ

ГОСХИМИЗДАТ(ЛЕНИНГРАД · 1957)

高等学校教学用书

无机物工学实验指南

成都工学院化工系无机物工学教研组 譯

化学工业出版社出版 北京安定門外和平北路

北京市书刊出版业营业許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 新华书店发行

开本：850 × 1168毫米^{1/32} 1959年10月第1版

印张：9^{4/32} 1959年10月第1版第1次印刷

字数：236千字 印数：1—7000

定价：(10)1.25元 书号：15063·0524

目 录

序言	6
----------	---

第 一 篇

生产的分析檢驗

第一章 硫酸生产的檢驗

实验 1. 硫铁矿和矿渣中硫含量的测定	8
实验 2. 用吸收法测定硫酸生产的气体中 SO_2 的含量	13
实验 3. 硫酸生产的气体中 SO_2 和 SO_3 的测定	21
实验 4. 含硝硫酸中氮氧化物含量的测定	28
实验 5. 工业硫酸的分析	40
实验 6. 发烟硫酸的分析	44

第二章 硝酸生产的檢驗

实验 7. 空气-氨混合气的分析	49
实验 8. 含氮氧化物的气体的分析	51
实验 9. 按苏尔兹法分别测定含硝气体中的 NO 与 NO_2	54
实验10. 比色法测定气体中氮氧化物的浓度	61

第三章 純鹼及氧化鋁生产的檢驗

实验11. 純碱生产中的氨盐溶液、碳酸化塔液、滤液及蒸馏液的分析	68
实验12. 鋁土矿的分析	73

第四章 无机肥料、盐和磷酸生产的檢驗

实验13. 无机肥料的吸湿性的测定	82
实验14. 盐类湿度的测定	86
实验15. 肥料及盐类的粘結性的测定	87
实验16. 粒状物料靜止角的测定	93
实验17. 鉀石盐、光鹵石以及工业用氯化鉀中氯化鉀含量的测定	95
实验18. 紆核磷灰石粉和磷灰石精矿的分析	100
实验19. 过磷酸鈣的分析	102
实验20. 阳离子交换法分析磷酸盐肥料	105
实验21. 用光电比色法测定磷	109
实验22. 磷酸和硫酸混合物的分析	115

01628

实验23.	氮肥中氮含量的测定	118
实验24.	铬酸钠同重铬酸钠共存时的电位测定	124
实验25.	硫化物、亚硫酸盐和硫代硫酸盐共存时的电位测定	128
实验26.	多硫化钠、亚硫酸钠和硫代硫酸钠溶液的分析	132
实验27.	硫化钡熔融物的分析	137

第 二 篇

生 产 过 程

第五章 硫 酸 工 学

实验28.	硫铁矿的焙烧	140
实验29.	二氧化硫气的接触氧化	144
实验30.	用含硝硫酸氧化二氧化硫气	153
实验31.	硫酸对氮氧化物的吸收	158

第六章 合成氨及硝酸工学

实验32.	一氧化碳的转化	163
实验33.	氨的合成	171
实验34.	氨的氧化	181
实验35.	由氮氧化物制造硝酸	187
实验36.	在泡沫设备中用纯碱溶液吸收氮氧化物	195

第七章 纯碱、烧碱及氧化铝工学

实验37.	氨盐溶液的碳酸化	204
实验38.	从滤液中回收氨	210
实验39.	苛化纯碱溶液制烧碱	216
实验40.	铝土矿的脱出性	219
实验41.	霞石配料的烧结	227
实验42.	用碳酸化法分解铝酸钠溶液	234

第八章 无机肥料及无机盐工学

实验43.	从钾石盐提取氯化钾	242
实验44.	从氯化钾和硝酸钠制取硝酸钾	247
实验45.	过磷酸钙的制造	253
实验46.	萃取磷酸的制造	258
实验47.	重过磷酸钙的制造	264
实验48.	沉淀磷酸钙的制造	268
实验49.	硫酸盐的还原	272

实验50.	硫代硫酸钠(次硫酸盐)的制造	274
实验51.	从氧化铜和二氧化硫制取硫酸铜	277
实验52.	由铬酸钠制取重铬酸钠	280
实验53.	氯化氢的吸收	282

序 言

本书作者是根据高等化工学校学生在进行无机物工学专业实验时必须具备参考书这一原则出发来编写这个指南的。这本参考书的出现，也应该大大地减轻教师的工作。

无机物工学专业实验的目的，是培养学生对无机工艺各典型过程进行实验性的研究和掌握生产检验的方法。培养学生实验室的技能，也是很重要的任务，而实验室的实验是发展新的和改进旧的化学工艺方法的第一个步骤。

书中所叙述的实验条件尽可能地接近生产上的条件。

作者广泛地采用了B.И.阿特罗申科、Г.К.波列斯科夫、С.И.沃里弗科維契、И.Н.庫茲明內赫、И.С.里列耶夫、К.М.馬林及其他在实验室中对无机物工艺过程进行研究而且探讨出一系列独特方法的学者们的数据。

根据无机物工学专业教学计划分配给专业实验的时间来看，学生可以做完10~15个实验。做工艺性实验时，要同时进行分析检验。

本书包括数十个实验，以便将若干实验题目同时分配给各组学生时有大力进行选择的可能。作者在选择给学生介绍的实验题目时，不得不考虑到在教学实验室的条件下，组合实验所需装置的可能性。

本书第一篇的内容是生产分析检验的某些重点实验（其中不包括学生在分析化学实验中详细研究的分析）。根据实验设备的条件，可以独立地来进行这些实验，或与本指南第二篇中的工艺性实验结合进行（从教学法的观点着眼，作者认为后者更为合理）。

每个实验都介绍了实验目的、简短的理论概念及实验手续三部分。在实验的介绍中，尚有供教师参考的教学法指示。在很多情况下，教学法指示都在最后单独列成一节。最后，在每个实验之后，还列出了参考文献。

非常重要的是，不应使学生利用实验说明机械地完成标准实验，

而应使学生获得创造性地进行科学研究和技能。如果教师在已有經驗的基础上利用本书中的实验說明来組織同学独立地完成各种实验項目，只是将本书中叙述的实验作为参考的基础时，那么上面的要求就有可能实现。

作者認為必須利用一切可能性来培养学生独立工作的能力，所以在本书中有意識地未列出图表和手册中的数据(只有少数例外)，而这些数据在实验过程中或在处理实验結果时都是需要的。学生应从手册中查出这些操作数据并学会工程师所必需的利用这些数据的技能。

实验13~16、44、49~53是M.E.波任写的；实验4~6、12、22、23、32、35、40~43、45~48是B.A.科背列夫写的；实验1、7、11、17~21、24~27、34、37~39是E.C.杜瑪尔金娜写的；实验2~3、8~10、28~31、33和36是Г.В.別里琴科写的。全书由M.E.波任根据教学法指示加以編排。

作者謹向以下各位同志致以謝意：使我們有可能获得一系列生产檢驗資料的K.K.金尔司捷得和C.H.拉斯托尔古耶夫；参加修改几个实验教学法工作的列宁格勒林少維特工学院无机物工学教研組的И.А.卡尔达辛斯卡婭及其他成員；对初稿提出宝贵意見的B.И.阿特罗申柯、Л.В.弗拉基米洛夫、С.И.沃里弗科維契、А.П.扎碩林、B.И.康維薩尔、Н.Я.索洛莫諾娃、Р.М.費多洛維奇和А.Н.謝特林等。

本书是根据列宁格勒林少維特工学院无机物工学教研組几十年来領導学生实验的經驗并吸收其他学院(莫斯科門捷列夫化工学院、哈尔科夫列宁工学院等)的經驗編写的。

作者并不認為本书的編写工作已达到完滿的地步，我們热誠地希望各高等学校的教师們給以批評，并准备根据批評意見对本书作进一步的改进。

第一篇 生产的分析检验

第一章 硫酸生产的检验

实验 1 硫铁矿和矿渣中硫含量的测定

实验目的——实际上掌握硫酸工厂所采用的分析硫铁矿和矿渣的方法。

硫铁矿和矿渣的各种分析方法

对硫酸生产的基本原料硫铁矿，主要是测定其中的水分和硫的含量。对硫铁矿燃烧所得的矿渣，则分析其中未烧完的硫含量。

硫铁矿中硫含量的测定方法有几种。硫铁矿中硫的总含量用重量分析法测定，此时，以酸分解硫铁矿或使之与纯碱一同熔融。用酸分解时，系以盐酸和硝酸的混合物来处理硫铁矿，用氨来使铁呈氢氧化铁的形态分出，并用氯化钡使硫酸根沉淀析出。另一种方法，是在有氧化剂（一般为 KClO_3 ）存在下，用纯碱熔融硫铁矿，使其中的硫转变为硫酸盐，然后浸取此熔融物并使硫酸根呈 BaSO_4 沉淀。

用重量法测定硫所需要的时间很长，因此目前在硫酸生产的检验中，很少采用此法。

烏拉尔化学科学研究所（УНИХИМ）快速分析方法，是最快而又相当准确的方法。这个测定硫化物中硫的方法，是在空气流中燃烧硫铁矿称样，用过氧化氢溶液吸收所发生的二氧化硫，再用碱液滴定所生成的硫酸。这种方法的方案之一，已被采用作为标准方法（ГОСТ 444—51），该方案的特点是有有一个特殊结构的燃烧炉和一个捕集二氧化硫气体的吸收器。

这个方法之所以最快，是因为吸收器中溶液的滴定，是在硫铁矿称样的燃烧过程中连续进行的，并且滴定进行至不再发生燃烧产

物时为止。

如果没有测定硫铁矿和矿渣中硫的特殊燃烧炉，则燃烧过程可以在普通的管式炉中进行，而吸收器中溶液的滴定则在燃烧结束时进行。这时的分析结果仍相当准确。

矿渣中硫的测定，或用上述在空气流中燃烧的方法，或用纯碱将矿渣熔融后浸取其熔融物，再用容量法测定滤液中的硫含量的方法。用 BaCrO_4 悬浮液中的铬酸根来置换硫酸根；滤除过量的 BaCrO_4 悬浮液以后，用碘量法测定铬酸根离子。用熔融法分析矿渣，是比较繁复的一种方法，因此一般只在验证硫燃烧是否完全时才采用此法，而一般分析则采用燃烧法。

烏拉爾化學科學研究所快速法測定 硫鐵礦中硫的含量

这种测定硫铁矿中硫含量的方法，是在管式炉里的空气流中燃烧硫铁矿，所放出的二氧化硫气体用过氧化氢溶液来吸收和氧化，然后用碱液滴定所生成的硫酸（用酚红作指示剂）。滴定同燃烧和燃烧产物的吸收同时进行，直到 SO_2 不再发生为止。当吸收溶液的红色不变时，就表示 SO_2 的发生已经停止。

裝置流程和實驗手續

图 1 所示为分析装置。此装置系由管式电热炉 1、吸收瓶 2（瓶内装有供精制和干燥空气用的苛性钠和碱石灰）、捕集和氧化燃烧产物的吸收器 3、連續滴定装置（滴定管 5 和內装标准苛性钠溶液的儲瓶 4），以及儲存新鮮的和废的吸收剂的瓶 6 和 7 等所組成。用真空泵 8 抽吸空气，使其通过装置；根据流速計 9 来确定和調节空气的流速。

图 2 所示为硫铁矿的燃烧炉。燃烧过程是在磁管 1 中进行的。管之一端用橡皮塞 2 塞住，塞上有一安放热电偶的套管 5。装硫铁矿称样的舟皿 3 由此端送入管内。磁管的另一端用水玻璃浸漬过的石棉塞 4 封閉。在塞 4 中安有一磁管 6，空气由此进入炉中。用橡皮套管 7 将管 6 与玻璃三通管 8 相联，精制的空气由此三通管 8 进入系統。在三通管 8 的粗管内安設一导出燃烧产物的管 9。升华的