

# 氯气全分析的方法探讨

段宝松 陈忠宇 宋立文 邱雪松

黑龙江齐化化工有限责任公司 (齐齐哈尔 161033)

**摘要** 介绍了离子膜烧碱法生产氯气纯度的分析,并对氯气中含有的少量氢、氧、氮和微量二氧化碳及干氯气中微量水等的分析方法进行探讨。

**关键词** 气相色谱法 分子筛 氢含量 五氧化二磷 吸收

## 前言

测定氯气纯度,以指导我公司 PVC 分厂氯化氢合成的燃烧操作,调节氢气,氯气配比,使之燃烧完全,保证氯化氢的纯度达到生产工艺要求。我公司离子膜烧碱法生产的氯气,由于纯度高,杂质含量较低,用爆炸法和奥氏气体分析器已不适用。氯气中氢、氧、氮和微量二氧化碳含量(尤其是氢含量),既是生产工艺控制的一项重要指标,又是一项不可缺少的安全运行参数。我们用气相色谱法很好地解决了杂质分析这一问题。

## 1 氯气纯度分析

### (1) 测定原理

我公司原来按操作规程用 5% 的硫代硫酸钠溶液吸收,按体积减少的量计算氯气纯度。后来我们经过计算改用 2% 的硫代硫酸钠溶液和 5% 的氢氧化钠溶液吸收,实践证明新方法提高了吸收速度及吸收液的利用率,提高了做样准确性,降低了成本(药品及玻璃仪器的损耗)。

### (2) 药品及仪器

2% 硫代硫酸钠溶液和 5% 的氢氧化钠溶液;氯气测定管。

### (3) 测定步骤

于氯气取样口处接上氯气测定管,通气 1 分钟左右,取下。扭转上端考克一周使管内外压力平衡,然后将混合吸收液注入上端漏斗,打开考克使溶液流入管内,直接吸收至恒定,读取液面刻度即为氯气纯度。

方程式  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{Cl}_2 + \text{H}_2\text{O} = 2\text{NaCl} + \text{S}$

$+ \text{H}_2\text{SO}_4$

$\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$

## 2 氯气中含少量的氢、氧、氮的测定

氯气中的杂质,尤其是氢气,在氯气中的含量达到 3.5% 时,在可见光,火花或高温等外界条件影响下,直接化合发生爆炸,测定氯气中的含氢量对安全生产至关重要。

### (1) 原理

氯气由六通阀定量进入色谱柱,各组分流经柱子时被分离进入检测器,使检测器内的金属丝温度下降,电阻值发生变化,并在线路记录图上产生相应的信号,如果用已知组分含量的标准混合气体作参比,这些信号的变化就可以解释为被测气体的含量。

### (2) 取样

氯气测定管内的做完氯气纯度分析的剩余气体。

### (3) 仪器

气相色谱仪 102-G 型,配有热导池(TCD),自己安装六通阀,CDP-3S 色谱数据处理机,瓶装标准混合气(其组分含量可自定)。我们用氢气 0.1%,氧气 2%,氮气 3%,其余为氩气。

### (4) 测定条件

1. 载气为氩气,仪表显示分压 0.15 MPa
2. 柱温 50 °C,检测器温度 90 °C
3. 桥电流 100 mA
4. 衰减 16
5. 纸速 4 mm/min

6. 不锈钢色谱柱 内径 4 mm, 长 2 米, 填充 40~60 目分子筛

#### (5) 操作

1. 校准 启动仪器, 调试好测定条件, 待仪器稳定后, 将标样混合气通过六通阀定量进入色谱柱, 记录其出峰情况。

#### 2. 样品的测定

样品经干燥处理后, 由六通阀定量进入色谱柱, 记录其出峰情况。由我们做样经验得知, 如果色谱图氧峰过高, 系取样不纯之故, 应重新取样, 若由单个电解槽取样, 要先排到无水再取样, 取样需排洗 10 次。并且做样与做标样的条件要保持一致。

#### (6) 计算公式

样品组分含量 = 样品组分峰面积 / 对应标准气峰面积 × 对应标准气组分含量。

### 3 氯气中微量二氧化碳的测定

#### (1) 仪器条件

我们另备一台 102 G 型色谱, 配 CDP-3S 色谱数据处理机, 自己安装六通阀进样器(2 mL)。

(2) a. 载气为氩气(预先干燥), 仪表显示分压 0.15 MPa

b. 柱温 70 °C 检测器温度 90 °C

c. 桥电流 100 mA

d. 衰减 16

e. 纸速 4 mm/min

f. 不锈钢色谱柱 内径 4 mm, 长 2 m, 填充 60~80 目 TDX-02

(3) 氢气 0.1 %, 氧气 2 %, 氮气 3 %, 二氧化碳 0.1 % (由干冰制得) 其余为氩气。

#### (4) 计算公式

样品组分含量 = 样品组分峰面积 / 对应标准气峰面积 × 对应标准气组分含量。

### 4 干氯气中含水量的测定

氯气用于制造液氯时, 压缩机设备要求干氯气中含水 50 ppm 以下。

#### (1) 原理

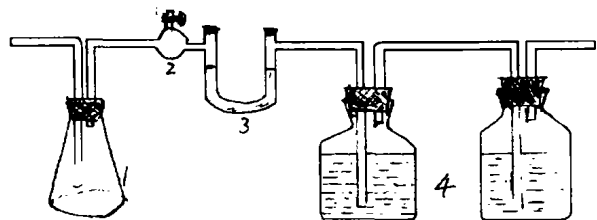
经干燥后的氯气用五氧化二磷吸收管吸收水分, 用浓氢氧化钠溶液吸收氯气, 根据吸收管和浓氢氧化钠溶液的质量变化, 来计算干氯气中

含水量。

#### (2) 仪器与药品

U 型干燥管; 氯气吸收瓶(装约 30 % 氢氧化钠溶液); 五氧化二磷(分析纯)。

#### (3) 分析装置图:



1. 缓冲瓶(干燥) 2. 三通考克  
3. U 型干燥管(五氧化二磷与玻璃棉混合物)  
4. 两个 5000 mL 装浓氢氧化钠溶液的吸收瓶

图 分析装置图

#### (4) 测定步骤

首先将干燥的内装五氧化二磷与玻璃棉混合物的 U 型干燥管称重  $W_1$  克(准至 0.0001 克), 同时将两个 5000 mL 装浓氢氧化钠溶液的吸收瓶称重  $G_1$  克(准至 0.1 克)。按图装好后将被测氯气以约 400 mL/min 流量通干燥管, 约 30 min, 最后用干燥空气吹洗约 10 min, 取下, 按同样精度称 U 型干燥管称重  $W_2$  克(准至 0.0001 克), 同时将两个 5000 mL 装浓氢氧化钠溶液的吸收瓶称重  $G_2$  (准至 0.1 克)。

#### (5) 计算

干氯气中含水 % =  $(W_2 - W_1) / (G_2 - G_1) \times 100$

### 5 结论

以上方法我公司的氯碱检验科和 PVC 检验科在应用过程中取得了较好的效果。本文测氢气的方法也可用于氯化氢工段的炉内含氢的分析, 当氢气在氯气中的含量达到 3.5 % 时, 点火时会发生爆炸, 我 PVC 检验科已配合分厂完成了许多生产分析任务。气相色谱法比用测爆仪能更准确定量, 为公司的生产提供了可靠依据, 同时可在保证安全的条件下尽早点火开车, 提高了产量, 以上方法供同行们参考。

#### 参考文献(略)

(收稿日期 2002-10-17)