



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.36—94

钢铁及合金化学分析方法 蒸馏分离-中和滴定法测定氮量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The neutral titration method for the determination
of nitrogen content after distillation separation

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 蒸馏分离-中和滴定法测定氮量

GB/T 223.36—94

代替 GB 223.36—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The neutral titration method for the determination
of nitrogen content after distillation separation

1 主题内容与适用范围

本标准规定了蒸馏分离-中和滴定法测定氮量。

本标准适用于合金钢及高温合金中氮量的测定,不适用于不加铝冶炼的硅钢及其型材中氮量的测定。测定范围:0.010%~0.50%。

2 方法提要

试样用适当的酸分解,其中的氮转化成相应酸的铵盐,在过量碱的作用下,水蒸汽蒸馏分离氨,以硼酸溶液吸收蒸出液,用氨基磺酸标准溶液滴定。

3 试剂

所有试剂应采用含氮量低的试剂,所有用水均为无氨水。

3.1 硫酸钾。

3.2 氟化钠。

3.3 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

3.4 硫酸(1+4)。

3.5 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。

3.6 磷酸(ρ 1.70g/mL)。

3.7 硫酸-磷酸混合酸:于200mL水中,在搅拌下缓缓加入10mL硫酸(3.3),加40mL磷酸(3.6),混匀。

3.8 盐酸(1+1)。

3.9 高氯酸(1+1)。

3.10 过氧化氢(ρ 1.10g/mL)。

3.11 氢氧化钠溶液:称取500g氢氧化钠,溶于800mL水中,加数粒锌粒,加热煮沸10min,捞去残余的锌粒,取下冷却,用水稀释至1000mL,混匀,贮于塑料瓶中。

3.12 硼酸吸收液(0.1%)。

3.13 氨基磺酸标准溶液

3.13.1 氨基磺酸标准溶液 [$c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H})=0.1000\text{mol/L}$]

称取9.7090g预先在硫酸真空干燥器内干燥48h的基准氨基磺酸,置于400mL烧杯中,加水溶解,移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

若无基准氨基磺酸,在配制氨基磺酸溶液之后,其浓度可用基准无水碳酸钠标准溶液进行标定。方

国家技术监督局1994-09-26批准

1995-06-01实施

法如下:

称取 5.2995g 预先在高温炉中于 270℃ 下灼烧至恒量的基准无水碳酸钠配制成 1000mL, 其浓度为 $c(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3)=0.1000\text{mol/L}$ 。

移取三份 20.00mL 上述溶液分别放于锥形瓶中, 分别加约 40mL 水, 再分别加 3 滴指示剂(3.14), 用氨基磺酸溶液滴定至玫瑰红色为终点。三份所消耗氨基磺酸溶液的毫升数, 其极差值不得超过 0.05mL, 取其平均值。

$$c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}) = \frac{0.10 \times 20.0}{V_1}$$

式中: V_1 ——滴定时消耗氨基磺酸溶液的体积, mL。

3.13.2 氨基磺酸标准溶液 [$c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H})=0.002000\text{mol/L}$]:

移取 20.00mL 氨基磺酸标准溶液(3.13.1), 置于 1000mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

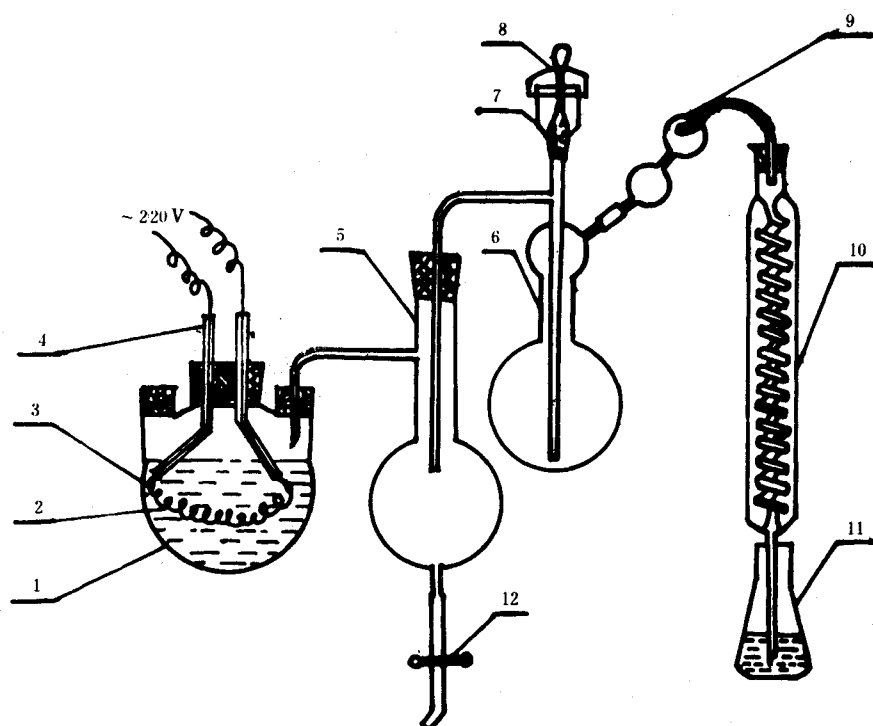
3.14 甲基红-次甲基蓝指示剂: 称取 0.125g 甲基红和 0.083g 次甲基蓝, 溶于 100mL 乙醇中, 贮于棕色瓶内。

4 仪器

水蒸气蒸馏仪(见下图)。

凡能满足下列条件的蒸馏仪均可采用:

- 必须是水蒸气蒸馏式的;
- 蒸馏速度: 一般为 10~20min 内蒸出液量达 70~100mL;
- 氮的回收率: 对 10~1500 μg 氮, 蒸出液为 80mL, 氮的回收率在 97% 以上;
- 仪器空白值: 在加碱空蒸时(不加试样), 蒸出液为 80mL, 滴定消耗氨基磺酸标准溶液(3.13.2)不应超过 0.50mL。



水蒸气蒸馏仪

- 1—三颈瓶(2000~3000mL); 2—加热电阻丝; 3—接线柱; 4—电极; 5—废液瓶(500mL);
6—蒸馏瓶(500mL); 7—漏斗; 8—磨口罩; 9—双球分馏器; 10—冷凝管;
11—吸收瓶(250mL); 12—弹簧夹

5 分析步骤

在无氮化物污染的专用实验室工作。

5.1 试样量

按表 1 称取试样量。

表 1

含氮量, %	试样量, g
0.01~0.03	2.000
>0.03~0.05	1.000
>0.05~0.15	0.5000
>0.15~0.30	0.2000
>0.30~0.50	0.1000

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 试样的溶解

将试样(5.1)置于 150mL 锥形瓶或凯氏瓶中,根据不同试样按下列各项处理。

5.3.1.1 一般合金钢和高温合金试样:加 50mL 硫酸(3.4)[如果试样中含 1%~8%的铝、钨、钛含量时,可补加 1~5mL 磷酸(3.6);试样中含 0.5%~4%硅时,可加 5~40 滴氢氟酸(3.5)或 0.5g 氟化钠(3.2)],加热溶解,保持溶液不沸腾,直到试样基体全部溶解[如发现有多量碳化物存在于溶液中,可在摇动下滴加 5~20 滴过氧化氢(3.10)],移至较高温度处,蒸发至刚冒白烟,然后,加 5mL 硫酸(3.3)、1g 硫酸钾(3.1),置于高温处(330℃以上),加热冒烟 20~30min,取下冷却,加 30mL 水,加热溶解大部分盐类,冷却,备蒸馏。

5.3.1.2 不含难溶氮化物的高铬(铬大于 10%)钢和铬(镍)锰氮系不锈钢试样:加 40mL 硫酸(3.4)溶解,冷却,备蒸馏。

5.3.1.3 含铜(1%~2%)的超低碳不锈钢试样:加 30mL 高氯酸(3.9),加热溶解,继续冒烟 5~10min,取下冷却,加 30mL 水,加热溶解盐类,冷却,备蒸馏。

5.3.1.4 高速工具钢试样:加 30mL 硫酸-磷酸混合酸(3.7)溶解试样,在摇动下滴加 10~20 滴过氧化氢(3.10),继续加热至冒烟 20~30min,取下冷却,加 30mL 水,加热溶解盐类,冷却,备蒸馏。

5.3.1.5 基体难溶于硫酸的试样:加 30mL 盐酸(3.8)溶解,冷却后,边摇动边加入 10mL 硫酸(3.3),继续在高温下冒硫酸烟 20~30min,取下冷却,加 30mL 水,加热溶解大部分盐类,冷却,备蒸馏。

5.3.2 蒸馏氨

5.3.2.1 蒸馏仪的准备:蒸馏试样前,必须用水蒸气充分清洗仪器并检查仪器是否漏气,以免造成氨的损失和回收废液的困难。然后加 10mL 氢氧化钠溶液(3.11)和 30mL 水,进行蒸馏,至蒸出液达 80mL,滴定空白值,滴定所消耗的氨基磺酸标准溶液(3.13.2)不大于 0.50mL,仪器方可使用。

5.3.2.2 在 250mL 吸收瓶(11)内,加入 10mL 硼酸吸收液(3.12)和 4 滴甲基红-次甲基蓝指示剂(3.14),置于冷凝管(10)下端,使冷凝管下端浸入吸收液内。

5.3.2.3 经漏斗(7)向蒸馏瓶(6)加入氢氧化钠溶液(3.11)。其加入量按中和溶样用酸量之后,再过量 5~10mL。用水冲洗漏斗(7),然后缓缓地加入试样溶液(5.3.1.1~5.3.1.5),并用水冲洗锥形瓶和漏斗。

5.3.2.4 加盖磨口罩(8),通电加热蒸馏,待蒸出液达 80mL,降低吸收瓶(11,)使冷凝管下端离开液面,再继续蒸馏 30s,用少量水冲洗冷凝管下端。

5.3.2.5 断电,停止蒸馏。此时,蒸馏瓶(6)中废液自动回吸到废液瓶(5)中,打开弹簧夹(12)放出废液。

5.3.3 滴定

取下吸收瓶(11),用氨基磺酸标准溶液(3.13.2)进行滴定,溶液由亮绿色变成玫瑰红色,即为终点。

6 分析结果的计算

按下式计算氮的百分含量:

$$N(\%) = \frac{c(V - V_0) \times 0.01400}{m} \times 100$$

式中: V ——滴定试样所消耗氨基磺酸标准溶液体积, mL;

V_0 ——滴定随同试样空白所消耗氨基磺酸标准溶液体积, mL;

c ——滴定用氨基磺酸标准溶液的摩尔浓度 $c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H})$, mol/L;

m ——试样量, g;

0.01400——与 1.00mL 氨基磺酸溶液 [$c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的氮的质量, g。

7 精密度

本标准的精密度是在 1992 年选择 8 个水平, 由 7 个实验室共同试验结果确定的。精密度见表 2。

表 2

水平范围, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.010~0.043	$r = 0.0005464 + 0.03826m$	$R = 0.001053 + 0.08827m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值, 则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

数 据 实 验 室	水 平	1	2	3	4	5	6	7	8
1		0.420	0.331	0.305	0.235	0.115	0.0474	0.0227	0.0107
		0.424	0.320	0.301	0.240	0.117	0.0476	0.0227	0.0110
		0.424	0.350	0.297	0.246	0.114	0.0507	0.0236	0.0108
2		0.423	0.364	0.296	0.239	0.110	0.0477	0.0224	0.0094
		0.428	0.356	0.290	0.242	0.115	0.0479	0.0236	0.0087
		0.428	0.347	0.294	0.239	0.109	0.0480	0.0227	0.0095
3		0.432	0.350	0.290	0.242	0.110	0.0478	0.0230	0.0085
		0.429	0.344	0.299	0.239	0.112	0.0473	0.0238	0.0098
		0.432	0.344	0.290	0.243	0.108	0.0478	0.0235	0.0087
4		0.434	0.348	0.290	0.231	0.097	0.0443	0.0217	0.0102
		0.423	0.356	0.291	0.232	0.101	0.0429	0.0219	0.0103
		0.437	0.351	0.291	0.231	0.100	0.0439	0.0223	0.0099
5		0.440	0.364	0.294	0.241	0.115	0.0465	0.0224	0.0091
		0.437	0.375	0.291	0.238	0.115	0.0476	0.0218	0.0095
		0.445	0.367	0.297	0.244	0.116	0.0470	0.0230	0.0092
6		0.437	0.343	0.287	0.242	0.104	0.0477	0.0242	0.0098
		0.440	0.345	0.287	0.240	0.105	0.0480	0.0237	0.0101
		0.439	0.343	0.289	0.240	0.106	0.0481	0.0240	0.0100
7		0.400	0.353	0.287	0.239	0.119	0.0521	0.0235	0.0097
		0.403	0.364	0.286	0.235	0.127	0.0560	0.0244	0.0092
		0.393	0.358	0.284	0.235	0.115	0.0490	0.0234	0.0091

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准主要起草人杜书琛、曲桂贞。

本标准水平等级标记 GB/T223.36—94 I

(京)新登字 023 号

GB/T 223.36—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢铁及合金化学分析方法
蒸馏分离-中和滴定法测定氮量
GB/T 223.36—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字
1995 年 5 月第一版 1995 年 5 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号:155066·1-11421 定价 8.00 元

*

标 目 262—06



GB/T 223.36-1994