



中华人民共和国国家标准

GB/T 23952—2009

GB/T 23952—2009

GB/T 23952—2009

8.2 试样处理与蒸馏

在蒸馏烧瓶中加 300 mL 无氨水,摇动使试料溶解。加入 3 g~4 g 定氮合金和几粒防暴沸颗粒,将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上,接口处均应涂上硅脂。在吸收瓶中用移液管移入 50.0 mL 硫酸溶液 [$c(1/2H_2SO_4)=0.5 \text{ mol/L}$] 或 25.0 mL 硫酸溶液 [$c(1/2H_2SO_4)=1 \text{ mol/L}$] 及 4~5 滴甲基红-次甲基蓝混合指示液,并与蒸馏装置连接。在吸收瓶中加适量水,以保证导流管出口位于吸收液液面下约 1.5 cm。

通过蒸馏装置的分液漏斗加入 20 mL 氢氧化钠溶液,在溶液将流尽时加入 20 mL~30 mL 水冲洗漏斗,剩 3 mL~5 mL 水时关闭活塞。静置 10 min 后,开通冷却水,同时开启加热装置,沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度,避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 150 mL 馏出液后,用 pH 试纸检查液滴,如不呈碱性则结束蒸馏。用少量水冲洗导流管的下端,取下吸收瓶。

8.3 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定吸收瓶中的吸收液呈灰绿色为终点。

8.4 空白试验

除不加试样外,与试样测定采用完全相同的试剂种类和用量,相同的分析步骤进行平行测定。

8.5 校对试验

定期使用新制备的含 100 mg 氮的分析纯硝酸钾,按测试试料的相同条件进行。

9 结果计算

总氮含量以氮(N)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V_1)/1\ 000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

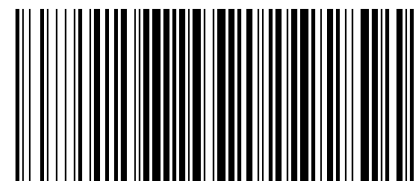
M ——氮(N)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=14.01$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值在有关产品标准中规定。

无机化工产品中总氮含量测定的 通用方法 蒸馏-酸碱滴定法

Inorganic chemicals for industrial use—
General method for the determination of total nitrogen content—
Distillation-acid-base titrations method



GB/T 23952—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38711

定价: 14.00 元

2009-06-02 发布

2010-02-01 实施

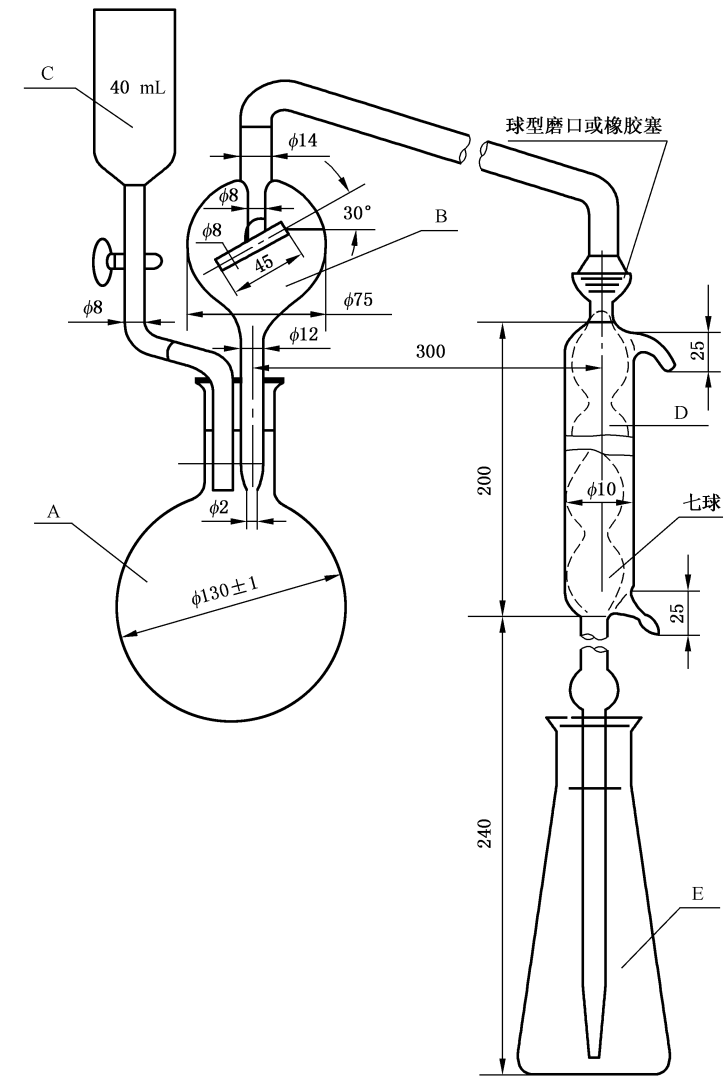
中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中华人民共和国
国家标准
无机化工产品中总氮含量测定的
通用方法 蒸馏-酸碱滴定法
GB/T 23952—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷
*
书号: 155066·1-38711 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



A—蒸馏瓶;
B—防溅球管;
C—滴液漏斗;
D—冷凝管;
E—吸收瓶。

图2 蒸馏仪器图

7.2 蒸馏加热装置:1 000 W~1 500 W 电炉,置于升降台架上,可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源。

7.3 防暴沸颗粒。

8 分析步骤

8.1 称样

称取总氮含量不大于 250 mg,硝态氮含量不大于 60 mg 的试料 0.5 g~2 g,精确至 0.000 2 g。置于蒸馏烧瓶中。

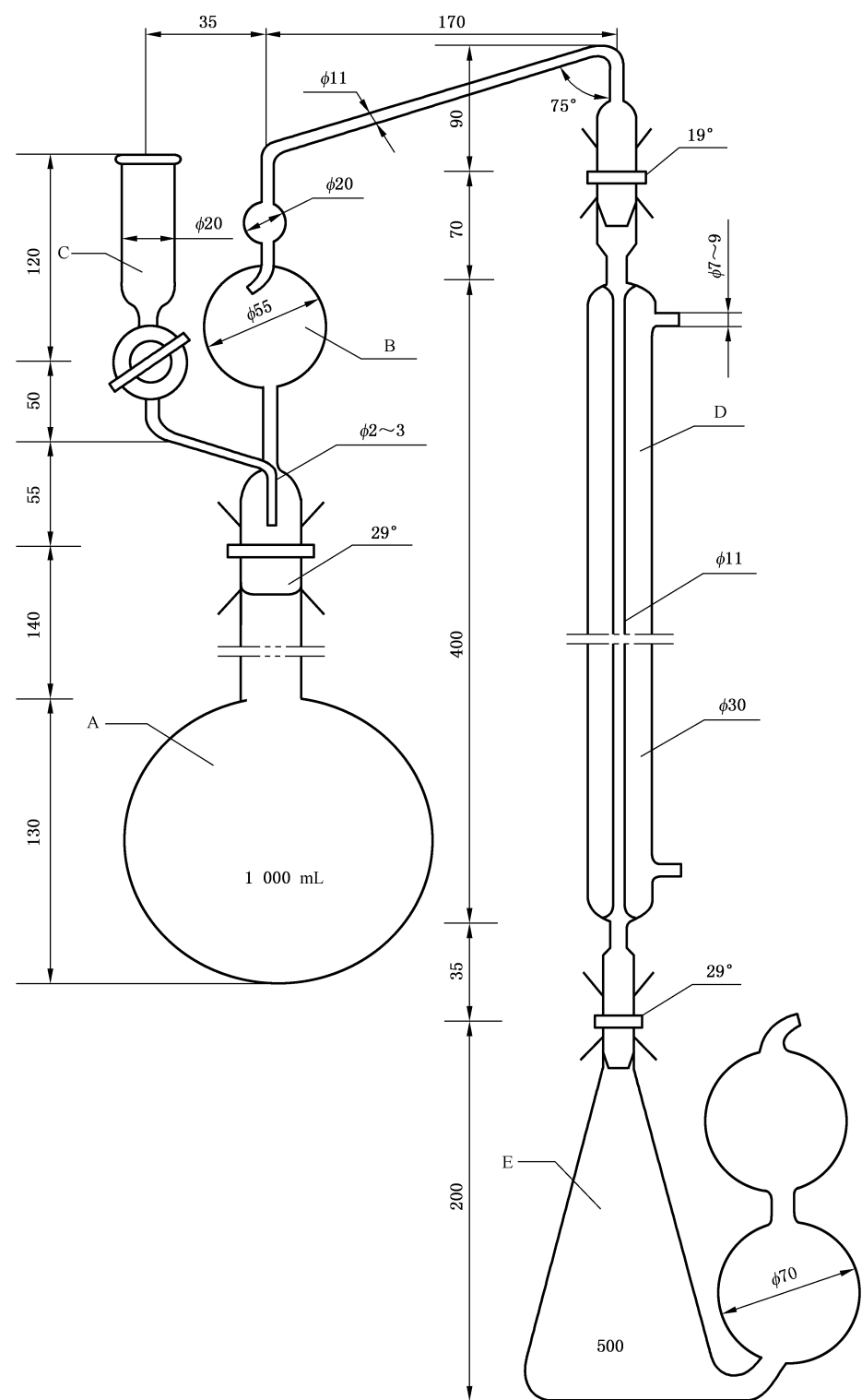
7 仪器、设备

7.1 蒸馏仪器：按图 1 或图 2 配备或其他具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪器。

单位为毫米

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。
 本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。
 本标准主要起草单位：多氟多化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、天津出入境检验检疫局。
 本标准主要起草人：施秀华、郭贤惠、陆思伟、刘军、马军。
 本标准首次发布。



- A—蒸馏瓶；
- B—防溅球管；
- C—滴液漏斗；
- D—冷凝管；
- E—吸收瓶。

图 1 蒸馏仪器图