

钢铁及合金化学分析方法  
蒸馏分离-容量法测定氮量

UDC 669.14/.15  
:543.24:546

.17  
GB/223.36-85

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

本标准适合于合金钢和高温合金中氮量的测定，不适合于不加铝冶炼的硅钢及其型材中氮量的测定。测定范围：0.020~0.50%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

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

### 2 试剂

所有试剂应尽量采用含氮低的试剂；配试剂用水均为无氨的水。

2.1 硫酸钾（固体）。

2.2 氟化钠（固体）。

2.3 硫酸（比重1.84）。

2.4 硫酸（1+4）。

2.5 氢氟酸（比重1.15）。

2.6 磷酸（比重1.70）。

2.7 硫酸-磷酸混合酸：于200ml水中，在搅拌下缓缓加入10ml硫酸（2.3），加40ml磷酸（2.6），混匀。

2.8 盐酸（1+1）。

2.9 高氯酸（1+1）。

2.10 过氧化氢（比重1.10）。

2.11 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，贮于塑料瓶内。

2.12 硼酸吸收液：称取1g硼酸，溶于1000ml水中，混匀。

2.13 氨磺酸标准溶液

2.13.1 氨磺酸标准溶液(0.1000N贮备液)：称取9.7090g基准氨磺酸(预先在硫酸真空干燥器内干燥48h)，置于400ml烧杯中，加入溶解，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.13.2 氨磺酸标准溶液(0.002000N)：移取20.00ml氨磺酸标准溶液(2.13.1)，置于1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.14 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(95%)中，贮于棕色瓶中。

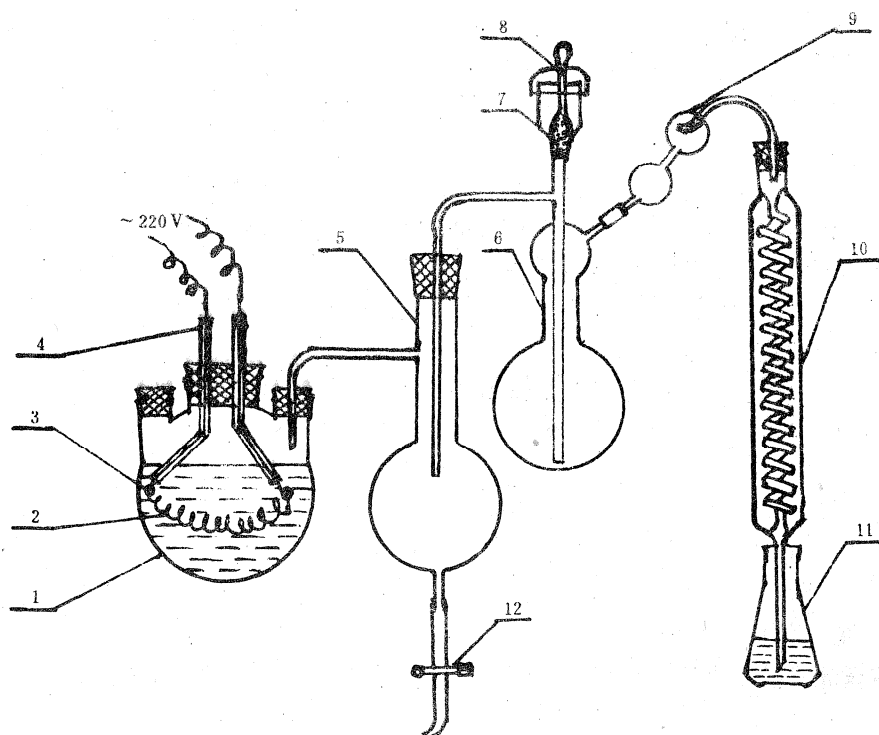
2.15 无氨的蒸馏水或二次离子交换水。

## 3 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：

- a. 必须是水蒸气蒸馏式的；
- b. 蒸馏速度：一般为10~20 min内蒸出液量达70~100 ml；
- c. 氮的回收率：对10~1500  $\mu\text{g}$ 氮，蒸出液为80 ml，氮的回收率在97%以上；
- d. 仪器空白值：在加碱空蒸时，蒸出液为80 ml，滴定消耗氨磺酸标准溶液（2.13.2）不应超过0.5 ml。



水蒸气蒸馏仪

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

## 4 分析步骤

在无氮化物污染的专用实验室工作，分析步骤中所用水均为无氨的水。

## 4.1 试样量

按表1称取试样量。

表1

| 氮量，%  | 0.020~0.050 | >0.050~0.15 | >0.15~0.30 | >0.30~0.50 |
|-------|-------------|-------------|------------|------------|
| 试样量，g | 1.0000      | 0.5000      | 0.2000     | 0.1000     |