

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法
蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量

GB/T 4698.7-1996

代替 GB 3829.4-83
GB 4698.7-84

Sponge titanium, titanium and titanium
alloys—Determination of nitrogen content—Distillation—
Nessler reagent spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛、钛及钛合金中氮含量的测定方法。

本标准适用于海绵钛、钛及钛合金中氮含量的测定。测定范围：0.008%~0.10%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 14265 金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则

3 方法原理

试样用氢氟酸溶解，在强碱性介质中氮以氨的形式蒸馏分离，与奈斯勒试剂形成有色络合物，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 氢氟酸($\rho=1.15$ g/ml)-优级纯。

4.2 过氧化氢($\rho=1.10$ g/ml)。

4.3 硼酸饱和溶液，优级纯。

4.4 硫酸[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01$ mol/L]，优级纯。

4.5 氢氧化钠溶液(500 g/L)：称取 500 g 氢氧化钠(优级纯)置于 1 000 ml 烧杯中，加入 800 ml 水溶解。加入 0.5 g 锌粒，加热煮沸 10 min，冷却，以水稀释至 1 000 ml，混匀。贮存于塑料瓶中。

4.6 奈斯勒试剂：移取 150 g 氢氧化钾(优级纯)置于 1 000 ml 烧杯中，加入 700 ml 水溶解，冷却。将 40 g 碘化钾置于 250 ml 烧杯中，加 200 ml 水、50 g 碘化汞，搅拌溶解。将两种溶液合并于 1 000 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于棕色瓶中。静置，使沉淀物沉降，使用上层澄清溶液。

4.7 氮标准贮存溶液：称取 3.819 0 g 经 105℃ 烘干 1 h 并冷却至室温的氯化铵，以水溶解，移入 1 000 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 氮。

4.8 氮标准溶液：移取 50.0 ml 氮标准贮存溶液(4.7)于 500 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100 μg 氮。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算硼的百分含量：

$$B(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-5}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的硼量， μg ；

V_0 ——试液的总体积，ml；

V_1 ——分取试液的体积，ml；

m_0 ——试料的质量，g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

硼含量	允许差
0.002~0.005	0.001
>0.005~0.020	0.002
>0.020~0.050	0.005
>0.050~0.10	0.01

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人安宝兰、何玉琴。