



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.3—2009

钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法

Vanadium-Nitrogen alloy-Determination of nitrogen content—
The distillation-neutralization titration method

2009-10-30 发布

2010-05-01 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
钒氮合金 氮含量的测定
蒸馏-中和滴定法

GB/T 24583.3—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 8 千字
2010年1月第一版 2010年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39400

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

前 言

GB/T 24583 的本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位：攀枝花钢铁(集团)公司、攀枝花出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：甘国建、钟华、徐本平、李南、蒋仁贵、何清志、任小青。

钒氮合金 氮含量的测定

蒸馏-中和滴定法

警告：使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 24583 的本部分规定了蒸馏-中和滴定法测定氮含量。

本部分适用于钒氮合金中氮含量的测定。测定范围(质量分数):5.00%~20.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 24583 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规范和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试料在硫磷混合酸介质中分解,其中的氮转化成铵盐,在过量碱的作用下,生成的氨气随同水蒸气被蒸馏分离出来,该蒸汽经冷凝后形成氨水。用硼酸溶液吸收氨水,用氨基磺酸标准溶液进行滴定。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 硫酸, ρ 1.84 g/mL。

4.2 磷酸, ρ 1.70 g/mL。

4.3 硼酸溶液,25 g/L。

4.4 氢氧化钠溶液,500 g/L。称取 500 g 氢氧化钠,溶于 800 mL 水中,加数粒锌粒,加热煮沸 10 min,取下冷却,取出残余锌粒,用水稀释至 1 000 mL,混匀,贮于塑料瓶中。

注:在装有氢氧化钠的烧杯中,缓慢加入水,并不断搅拌。如果放热较大可在有流水冷却的环境中配制。

4.5 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:称取 0.125 g 甲基红和 0.083 g 次甲基蓝,溶于 100 mL 乙醇中,贮于棕色瓶内,混匀。

4.6 氨基磺酸标准溶液,约 0.05 mol/L。

4.6.1 配制

称取 9.7 g 氨基磺酸,置于 500 mL 烧杯中,加水溶解,移入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.2 标定

称取 2.649 7 g 预先于 270 °C 灼烧至恒量并在干燥器中冷却至室温的基准无水碳酸钠,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。其浓度($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$)为 0.050 00 mol/L)。