



中华人民共和国国家标准

GB/T 5687.4—2016
代替 GB/T 5687.4—1985

氮化铬铁和高氮铬铁 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法

Nitrogen-bearing ferrochromium and nitride ferrochrome with high
nitrogen content—Determination of nitrogen content—
The distillation-neutralization titration method

2016-06-14 发布

2017-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 5687 分为以下若干部分：

- GB/T 5687.2 铬铁、硅铬合金和氮化铬铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法；
- GB/T 5687.4 氮化铬铁和高氮铬铁 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法；
- GB/T 5687.10 铬铁 锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

.....

本部分为 GB/T 5687 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 5687.4—1985《铬铁化学分析方法 中和滴定法测定氮量》。本部分与 GB/T 5687.4—1985 比较,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 方法适用范围中增加了高氮铬铁中氮含量的测定；
- 测定范围由 $\leq 1.00\% \sim 10.00\%$ 调整为氮化铬铁: $2.00\% \sim 7.00\%$,高氮铬铁: $> 7.00\% \sim 12.00\%$ ；
- 调整了氨基磺酸标准滴定溶液的配制方法；
- 增加了氨基磺酸标准滴定溶液的标定；
- 试样粒度由“试样应通过 0.088 mm 筛孔”调整为“易破碎的试样应全部通过 0.088 mm 筛孔,不易破碎的试样(钻取)应全部通过 1.60 mm 筛孔,并取 0.154 mm 筛上样品”；
- 试料称样量调整为“含氮量在 $2.00\% \sim 4.00\%$ 之间,称取 0.50 g,精确至 0.000 1 g;含氮量在 $4.00\% \sim 12.00\%$ 之间,称取 0.20 g,精确至 0.000 1 g;”
- 修改了难溶试料的分解方法；
- 蒸馏装置中增加了废液瓶；
- 调整了氢氧化钠溶液的加入量,易溶试料蒸馏时加入 50 mL 氢氧化钠溶液,难溶试料蒸馏时加入 80 mL 氢氧化钠溶液。

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(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位:吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:张宇帅、刘冰、郑海东、吴丽玉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5687.4—1985。

氮化铬铁和高氮铬铁 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 5687 的本部分规定了蒸馏 - 中和滴定法测定氮化铬铁和高氮铬铁中的氮含量。

本部分适用于氮化铬铁和高氮铬铁中氮含量的测定。氮化铬铁测定范围(质量分数):2.00%~7.00%;高氮铬铁测定范围(质量分数):>7.00%~12.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

易溶试料用盐酸分解,难溶试料用盐酸、硫酸、磷酸分解,其中氮转化成氨盐,在过量碱的作用下,水蒸气蒸馏分离氨,以硼酸溶液吸收馏出液,以甲基红-次甲基蓝为指示剂,用氨基磺酸标准滴定溶液滴定。

4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用确认的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规格的三级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

4.2 磷酸, $\rho=1.70$ g/mL。

4.3 硫酸, $\rho=1.84$ g/mL。

4.4 盐酸,1+1。

4.5 高锰酸钾溶液,25 g/L。

4.6 硼酸溶液,25 g/L。

4.7 氢氧化钠溶液,500 g/L。

4.8 氨基磺酸标准滴定溶液,约 0.10 mol/L:

a) 配制

称取 19.4 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。