



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.3—2019
代替 GB/T 24583.3—2009

钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法

Vanadium-nitrogen—Determination of nitrogen content—
Distillation-neutralization titration method

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 24583 钒氮合金的分析方法共分为 8 个部分：

- GB/T 24583.1 钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- GB/T 24583.2 钒氮合金 氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- GB/T 24583.3 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法；
- GB/T 24583.4 钒氮合金 碳含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.5 钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- GB/T 24583.6 钒氮合金 硫含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.7 钒氮合金 氧含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.8 钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 24583 的第 3 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 24583.3—2009《钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法》。本部分与 GB/T 24583.3—2009 相比，主要技术变化如下：

- 将测定范围(质量分数)修改为“8.00%~20.00%”(见第 1 章,2009 年版的第 1 章)；
- 修改了“规范性引用文件”(见第 2 章,2009 年版的第 2 章)；
- 修改了试样的采取和制备方法(见第 6 章,2009 年版的第 6 章)；
- 由“在低温电炉上加热溶解”修改为“在电炉上加热至冒烟溶解”(见 7.4,2009 年版的 7.4)；
- 修改了分析结果的确定和表示(见 8.2,2009 年版的 7.7.2)；
- 用实验室间精密密度共同试验数据统计的重复性限 r 和再现性限 R 代替了允许差(见第 9 章,2009 年版的第 9 章)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁和铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：攀钢集团有限公司、河钢股份有限公司承德分公司、国家钒钛制品质量监督检验中心、交城义望铁合金有限责任公司、青岛中科联实验室技术服务有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：钟华、仲利、汪雪梅、柳朝阳、郑小敏、苏洋、李兰杰、杨新能、周开著、章伟、刘林、刘雅健、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 24583.3—2009。

钒氮合金 氮含量的测定

蒸馏-中和滴定法

警示——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-中和滴定法测定钒氮合金中的氮含量。

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):8.00%~20.00%。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 20567 钒氮合金

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,该蒸气经冷凝后形成氨水。用硼酸溶液吸收氨水,用氨基磺酸标准滴定溶液进行滴定。

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 规定的三级及三级以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

4.1 硫酸, $\rho=1.84$ g/mL。

4.2 磷酸, $\rho=1.70$ 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:将氢氧化钠缓慢加入装有水的烧杯中,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。