



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.36—94

钢铁及合金化学分析方法 蒸馏分离-中和滴定法测定氮量

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

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 蒸馏分离-中和滴定法测定氮量

GB/T 223.36—94

代替 GB 223.36—85

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了蒸馏分离-中和滴定法测定氮量。

本标准适用于合金钢及高温合金中氮量的测定,不适用于不加铝冶炼的硅钢及其型材中氮量的测定。测定范围:0.010%~0.50%。

2 方法提要

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

3 试剂

所有试剂应采用含氮量低的试剂,所有用水均为无氨水。

3.1 硫酸钾。

3.2 氟化钠。

3.3 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

3.4 硫酸(1+4)。

3.5 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。

3.6 磷酸(ρ 1.70g/mL)。

3.7 硫酸-磷酸混合酸:于200mL水中,在搅拌下缓缓加入10mL硫酸(3.3),加40mL磷酸(3.6),混匀。

3.8 盐酸(1+1)。

3.9 高氯酸(1+1)。

3.10 过氧化氢(ρ 1.10g/mL)。

3.11 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,贮于塑料瓶中。

3.12 硼酸吸收液(0.1%)。

3.13 氨基磺酸标准溶液

3.13.1 氨基磺酸标准溶液 [$c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H})=0.1000\text{mol/L}$]

称取9.7090g预先在硫酸真空干燥器内干燥48h的基准氨基磺酸,置于400mL烧杯中,加水溶解,移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

若无基准氨基磺酸,在配制氨基磺酸溶液之后,其浓度可用基准无水碳酸钠标准溶液进行标定。方