

# 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-靛酚蓝光度法测定氮量

GB 223.37—89

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The indophenol blue photometric method for the determination  
of nitrogen content after distillation separation

代替 GB 223.37—85

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用蒸馏分离-靛酚蓝光度法测定氮量。

本标准适用于纯铁、碳钢、合金钢、高温合金和精密合金中氮量的测定,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:0.001 0%~0.050%。

### 2 方法提要

试样用适当的酸分解,其中的氮转变成相应酸的铵盐,在过量碱的作用下,水蒸气蒸馏分离氨,用稀硫酸吸收蒸出液,然后,在亚硝基铁氰化钠和次氯酸钠存在下,氨与酚生成蓝色的靛酚络合物,测量其吸光度。

### 3 试剂

本方法中所用水均为无氨水。

3.1 硫酸钾(固体)。

3.2 氟化钠(固体)。

3.3 硫酸( $\rho$  1.84g/mL),优级纯。

3.4 硫酸(1+4)。

3.5 氢氟酸( $\rho$  1.15g/mL),优级纯。

3.6 磷酸( $\rho$  1.70g/mL),优级纯。

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

3.8 盐酸(1+1),优级纯。

3.9 高氯酸(1+1),优级纯。

3.10 过氧化氢( $\rho$  1.10 g/mL)。

3.11 氢氧化钠溶液:称取500 g 优级纯氢氧化钠,溶于800 mL水中,加数粒锌粒,加热煮沸10 min,除去残余的锌粒,取下冷却,用水稀释至1 000 mL,混匀,贮于塑料瓶中。

3.12 氢氧化钠溶液(0.8%):移取16 mL 氢氧化钠溶液(3.11),用水稀释至1 000 mL,混匀。

3.13 硫酸吸收液:

3.13.1 硫酸贮备液:移取28 mL 硫酸(3.3),缓慢地加入到700 mL水中,冷却后,用水稀释至1 000 mL,混匀。

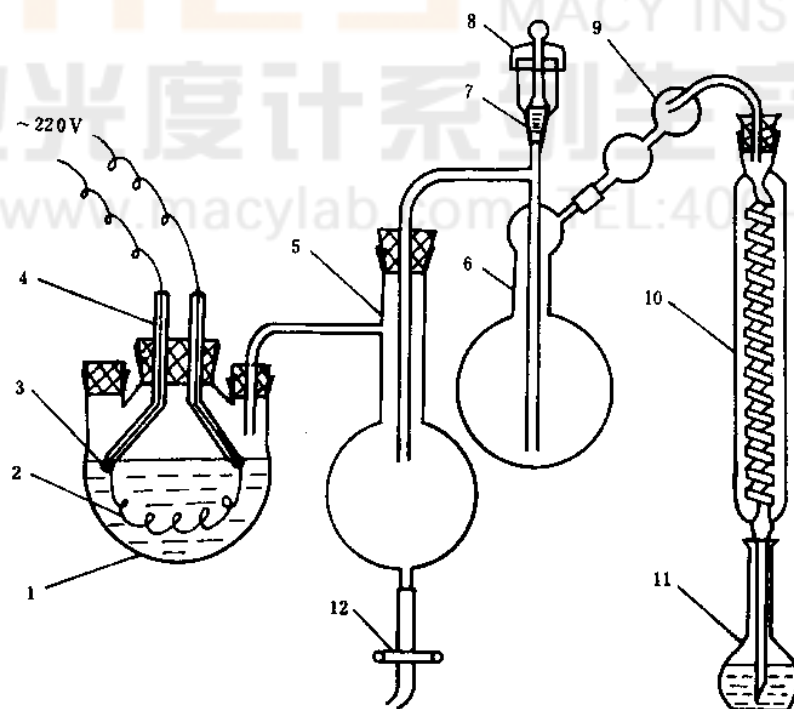
中华人民共和国冶金工业部1989-02-21批准

1990-07-01实施

- 3.13.2 硫酸吸收液:移取40 mL 硫酸贮备液(3.13.1),用水稀释至1 000 mL,混匀。
- 3.14 苯酚钠溶液:移取10 mL 氢氧化钠溶液(25%),置于100 mL 容量瓶中,加80 mL 水,边摇动边加入5 g 苯酚,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.15 磷酸氢二钠溶液:称取36 g 磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),溶解于1 000 mL 水中,混匀。
- 3.16 亚硝基铁氰化钠溶液
- 3.16.1 亚硝基铁氰化钠贮备液:称取5 g 亚硝基铁氰化钠 $[\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5 \cdot \text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ ,溶于500 mL 水中,混匀,贮于棕色瓶中。
- 3.16.2 亚硝基铁氰化钠溶液:移取25 mL 亚硝基铁氰化钠贮备液(3.16.1),用水稀释至1 000 mL,混匀,可使用一个月。
- 3.17 次氯酸钠溶液(有效氯约0.3%):移取15 mL 次氯酸钠溶液(有效氯不低于5.2%),置于250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用时现配。
- 3.18 甲基红指示剂(0.01%):称取0.01 g 甲基红溶于100 mL 水中,混匀。
- 3.19 氮标准溶液:
- 3.19.1 称取0.389 1 g 光谱纯氯化铵(预先在105℃干燥1 h),置于100 mL 烧杯中,加水溶解,移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含100 μg 氮。
- 3.19.2 移取20.00 mL 氮标准溶液(3.19.1),置于1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含2 μg 氮。

#### 4 仪器

水蒸气蒸馏仪(见下图)



水蒸气蒸馏仪

1—三颈瓶(2 000~3 000 mL);2—加热电阻丝;3—接线柱;4—电极;5—废液瓶(500 mL);6—蒸馏瓶(500 mL);7—漏斗;8—磨口罩;9—双球分馏器;  
10—冷凝管;11—吸收瓶(100 mL 容量瓶);12—弹簧夹

凡能满足下列条件的蒸馏仪均可采用:

- a. 必须是水蒸气蒸馏式的；
- b. 蒸馏速度：一般为10~12 min内蒸出液量达70~100 mL；
- c. 氮的回收率：对于10~300 μg氮，蒸出液为70 mL，回收率在97%以上。
- d. 仪器空白值：在加碱空蒸时，蒸出液为70 mL，空白值不应大于3 μg氮。

## 5 分析步骤

在无氮化物污染的专用实验室工作。

### 5.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

含氮量, %	0.001 0~0.005 0	>0.005 0~0.008 0	>0.008 0~0.020	>0.020~0.050
试样量, g	2.000 <sup>1)</sup>	1.000	0.500 0	0.200 0

注：1) 含氮量小于0.002%的试样，若试样易溶解，称样量可以大于2 g。

### 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

### 5.3 测定

#### 5.3.1 试样的溶解

将试样(5.1)置于150 mL锥形瓶或凯氏瓶中，根据不同试样按下列各项处理。

##### 5.3.1.1 高碳钢、碳素钢、硅钢、合金钢和高温合金试样

加50 mL硫酸(3.4)[如果试样含1%~8%的铌、钨、钽含量时，可补加1~5 mL磷酸(3.6)；试样中含0.5%~4%硅量时，可加5~10滴氢氟酸(3.5)或加0.5 g氯化钠(3.2)]，加热溶解，保持溶液不沸腾，直到试样完全溶解[如果发现溶液中有大量碳化物存在，可在摇动下滴加5~20滴过氧化氢(3.10)]，移至较高温度处，蒸发至刚冒白烟，然后，加5 mL硫酸(3.3)，1 g硫酸钾(3.1)，置于高温处(330℃以上)，加热冒烟30 min，取下冷却，加30 mL水，溶解大部分盐类，冷却，备蒸馏。

##### 5.3.1.2 不含难溶氮化物的高铬(铬大于10%)钢和铬(镍)锰氮系列不锈钢试样

直接加40 mL硫酸(3.4)溶解，冷却，备蒸馏。

##### 5.3.1.3 精密合金、含铜(1%~2%)的超低碳不锈钢试样

加30 mL高氯酸(3.9)，加热溶解，继续加热蒸发至冒烟5~10 min，取下冷却，加30 mL水溶解盐类，冷却，备蒸馏。

##### 5.3.1.4 高速工具钢试样

加50 mL硫酸-磷酸混合酸(3.7)溶解，在摇动下滴加10~20滴过氧化氢(3.10)，继续加热至冒烟30 min，取下冷却，加30 mL水溶解盐类，冷却，备蒸馏。

##### 5.3.1.5 基体难溶于硫酸的试样

先加30 mL盐酸(3.8)溶解，冷却后，边摇动边加入10 mL硫酸(3.3)，加热，在高温下冒硫酸烟30 min，取下冷却，加30 mL水溶解大部分盐类，冷却，备蒸馏。

##### 5.3.1.6 纯铁、低碳钢试样

加30 mL盐酸(3.8)溶解，取下冷却，加30 mL水，备蒸馏。

### 5.3.2 蒸馏氨

#### 5.3.2.1 蒸馏仪的准备

蒸馏试样前，必须用水蒸气充分清洗仪器并检查仪器是否漏气，以免造成氨的损失和回吸废液困难。然后加10 mL氢氧化钠溶液(3.11)和30 mL水，进行蒸馏，至蒸出液达70 mL，以下按5.3.3.2~5.3.3.4进行，测定空白值，其值不应大于3 μg氮，仪器方可使用。

5.3.2.2 加5 mL 硫酸吸收液(3.13.2)于100 mL 吸收瓶(11)中,置于冷凝管(10)下端,使冷凝管下端浸入吸收液内。

5.3.2.3 经漏斗(7)向蒸馏瓶(6)加入氢氧化钠溶液(3.11),其加入量要足够中和溶解试样后剩余的酸量并过量5~10 mL。用水冲洗漏斗(7),然后缓缓地加入试液(5.3.1),并用水冲洗锥形瓶和漏斗。

5.3.2.4 盖上磨口罩(8),通电加热蒸馏,待蒸出液达70 mL,降低吸收瓶(11),使冷凝管下端离开液面,继续蒸馏30 s,用少量水冲洗冷凝管下端。

5.3.2.5 断电,停止加热,此时,蒸馏瓶(6)中废液自动回吸至废液瓶(5)中,打开弹簧夹(12)放出废液。

### 5.3.3 显色和测量

5.3.3.1 取下吸收瓶(11),用水稀释至刻度,混匀。移取50.00 mL 试液,置于100 mL 容量瓶中。

5.3.3.2 加两滴甲基红指示剂(3.18),用氢氧化钠溶液(3.12)中和至红色刚退。

5.3.3.3 依次加入5 mL 苯酚钠溶液(3.14)、5 mL 磷酸氢二钠溶液(3.15)、10 mL 亚硝基铁氰化钠溶液(3.16.2)和5 mL 次氯酸钠溶液(3.17),然后用水稀释至刻度,混匀,放于暗处1 h。

5.3.3.4 将部分溶液移入1 cm 吸收皿中,以随同试样的空白溶液为参比,于分光光度计波长640 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出显色液中相应的氮量。

### 5.4 工作曲线的绘制

移取0, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00和30.00 mL 氮标准溶液(3.19.2),分别置于预先盛有5 mL 硫酸吸收液(3.13.2)的100 mL 容量瓶中,用水调至约50 mL,以下按5.3.3.2和5.3.3.3进行。将部分溶液移入1 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长640 nm 处测量其吸光度。以氮量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按下式计算氮的百分含量:

$$N(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中:  $V_1$ ——分取试液体积, mL;

$V$ ——试液总体积, mL;

$m_1$ ——从工作曲线上查得的氮量, g;

$m$ ——试样量, g。

## 7 精密度

本标准的精密度是在1988年选择6个水平由13个实验室共同试验结果确定的。精密度见表2。

表 2

水平范围, % (m/m)	重复性 $r$	再现性 $R$
0.001 0~0.020	$r = 0.000\ 185\ 1 + 0.087\ 47m$	$R = 0.000\ 390\ 5 + 0.107\ 9m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A  
精密度试验原始数据  
(补充件)

水 平 实 验 室	1	2	3	4	5	6
1	0.000 8	0.002 4	0.004 5	0.004 9	0.006 3	0.017 2
	0.000 9	0.002 6	0.004 8	0.004 7	0.006 5	0.018 4
2	0.000 5	0.002 4	0.004 1	0.004 7	0.005 8	0.016 8
	0.000 6	0.002 8	0.003 8	0.004 7	0.006 2	0.018 6
3	0.000 5	0.002 5	0.004 4	0.005 1	0.006 3	0.017 8
	0.000 4	0.002 4	0.004 4	0.004 3	0.005 9	0.017 3
4	0.000 6	0.002 3	0.004 2	0.004 7	0.006 0	0.017 2
	0.000 4	0.002 0	0.004 0	0.004 2	0.006 1	0.018 2
5	0.000 2	0.003 2	0.003 9	0.004 9	0.006 0	0.015 3
	0.000 2	0.003 1	0.004 1	0.004 6	0.006 0	0.016 2
6	0.000 8	0.002 4	0.003 6	0.004 6	0.006 0	0.016 0
	0.000 9	0.002 4	0.003 2	0.005 0	0.006 0	0.016 4
7	0.000 5	0.002 1	0.003 5	0.004 3	0.006 3	0.016 3
	0.000 6	0.001 9	0.003 6	0.004 8	0.006 3	0.016 6
8	0.000 4	0.002 5	0.003 7	0.005 9	0.006 9	0.016 0
	0.000 3	0.002 5	0.004 3	0.005 7	0.007 0	0.017 6
9	0.000 5	0.002 4	0.004 0	0.005 0	0.006 2	0.018 0
	0.000 6	0.002 5	0.004 2	0.005 2	0.006 2	0.017 8
10	0.000 4	0.002 4	0.004 0	0.004 7	0.006 0	0.016 8
	0.000 5	0.002 3	0.003 9	0.004 6	0.005 9	0.016 6
11	0.000 5	0.002 6	0.004 0	0.004 7	0.006 0	0.015 0
	0.000 7	0.002 2	0.003 8	0.004 4	0.006 0	0.016 0
12	0.000 7	0.002 4	0.003 2	0.005 1	0.006 4	0.014 4
	0.000 8	0.002 6	0.003 6	0.004 8	0.006 6	
13	0.000 6	0.002 3	0.004 0	0.004 6	0.006 1	0.017 2
	0.000 6	0.002 5	0.003 8	0.004 5	0.005 9	0.016 8

**附加说明：**

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准主要起草人杜书琛、曲桂贞。

本标准水平等级标记 GB 223.37—89 I。