中华人民共和国国家标准

UDC 669.27:543
.42:546.17

GB 4324.26—84

钨化学分析方法 奈氏试剂光度法测定氮量

**Methods for chemical analysis of tungsten
The Nessler reagent photometric method for the determination of nitrogen content**

本标准适用于钨粉、钨条中氮量的测定。测定范围：0.0010～0.0050%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样在带有空气冷凝装置的磨口溶样瓶中，以硫酸钾、硫酸加热分解，然后移至凯氏原理制成的蒸馏器中，加氢氧化钠蒸馏，用稀硫酸吸收，奈氏试剂显色测定。

2 试剂

2.1 硫酸钾。

2.2 硫酸（比重1.84），优级纯。

2.3 硫酸（1 + 1）。

2.4 硫酸吸收液：于1000ml无氨蒸馏水中加入1 ml硫酸（2.2）。

2.5 氢氧化钠溶液（50%）：于1000ml锥形瓶中，加800ml水、400g氢氧化钠，溶解后混匀，煮沸，使溶液浓缩至800ml。

2.6 奈氏试剂

2.6.1 称取100g碘化汞和70g碘化钾，溶于100ml水中。

2.6.2 称取160g氢氧化钠溶于700ml水中，冷至室温。

2.6.3 将溶液（2.6.1）在不断搅拌下，慢慢倒入溶液（2.6.2）中，用水稀释至1000ml，贮于棕色瓶中，放置1周后取清液使用。

2.7 氮标准溶液

2.7.1 称取4.7190g无水硫酸铵（优级纯）或3.8190g无水氯化铵（优级纯），置于烧杯中，用水溶解，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1.0mg氮。

2.7.2 移取10.00ml氮标准溶液（2.7.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.01mg氮。

2.8 无氨蒸馏水：于10000ml蒸馏水中，加15ml硫酸（2.2）、20ml高锰酸钾溶液（4%），混匀，进行蒸馏（本方法均用此水）。

2.9 锌粒。

3 仪器

3.1 溶样瓶，见图1。

3.2 蒸馏装置，见图2。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

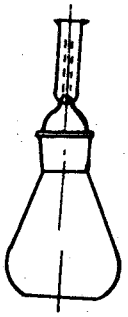

图 1　溶样瓶

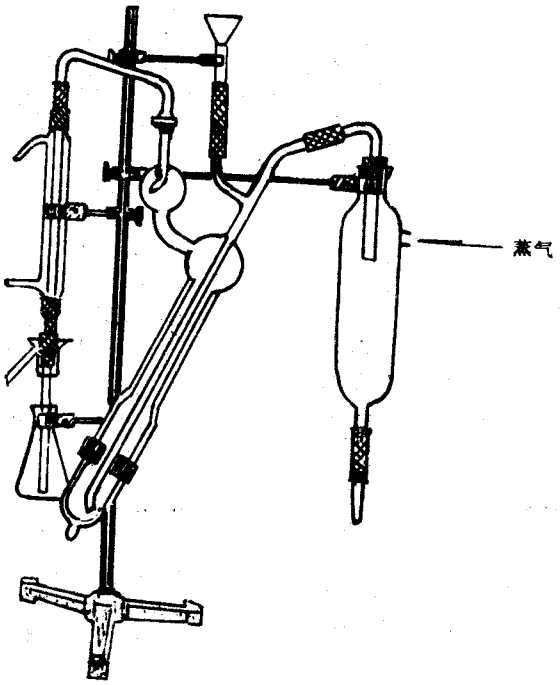

图 2　蒸馏装置

4　试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

5　分析步骤

5.1　测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

5.2　试样量

称取1.000g试样。

5.3　空白试验

随同试样做空白试验。

5.4　测定

5.4.1 将试样（5.2）置于250ml溶样瓶中，加入6g硫酸钾（2.1）、10ml硫酸（2.2），加热至试样溶解，冷却，用水冲洗瓶塞和瓶壁。

5.4.2 将溶液移入蒸馏瓶中，加入50ml氢氧化钠溶液（2.5），用水稀释至200ml。连接好蒸馏装置。

5.4.3 送入蒸气进行蒸馏，蒸馏液收集于预先盛有10ml硫酸吸收液（2.4）的50ml比色管中，蒸馏至吸收液体积约为45ml。

5.4.4 取下比色管，加入1ml奈氏试剂（2.6.3）用水稀释至刻度，混匀，放置10min。

5.4.5 将部分溶液移入3cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长420nm处，测量其吸光度。

5.4.6 减去随同试样所做空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的氮量。

5.5 工作曲线的绘制

于一组50ml比色管中，加入10ml硫酸吸收液（2.4），然后分别加入0.00，0.50，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00ml氮标准溶液（2.7.2），用水稀释至45ml，加入1ml奈氏试剂（2.6.3），用水稀释至刻度，混匀，放置10min。以下按5.4.5款进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。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：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的氮量，g；

m——试样量，g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

%

氮　　量	允　许　差
0.0010～0.0020	0.0005
>0.0020～0.0050	0.0007

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人陈国华、陈福娟。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 895—77《钨化学分析方法》作废。