



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.23—92

---

## 锆及锆合金化学分析方法 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量

Zirconium and zirconium alloys—Determination of  
nitrogen content—Distillation-nessler reagent spectro-  
photometric method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 锆及锆合金化学分析方法

### 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量

GB/T 13747.23-92

Zirconium and zirconium alloys—Determination of  
nitrogen content—Distillation-nessler reagent spectro-  
photometric method

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中氮含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中氮含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.020%。

#### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

#### 3 方法原理

试料用氢氟酸溶解,在强碱性介质中氮以氨的形式蒸馏分离,与奈斯勒试剂形成有色络合物,于分光光度计波长 420nm 处测量其吸光度。

#### 4 试剂

4.1 氢氟酸( $\rho$ 1.15g/mL),优级纯。

4.2 过氧化氢( $\rho$ 1.10g/mL)。

4.3 硼酸饱和溶液,优级纯。

4.4 硫酸[ $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01\text{mol/L}$ ],优级纯。

4.5 氢氧化钠溶液(500g/L):称取 500g 氢氧化钠(优级纯)溶于约 800mL 水中,加入约 0.5g 锌粒,加热煮沸 10min。冷却后以水稀释至 1 000mL 体积,混匀,贮存于塑料瓶中。

4.6 奈斯勒试剂:称取 150g 氢氧化钾(优级纯)溶于 700mL 水中,冷却。将 40g 碘化钾溶于 200mL 水中,加入 50g 碘化汞,搅拌使完全溶解。然后将两种溶液合并于 1 000mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混匀,贮存于棕色瓶中。静置使沉淀物沉降后,使用上层澄清溶液。

4.7 氮标准贮存溶液:称取 3.819 0g 经 105℃ 烘干 1h 并冷却至室温的氯化铵,溶于水,移入 1 000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 1mg 氮。

4.8 氮标准溶液:移取 50.0mL 氮标准贮存溶液(4.7)于 500mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu\text{g}$  氮。