



中华人民共和国国家标准

GB 10267.5—88

金属钙分析方法 蒸馏-奈斯勒试剂光度法测定氮

Method for analysis of calcium metal—
The determination of nitrogen by distillation—
Nessler reagent photometric method

1988-12-30 发布

1989-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

金属钙分析方法
蒸馏-奈斯勒试剂光度法测定氮

UDC 669.891
:543.06

GB 10267.5-88

Method for analysis of calcium metal—
The determination of nitrogen by distillation—
Nessler reagent photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准叙述了金属钙中氮的测定范围、原理，并规定了分析步骤、计算结果及方法精密度。
本标准适用于金属钙产品中氮的测定，测定范围：50~4 500 μg/g。

2 方法提要

试样用盐酸(1+1)溶解，转入蒸馏器中，加入氢氧化钠溶液进行水蒸气蒸馏，用稀硫酸吸收，再向蒸出溶液加入奈斯勒试剂显色，然后在分光光度计上440 nm处，测定其吸光度。

3 试剂

3.1 本标准所用试剂除注明者外均为分析纯。

3.2 水为无氨水：在10L去离子水中，加入5 mL浓硫酸，混匀，进行蒸馏。

3.3 氢氧化钠 40% (m/V)。

3.4 盐酸(1+1) 密度1.19 g/cm³。

3.5 硫酸(0.005 M) 密度1.84 g/cm³。

3.6 奈斯勒试剂。

3.6.1 称取35 g碘化钾，以水溶解，稀释至100 mL。

3.6.2 称取17 g氯化汞，以水溶解，稀释至300 mL。

3.6.3 称取120 g氢氧化钠，以水溶解，稀释至600 mL。

在不断搅拌下，将氯化汞溶液缓慢地倒入碘化钾溶液中，待出现红色沉淀不消失时为止。将氢氧化钠(3.6.3)溶液全部加入，摇匀，放置3~5天，倾倒入上层清液于棕色瓶中，放在暗处备用。

3.7 氮的标准溶液

准确称取优级纯的氯化铵1.909 5 g，以水溶解，移至500 mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀，此溶液为1 mg/mL的氮，进一步稀释到20 μg/mL。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 蒸馏装置见图。