



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.7—1996

---

## 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量

Sponge titanium, titanium and titanium alloys—  
Determination of nitrogen content—Distillation—  
Nessler reagent spectrophotometric method

1996-11-04 发布

1997-04-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量

GB/T 4698.7—1996

代替 GB 3829.4—83  
GB 4698.7—84

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of nitrogen content—Distillation—  
Nessler reagent spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛、钛及钛合金中氮含量的测定方法。

本标准适用于海绵钛、钛及钛合金中氮含量的测定。测定范围:0.008%~0.10%。

### 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

GB/T 14265 金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则

### 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 420 nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

4.1 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/ml),优级纯。

4.2 过氧化氢( $\rho$ 1.10 g/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(500 g/L):称取 500 g 氢氧化钠(优级纯)置于 1 000 ml 烧杯中,加入 800 ml 水溶解。加入 0.5 g 锌粒,加热煮沸 10 min,冷却,以水稀释至 1 000 ml,混匀。贮存于塑料瓶中。

4.6 奈斯勒试剂:移取 150 g 氢氧化钾(优级纯)置于 1 000 ml 烧杯中,加入 700 ml 水溶解,冷却。将 40 g 碘化钾置于 250 ml 烧杯中,加 200 ml 水、50 g 碘化汞,搅拌溶解。将两种溶液合并于 1 000 ml 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于棕色瓶中。静置,使沉淀物沉降,使用上层澄清溶液。

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

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