



中华人民共和国国家标准

GB/T 23835.12—2009



2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 23835《无水高氯酸锂》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：无水高氯酸钾技术要求；
- 第 2 部分：高氯酸锂含量的测定；
- 第 3 部分：水分的测定；
- 第 4 部分：水不溶物含量的测定；
- 第 5 部分：氯化物含量的测定；
- 第 6 部分：氯酸盐含量的测定；
- 第 7 部分：硫酸盐含量的测定；
- 第 8 部分：钾和钠含量的测定；
- 第 9 部分：钙含量的测定；
- 第 10 部分：铁含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：总氮含量的测定；
- 第 13 部分：澄清度的测定。

本部分为 GB/T 23835 的第 12 部分。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本部分主要起草单位：新疆有色金属研究所、中海油天津化工研究设计院。

本部分主要起草人：关玉珍、王宏川、支红军、陆思伟。

本部分为首次发布。

无水高氯酸锂

第 12 部分：总氮含量的测定

1 范围

本部分规定了无水高氯酸锂中总氮测定方法的原理、安全提示、一般规定、试剂、仪器、设备、分析步骤和结果计算。

本部分适用于无水高氯酸锂中氮(包括硝酸盐、亚硝酸盐及铵盐)总量的测定。检测范围为 $0.05\ \mu\text{g/mL} \sim 0.8\ \mu\text{g/mL}$ (以 N 计)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 23835 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 原理

在碱性溶液中,定氮合金可将试样中的硝酸盐、亚硝酸盐还原为氨或铵。将氨从碱性溶液中蒸出后,可用纳氏试剂比色法测定总氮量。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5 一般规定

本部分所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的二级水。试验中所需标准滴定溶液、试剂和制品,在没有注明其他要求时均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

6 试剂

6.1 无氨水;

6.2 定氮合金(Cu:50%、Al:45%、Zn:5%):细度不大于 0.85 mm;

6.3 硫酸溶液:0.5%;

6.4 氢氧化钠溶液:320 g/L;

6.5 氮标准贮备溶液:1 mL 溶液含氮(N)0.10 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氮标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.6 氮标准溶液:1 mL 溶液含氮(N)0.010 mg;

用移液管移取 10 mL 氮标准溶液 I,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.7 纳氏试剂。

7 仪器、设备

7.1 分光光度计:带有厚度为 3 cm 比色皿;

7.2 比色管:100 mL;

7.3 蒸馏仪器:如图 1 或其他具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪器;

7.4 蒸馏加热装置:1 000 W~1 500 W 电炉,置于升降台架上,可自由调节高度。也可使用调温电炉或电热套或能够调节供热强度的其他形式热源。

8 分析步骤

8.1 试验溶液的制备

迅速称取约 1 g 试样,精确至 0.000 1 g。转移至蒸馏烧瓶中并稀释至约 140 mL。加入定氮合金 1 g 和防爆沸颗粒,将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。在比色管中加入 5 mL 硫酸溶液,按图 1 将蒸馏装置连接好。

通过蒸馏装置的分液漏斗加入 5 mL 氢氧化钠溶液,在溶液将流尽时分次加入 10 mL~15 mL 水冲洗漏斗,剩 3 mL~5 mL 水时关闭活塞。静置 1 min 后,开通冷却水,同时开启加热装置,沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度,避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出 75 mL 馏出液后结束蒸馏,将比色管中馏出液全部转移至 100 mL 容量瓶中,并调节试验溶液 pH 值约为 7,用水稀释至刻度,摇匀。

注:调节试验溶液 pH 值时,不能使用含硝酸根、亚硝酸根和铵离子的溶液。

8.2 空白试验溶液的制备

制备试验溶液的同时,除不加试样外,以同样试剂、同样用量和同一方法制备空白试验溶液,稀释至同体积。

8.3 工作曲线的绘制

8.3.1 系列氮标准工作溶液的配制

在每一次测定之前,在 5 个 100 mL 容量瓶中分别移入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 氮标准溶液,配制氮标准工作溶液。

8.3.2 吸光度测量

在氮标准溶液中加水至约 75 mL,加 3 mL 氢氧化钠溶液及 2 mL 纳氏试剂,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后,在 420 nm 波长处,选用 1 cm 或 3 cm 的比色皿。以水做参比,测量吸光度。

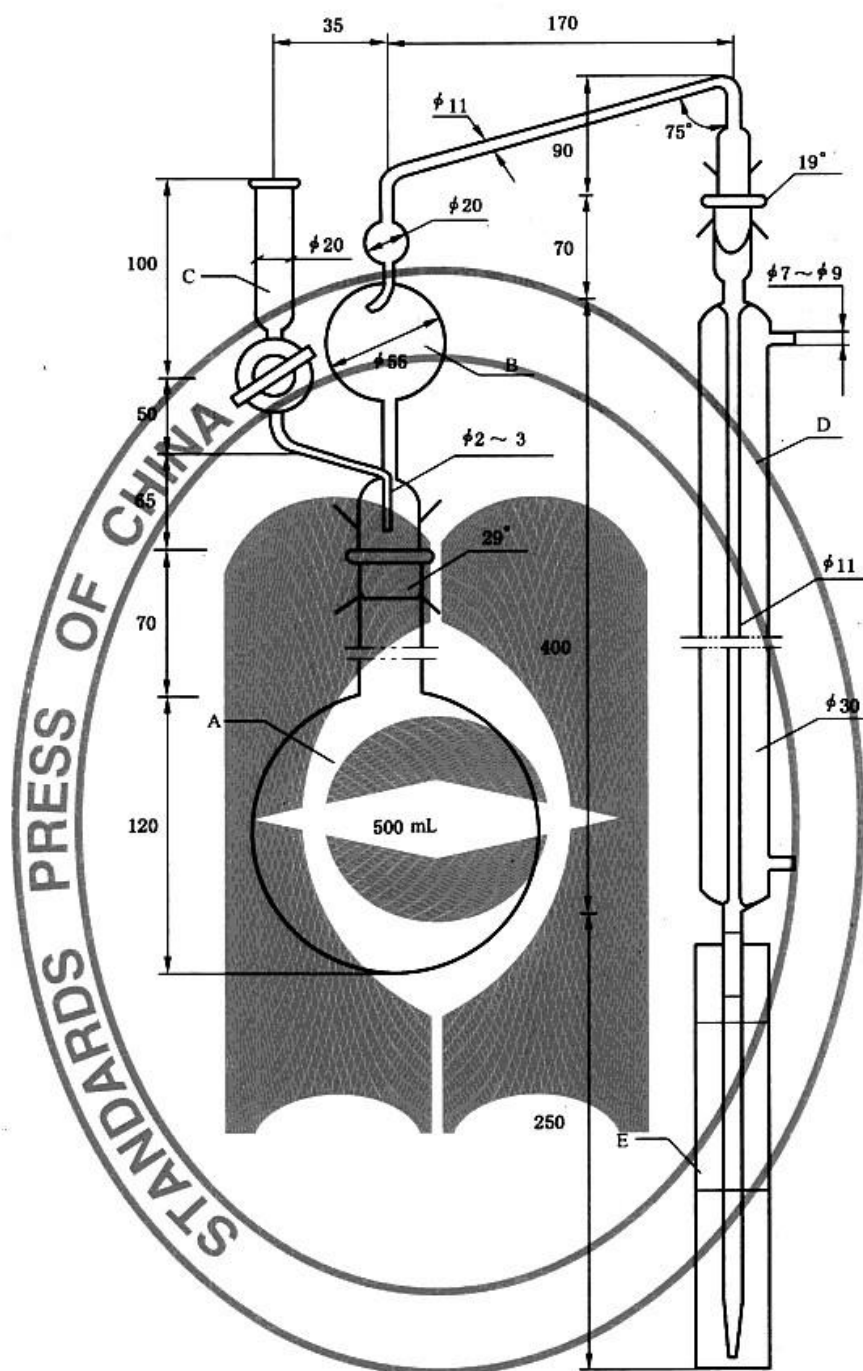
8.3.3 曲线绘制

从每个标准参比液的吸光度值中减去试剂空白溶液的吸光度值,以氮质量为横坐标,吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

8.4 测定

用移液管移取适量试验溶液(含氮少于 200 μg)和空白试验溶液,以下按 8.3.2,从“加水至约 75 mL,……”开始进行操作,测得其吸收值。从试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度后,在工作曲线上查出试验溶液中氮的质量。

单位为毫米



- A——蒸馏瓶；
 B——防溅球管；
 C——滴液漏斗；
 D——冷凝管；
 E——100 mL 比色管。

图 1 蒸馏仪器图

9 结果计算

总氮含量以氮(N)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times V/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——8.4 中移取试验溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中氮的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中氮的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。