

# 凯氏定氮仪测定氮化铝中氮的含量

## 1 前言

氮化铝（AlN）共价键化合物，是原子晶体，属类金刚石氮化物、六方晶系，纤锌矿型的晶体结构，无毒，呈白色或灰白色，是一种综合性能优异的先进陶瓷材料，是一种被国内外专家一致看好的新型封装材料，也是目前公认的最有发展前途的高热导陶瓷材料。广泛应用于纯铁、铝以及铝合金的熔炼。氮化铝中氮的含量可以反映出氮化铝的纯度。氮化铝粉末在热的浓磷酸中分解速度快，加入部分硫酸可除去样品中少量碳，因此，本实验选用 1:1 浓磷硫混酸加热分解样品。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

K1160/K1100F 全自动凯氏定氮仪；SH420F 石墨消解仪；分析天平。

### 2.2 试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠，磷酸（分析纯）

## 3 实验方法

### 3.1 取样

准确称取样品 0.1g（精确值 0.1mg）左右，加入消化管，沿瓶壁慢慢加入 10.0mL 1:1 浓磷硫混酸。

### 3.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放在石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，消化过程采用曲线升温模式，设定消解参数：

阶段	温度/°C	保持/min
1	230	15
2	350	15
3	420	30

### 3.3 测试

消化完毕后，将消化管取下冷却至室温放置于定氮仪上。定氮仪设置程序如下：

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度( mol/L )
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.1028

## 4 结果与讨论

### 4.1 实验结果

名称	样品重量 g	氮含量%	平均值%	RSD%
氮化铝 A	0.1274	33.166	33.164	0.193
	0.1065	33.169		
	0.1076	33.080		
	0.1047	33.124		
	0.1014	33.272		
	0.1049	33.171		

## 4.2 结论

通过实验数据可以看出，该样品测定的氮的平均值为 33.164%。以上数据显示，使用 K1100F 全自动凯氏定氮仪测定该氮化铝样品中的氮含量所得结果平行良好，RSD%小于 0.5%。

## 参考文献

[1]黄岸兵,殷名礼.氮化铝粉中氮和铝的测定[J].电子元件与材料,1989(03):29-31.

## 注意事项

氮化铝粉末在潮湿的空气和水中极易水解，应干性的保护气体下处置，保持贮藏器密封。