

## 凯氏定氮仪测定钒氮合金的氮含量

### 一、前言

钒氮合金即氮化钒，钒氮合金是一种新型合金添加剂，可以替代钒铁用于微合金化钢的生产。氮化钒添加于钢中能提高钢的强度、韧性、延展性及抗热疲劳性等综合机械性能，并使钢具有良好的可焊性。在达到相同强度下，添加氮化钒节约钒加入量 30-40%，进而降低了成本。本实验参照《GB/T 20567 钒氮合金》使用凯氏定氮法对钒氮合金中的氮含量进行测定。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

#### 2.2、试剂

硫酸（分析纯），磷酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠溶液，0.1mol/L 硫酸标准滴定液

### 三、实验方法

#### 3.1、样品制备

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）加入消化管，沿消化管壁加入浓硫酸 10mL，磷酸 7mL。

#### 3.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，不盖排废罩，设定消解仪参数如表 1 所示：

表 1 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	330℃	60min
2	冷却	20min

#### 3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。检查定氮仪各试剂是否充足，同时做仪器空白，待仪器空白稳定后，可将消解好的样品上机测试。定氮仪参数设置如表 2 所示：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	40mL	5min	100%	-	0.1000mol/L

## 四、结果与讨论

### 4.1、实验结果

实验选取的钒氮合金样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

样品名称	样品重量	氮含量	平均值	RSD
钒氮合金	0.1092g	9.416%	9.399%	0.14%
	0.1033g	9.389%		
	0.1079g	9.392%		

### 4.2、结论

本次测试的钒氮合金的氮含量为 9.399%、RSD 值为 0.14%，结果平行性良好。

## 五、注意事项

1、若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表中升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	330℃	60min

2、该样品消解需使用硫酸及磷酸，不需要添加催化剂。且消解过程不需要盖上排废罩。

## 参考文献

[1] GB/T 20567 钒氮合金[ S ] .