

凯氏定氮法测钒氮合金中的氮含量

1 前言

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。参照《GB/T 24583.3-2009 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法》国标对钒氮合金进行氮含量测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 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），催化剂片（分析纯无水硫酸钾 3g 和分析纯无水硫酸铜 0.2g），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠。

3 实验方法

3.1 取样

精确称取混匀样品 0.1g 左右（精确值 0.1mg），放入消化管内，然后沿消化管壁分别加入 10mL 硫酸和 7mL 磷酸。

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，设定消解参数如表 1：

表 1 消解参数设置

阶段	温度/℃	保持/min
1	230	20
2	280	60
3	300	30
4	350	30

3.3 测试

将消化管放置于凯氏定氮仪上，定氮仪参数设置如表 2：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸
25mL	30mL	75mL	5min	100%	0.0976mol/L

4 测试结果

4.1 实验结果

名称	质量 (g)	氮含量%	平均值%	RSD%
钒氮合金	0.1138	15.560	15.506	0.28
	0.1220	15.498		
	0.1260	15.454		
	0.1140	15.513		

4.2 结论

通过实验数据可以看出，测定的钒氮合金中氮的平均值为 15.506%。

以上实验数据显示 测定该钒氮合金的氮含量数据符合《GB/T 24583.3-2009 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法》要求的两次测定结果的差值≤0.45。

参考文献

- [1] GB/T 24583.3-2009 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法[S].