

凯氏定氮仪测定碳氮化钛中氮含量

一、前言

碳氮化钛 (TiCN) 是一种金属键化合物, 属于金属陶瓷材料。其外观呈灰黑色, 兼具高硬度、优良的耐磨性和良好的化学稳定性, 是一种性能突出的多功能陶瓷材料。因其较高的韧性和较低的内应力, 被广泛用于高性能切削工具、模具涂层及耐磨部件等领域。随着制备技术的不断发展, 碳氮化钛的应用已逐步扩展至装饰镀层、航天部件等高科技领域。材料中碳与氮的比例对其硬度、韧性和导电性具有决定性影响, 通常可通过控制化学气相沉积或磁控溅射工艺参数进行调控。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

K1160+K1124 全自动凯氏定氮仪、SH520 自动消解仪、分析天平等。

2.2 试剂

试剂: 甲基红、溴甲酚绿、硼酸、氢氧化钠、无水硫酸钾、五水合硫酸铜、浓硫酸、95%乙醇。

试液: 硼酸溶液 (20g/L): 称取 20g 硼酸, 加水溶解后并稀释至 1000mL;

氢氧化钠溶液 (400g/L): 称取 40g 氢氧化钠加水溶解后, 放冷, 并稀释至 100mL;

甲基红溶液 (1g/L): 称取 100mg 甲基红溶于 95%乙醇, 用 95%乙醇稀释至 100mL;

溴甲酚绿溶液 (1g/L): 称取 100mg 溴甲酚绿溶于 95%乙醇, 用 95%乙醇稀释至 100mL;

甲基红-溴甲酚绿溶液: 将甲基红试液与溴甲酚绿试液按照体积比为 1:5 进行混合。

2.3 样品

碳氮化钛一号、碳氮化钛二号

三、实验方案

3.1 样品称量

准确称取样品 0.1g (精确至 0.0001g), 转移至洁净的消化管中。

3.2 消解

向消化管中加入 4.0g 焦硫酸钾, 6mL 浓硫酸, 消解程序见下表。

表一: 消解程序

温度梯度/°C	保温时间/min
230	15
350	15
420	30

3.3 蒸馏与滴定

待消解程序完成，消化管冷却并无酸雾后，上凯氏定氮仪检测，定氮仪参数设置如下表。

表二：K1160 全自动凯氏定氮仪参数设置

滴定酸/ (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%
0.1058	30	30	40	5	100

四、测试结果

表三：样品氮含量表

名称	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/%	均值/%	精密度/%
碳氮化钛-1	3.0164	0.0523	8.1347	11.22	11.17	0.83
	3.0498		8.1836	11.13		
碳氮化钛-2	3.0822		8.4540	11.02	11.08	1.09
	3.0504		8.1214	11.14		

氮含量计算公式：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 0.0140}{m} \times 100$$

式中：X—样品中蛋白质的含量，单位为克每百克 (g/100g)；

V_1 —试液消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 —试剂空白消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积，单位为毫升 (mL)；

C—硫酸或盐酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

0.0140—氮转换系数

m—试样的质量，单位为克 (g)；

100—换算系数。

五、结论

由结果可知，K1160 全自动凯氏定氮仪可用于碳氮化钛样品中的氮含量的测试。

六、参考文献

- [1] 钟华. 化学法测定碳氮化钛中氮含量[J]. 钢铁钒钛 2005. 26(1)