

凯氏定氮仪测定氮化硅锰中氮含量

一、前言

氮化硅锰是一种重要的复合合金添加剂，在钢铁冶金工业中具有关键作用。其氮含量是衡量产品质量与性能的核心指标，直接影响钢铁材料的晶粒细化效果、强度提升及低温韧性改善。准确测定氮化硅锰中的氮含量，不仅关系到冶炼工艺的稳定性控制、合金元素的精准添加，更是保障最终钢材产品力学性能和内在质量的重要前提。随着冶金技术朝着高纯净度、高性能方向不断发展，对氮化硅锰成分控制的要求日益严格，建立快速、准确的氮含量分析方法，对于优化生产流程、降低生产成本以及推动高端钢材的研发与应用具有重要意义。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪、TANK eco、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、氢氟酸、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

氮化硅锰

三、实验方案

3.1 样品称量

准确称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部。

3.2 消解

向消解罐加入 5mL 硫酸和 5mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，置于微波消解仪，按照表一设置参数：

表一 TANK eco 微波消解仪参数设置

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	60
4	210	60

消解结束后，待消解罐冷却至 60℃ 以下，取出并转移至通风橱中缓慢打开，加入 5g 硼酸，放置在赶酸器上 180℃ 加热 30min，取下冷却，用纯水转移至凯氏定氮仪消化管中，清洗微波消解罐 2 至 3 次，洗涤液一并转移至消化管中。

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/%
氮化硅锰	0.1041	0.0572	18.0272	24.2155	24.28	0.12
	0.1017		17.7030	24.3398		

五、结论

由结果可知，该氮化硅锰的氮含量为 24.28%，允许差为 0.12%。符合相关标准中对其的要求。

六、参考文献

[1] YB/T 4239-2010 氮化硅铁