

ICS 71.100.10

CCS Q 52

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 587.15—202X

炭阳极用煅后石油焦检测方法

第15部分：总碳、氢、氮含量的测定

Calcined coke for prebaked blocks—

Part 15: Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen contents

(报批稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T 587《炭阳极用煨后石油焦检测方法》的第15部分。YS/T 587已经发布了以下部分：

- 第1部分：灰分的测定；
- 第2部分：水分的测定；
- 第3部分：挥发分含量的测定；
- 第4部分：硫含量的测定；
- 第5部分：微量元素的测定；
- 第6部分：粉末电阻率的测定；
- 第7部分：CO₂反应性的测定；
- 第8部分：空气反应性的测定；
- 第9部分：真密度的测定；
- 第10部分：振实密度的测定；
- 第11部分：颗粒稳定性的测定；
- 第12部分：粒度分布的测定；
- 第13部分：Lc（微晶尺寸）值的测定；
- 第14部分：哈氏可磨性指数（HGI）的测定；
- 第15部分：总碳、氢、氮含量的测定。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、甘肃东兴铝业有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、山西晋阳碳素有限公司、洛阳万基炭素有限公司。

本文件主要起草人：仓向辉、张树朝、于益如、马卫丹、寇帆、杨建伟、闫萍、段学良、李忠文、夏百元、邓涛子、马艳红。

引言

炭阳极用煅后石油焦是铝工业的主要原材料。在铝工业标准体系中，炭阳极用煅后石油焦检测方法系列标准是非常重要的部分，在保证炭阳极用煅后石油焦材料质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于铝用炭素材料生产、贸易结算、分析比对、电解铝生产等领域，为我国煅后石油焦工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 587 系列行业标准包含了灰分、水分、微量元素、粉末电阻率、真密度等指标的测定。

YS/T 587.15 规定炭阳极用煅后石油焦中总碳、氢、氮含量的测定。以满足目前我国炭阳极用煅后石油焦检测和质量控制的要求。

炭阳极用煅后石油焦检测方法

第 15 部分：总碳、氢、氮含量的测定

1 范围

本文件规定了炭阳极用煅后石油焦中总碳、氢、氮含量的测定。

本文件适用于测定炭阳极用煅后石油焦中的总碳、氢、氮含量，同样适用于其他炭素材料产品中相关项目的测定。测定范围为： $85.0\% \leq w_{Cd} \leq 100.0\%$ ， $w_{Hd} \leq 5.10\%$ ， $w_{Nd} \leq 1.80\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 26297.6 铝用炭素材料取样方法 第 6 部分：煅后石油焦

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.1 载气、氧气由设备制造商指定，并指定附加试剂的类型和质量。

4.2 校准材料应附有证明材料纯度的质量证书。如果证书中没有提供碳、氢或氮的检测值，则使用上述材料的纯度确定碳、氢和氮的理论值。并将纯物质储存在保持干燥状态的干燥器中，常用的校准物质及其碳、氢、氮含量见表1。

注：由于煤炭的组成在储存过程中会变化，因此不使用标煤作为校准物质，仅作为监控仪器响应变化或验证测定结果稳定性的一般内控标样使用。

表1 常用校准物质及其碳、氢、氮含量

校准物质	分子式	碳含量	氢含量	氮含量
		%		
EDTA	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	41.1	5.5	9.6
苯丙氨酸	$C_9H_{11}NO_2$	65.4	6.7	8.5
乙酰苯胺	C_8H_9NO	71.1	6.7	10.4
BBOT	$C_{26}H_{26}N_2O_2S$	72.5	6.1	6.5
高纯石墨	C	100.0	—	—

5 样品

煅后石油焦按照GB/T 26297.6取样。将15 g样品用研磨机研磨（研钵需用硬质材料碳化钨、碳化硅），直至全部通过0.15 mm标准筛，将样品置于干燥箱中于 $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ 烘干2 h，取出，贮存于干燥器中备用。

6 总碳含量的测定

6.1 原理

将试样置于红外碳硫仪的电阻炉中，在氧气流下高温燃烧，碳被氧化成二氧化碳，利用红外分析仪测定二氧化碳气体量，计算煅后石油焦中总碳含量。

6.2 仪器设备

6.2.1 红外碳硫分析仪：满足测量精度要求，电阻炉炉温能保持在 $1350\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2 电子天平：感量 0.1 mg 。

6.3 试验步骤

6.3.1 仪器预热

按照红外碳硫分析仪（6.2.1）说明书调节氧气及其他载气压力或流量，使仪器稳定运行 2 h 以上。

6.3.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3.3 空白试验

将空坩埚放入红外碳硫分析仪（6.2.1）的电阻炉中，于 $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行空白试验，空白碳含量不超过 0.005% 。若达不到要求，需预先将空坩埚置于 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 30 min，冷却后备用。

6.3.4 校正

用表 1 中所列校准物质对仪器进行多点或单点校正，拟合校准曲线，进行参数校正。校正后，取另一不同的校准物质进行测定，若测定结果在精密度范围内可进行样品测定；否则需重新校正，直至达到要求。

6.4 测定

称取 $0.2\text{ g} \sim 0.3\text{ g}$ 样品(5)置于坩埚中，精确至 0.1 mg 。将坩埚放入电阻炉中，于 $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行试验测定样品的碳含量，记录测定结果。

6.5 试验数据处理

按公式（1）计算干基试样总碳含量 w_{Cd} ，数值以%表示：

$$w_{Cd} = w_{Cad} \times \frac{100}{100 - w_{Mad}} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

w_{Cad} ——分析基（收到基）碳含量，以%表示；

w_{Mad} ——试样水分含量，以%表示。

计算结果保留到小数点后一位，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

注：下标“d”表示干基，下标“ad”表示分析(收到)基。

7 氢、氮含量的测定

7.1 原理

试样置于 900 °C~1050 °C 高温炉在氧气气氛中高温燃烧，氢和氮定量转化为水蒸气和氮氧化物。将干扰水蒸气和氮氧化物检测的其他燃烧产物消除后，通过 CHN 分析仪测定水蒸气和氮氧化物气体的含量，计算氢含量、氮含量。

7.2 仪器设备

7.2.1 CHN 分析仪：分析精度小于 6 mg，电阻炉炉温能保持在 900 °C~1050 °C。

7.2.2 电子天平：精度 0.1 mg。

7.3 试验步骤

7.3.1 仪器预热

按 CHN 分析仪(7.2.1)说明书调节氧气及其他载气的压力或流量，使仪器稳定运行 6 h 以上。

7.3.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3.3 空白试验

将空坩埚放入 CHN 分析仪(7.2.1)的电阻炉中，于 1050 °C 下进行空白试验，试验空白值不超过 0.001%。

7.3.4 校正

用表 1 中所列校准物质对仪器进行多点校正，多点校正的点数不得少于表 2 的规定，拟合校准曲线，进行参数校正。校正后，取另一不同的校准物质进行测定，若测定结果在精密度范围内可进行样品测定；否则需重新校正，直至达到要求。

表 2 多点校正最少校正点数

曲线拟合方式	校正点数
线性拟合	6
二次曲线拟合	7
乘方曲线拟合	8
三次曲线拟合	9

7.4 测定

称取 0.1 g~0.2 g 样品(5)置于坩埚中，精确至 0.1 mg。将坩埚放入电阻炉中，于 1050 °C

下进行试验测定氢含量和氮含量，记录测定结果。

7.5 试验数据处理

按公式（2）计算干基试样氢含量 w_{Hd} ，以%表示：

$$w_{Hd} = \left(w_{Had} - \frac{w_{Mad}}{8.937} \right) \times \frac{100}{100 - w_{Mad}} \dots\dots\dots(2)$$

按公式（3）计算干基试样氮含量 w_{Nd} ，以%表示：

$$w_{Nd} = w_{Nad} \times \frac{100}{100 - w_{Mad}} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

w_{Had} ——分析基（收到基）氢含量，单位为百分号（%）；

w_{Nad} ——分析基（收到基）氮含量，单位为百分号（%）；

w_{Mad} ——试样水分含量，单位为百分号（%）。

计算结果保留到小数点后两位，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

8 精密度

炭阳极用煨后石油焦中总碳含量、氢含量、氮含量的精密度应不大于表3规定的重复性限和再现性限。以大于相应精密度的情况不超过5%为前提。

表3 总碳含量、氢含量、氮含量的重复性限和再现性限

元素	范围	重复性限 r	再现性限 R
		%	
总碳	85.0~100.0	0.87	1.68
氢	≤5.10	0.10	0.25
氮	≤1.80	0.05	0.15

9 试验报告

试验报告应包含下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 测量结果及其计量单位，并注明干基或收到基；结果精确至小数点后两位；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。