

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—Testing methods—part 15:

Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen content

(ISO 29541:2010, Solid mineral fuels — Determination of total carbon,
hydrogen and nitrogen content — Instrumental method, MOD)

(送审稿)

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《炭阳极用煅后石油焦检测方法》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 质量损失法；
- 第8部分：空气反应性的测定 质量损失法；
- 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值的测定；
- 第14部分：哈氏可磨性指数（HGI）的测定。

本文件使用重新起草法修改采用ISO 29541:2010，为方便比较，在资料性附录A和附录B中列出了本文件条款和国际标准化文件的对照一览表，这些差异用垂直单线（|）标识在它们所涉及的条款的页边空白处。

本文件修改采用ISO 29541:2010时，将其目录、前言、引言及参考文献删除，并按照国内的基本情况和国外的要求增加和修改了一些规定，这些规定有：

- a) 按照中国的国情增加引言部分；
- b) 在范围中根据具体含量的不同，按照方法A,B进行分别测定；
- c) 在6.1常用校准物质中增加高纯石墨；
- d) 增加针对炭阳极用煅后石油中碳的精密度要求；
- e) 删除了原附录A中校准建议部分内容，并增加附录A本文件条款和国际标准化文件的对照一览表。

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、甘肃东兴铝业有限公司、山西亮宇炭素有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司。

本文件主要起草人：仓向辉、张树朝、李志刚、寇帆、杨建伟、白强、于易如、卢成、马艳红。

本文件为首次发布。

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、电解铝应用等领域，为我国炭阳极用煅后石油焦工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 587《炭阳极用煅后石油焦检测方法》是系列行业标准，该系列标准包含了室灰分、水分、微量元素、粉末电阻率、真密度等指标的测定。

2006年，YS/T 587首次发布了炭阳极用煅后石油焦检测方法行业标准，随着炭阳极用煅后石油焦行业分析技术的发展和生产实际需求，经过多年来持续不断的制修订工作，形成了目前比较完善的标准体系。

YS/T 587.15-202X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，本次制定后达到国内领先水平。

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。

本文件适用于炭阳极用煅后石油焦中总碳、氢、氮含量的测定，同样适用于其他炭素材料产品中相关项目的测定。

试验方法 A 适用于碳含量在 54.9%~84.7%，氢 $\leq$ 5.10%，氮 $\leq$ 1.80%范围内炭阳极用煅后石油焦的测定。

试验方法 B 适用于碳含量在 85.0%~100.0%范围内炭阳极用煅后石油焦的测定。

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 26297.6 铝用炭素材料取样方法 第 6 部分：煅后石油焦

YS/T 587.2 炭阳极用煅后石油焦检测方法 第 2 部分：水分含量的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

方法 A：炭阳极用煅后石油焦中的碳、氢和氮的测定，将样品置于一个温度范围控制在 900℃至 1050℃的高温炉内同时测定的。样品在氧气气氛中高温燃烧时，碳、氢和氮定量转化为相应的气体(CO₂、H₂O 和 NO_x)。会干扰后续气体检测的燃烧产物被移除。在检测前，氮氧化物(NO_x)还原为 N₂，通过适当的仪器检测程序测定气流中的二氧化碳、水蒸气和氮气。

方法 B：在 1350℃ 高温炉中燃烧样品用以炭阳极用煅后石油焦中的碳。燃烧气体中的 H₂O 可以分离出来，随后用红外吸收法测定 CO₂。

5 试剂及标样

5.1 试剂纯度：实验所用试剂应达到分析纯。

5.2 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。

5.3 校准材料应附有一份证明材料的纯度的质量证书。如果分析证书没有提供碳、氢或氮的检测值，则使用证书上所述的纯度确定碳、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，常用的校准物质及含量见表1。

表1 常用的校准物质及其总碳、氢和氮的含量

名称	分子式	碳	氢	氮
EDTA	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈	41.1	5.5	9.6
苯丙氨酸	C ₉ H ₁₁ NO ₂	65.4	6.7	8.5
乙酰苯胺	C ₈ H ₉ NO	71.1	6.7	10.4
BBOT	C ₂₆ H ₂₆ N ₂ O ₂ S	72.5	6.1	6.5
高纯石墨	C	100.0		

5.4 具有碳、氢和氮不确定度的标准物质煤可用作监测仪器响应变化或验证氮气结果的可接受性来使用，也可用作一般内控标样。但由于煤炭的组成在储存过程中会变化，因此不得使用标煤进行校准。

6 设备

6.1 CHN 分析仪(方法 A): 一种能够分析 6 毫克或更精确的试验仪器。它包括一个能将温度维持在 900℃至 1050℃的炉子，以确保煅后石油焦中碳、氢和氮以相应的气体形式(CO₂、H₂O 和 NO_x)的定量回收。燃烧气体中可能干扰二氧化碳、水蒸气或氮气测量的成分应被去除、分离或转换成其他气体。

6.2 红外碳硫分析仪(方法 B): 一种在分析过程中能始终保持在 1350℃温度以上的仪器，高温有助于确保焦炭的定量回收。红外吸收检测系统包括与燃烧气体中的二氧化碳准确相关的方式评估响应的规定应遵循制造商的技术要求。

6.3 电子天平: 一个独立的电子天平或与仪器配套使用的天平，感量至少 0.1mg 以上。

7 试样的制备

样品为最大尺寸小于250μm的分析样品。煅后石油焦按照GB/T 26297.6取样。将15g试样用研磨机研磨（研钵需用硬质材料碳化钨、碳化硅），直至全部通过0.15mm的筛子，将研好的样品放入烘干箱中在110℃±5℃烘干2h，贮存在干燥器中备用。

8 测试步骤

8.1 按照具体方法的要求进行空白分析，以确定燃烧和载气中的碳、氢和氮水平。这些气体中的碳、氢或氮水平相对于每种分析中最低质量的校准材料的仪器响应不应超过1%。每当载体气体或氧气供应发生变化或任何化学品被更新时，重新确定空白分析。选择75%(或更多)碳干基的调理样品，建议水分含量小于3%。对条件控制的样品进行四次测量，舍弃第一次测量结果。r为本标准的重复性，如果碳、氢或氮三种残留测定值的范围超过1.2r，则表明仪器处于不稳定状态。

8.2 CHN分析仪器(方法A)使用校准物质在900℃至1050℃进行校准。炭阳极用煅后石油焦碳含量测试(方法B)需使用纯石墨在1350℃校准仪器。

8.3 试样的称样量按照碳、氢、氮含量的高低进行选择，推荐采用50mg~300 mg。

8.4 对试样和校准物质水分含量应按照YS/T 587.2的方法进行测定，并在此后48h之内完成试样中碳、氢、氮的测定。

9 计算

按照下列公式计算试样的碳、氢和氮含量，其中下标“d”表示干基，下标“ad”表示分析(收到)基。

碳含量的计算：

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

氮含量的计算：

$$w_{Nd} = w_{Nad} \times \frac{100}{100 - w_{Mad}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

氢含量的计算：

$$w_{Hd} = \left(w_{Had} - \frac{w_{Mad}}{8.937} \right) \times \frac{100}{100 - w_{Mad}} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- w_{Cd} —干燥基碳含量，百分含量（%）；
 w_{Cad} —分析基（收到基）碳含量，百分含量（%）；
 w_{Nd} —干燥基氮含量，百分含量（%）；
 w_{Nad} —分析基（收到基）氮含量，百分含量（%）；
 w_{Hd} —干燥基氢含量，百分含量（%）；
 w_{Had} —分析基（收到基）氢含量，百分含量（%）；
 w_{Mad} —试样水分含量，百分含量（%）。

独立进行两次测试，取平均值，结果精确至0.01%。

10 精密度

表2列出了测定试样中碳、氢和氮的试验方法A的精密度要求。表3列出了测定煅后石油焦中碳含量的试验方法B的精密度要求。

表2 试样中总碳、氢和氮的重复性限和再现性限（方法A）

元素	含量范围	重复性限,r, %	再现性限,R, %
碳	54.9~85.0	0.45	1.00
氢	≤5.10	0.10	0.25
氮	≤1.80	0.05	0.15

表3 煅后石油焦中的总碳的重复性限和再现性限（方法B）

元素	含量范围	重复性限,r, %	再现性限,R, %
煅后石油焦中的总碳	85.0~100.0	0.87	1.68

11 检验报告

检验报告应包含下列内容：

- a) 本文件编号；
- b) 样品编号；
- c) 主要仪器设备型号；
- d) 检验结果，并注明干基或收到基；
- e) 与标准的任何偏离；
- f) 试验过程中任何异常现象的详细记录；
- g) 检验日期。

附录A
(资料性)

表A.1 本文件章条编号与ISO 29541:2010章条编号对照表

本文件章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5
6	6
7	7
8	8
9	9
10	10
11	11
