

# 凯氏定氮法测定针状焦中的氮含量方法改进

## 1 前言

针状焦是炭素材料中大力发展的一个优质品种，其外观为银灰色、有金属光泽的多孔固体，其结构具有明显流动纹理，孔大而少且略呈椭圆形，颗粒有较大的长宽比，有如纤维状或针状的纹理走向，是生产超高功率电极、特种炭素材料、碳纤维及其复合材料等高端炭素制品的原料。针状焦分为熟焦和生焦。熟焦是生焦经高温煅烧后的产物，生焦易于消解，参照《GB/T 19227-2008 煤中氮的测定方法》测定就能完全消解，而熟焦参照该标准并且延长消解时间，也不能完全消解，为此本文寻找新的消解方法，能很好的将熟焦消解完全，满足客户需求。

## 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），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠，过硫酸钾（优耐德引发剂（上海）有限公司）。

## 3 实验方法

### 3.1 取样

称取混合均匀的样品 0.1g 左右（精确至 0.1mg）加入消化管中，然后 10g 过硫酸钾（优耐德引发剂（上海）有限公司），0.5g 无水硫酸铜。加入浓硫酸 10ml。

### 3.2 消解参数

阶段	温度/°C	保持/min
1	230	15
2	350	15
3	420	300

表 1 消解参数设置

### 3.3 测试

待样品消解结束，上机测试。

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.0237mol/L

表 2 定氮仪参数设置

## 4 测试结果

### 4.1 实验结果

表 3 熟焦中氮含量的测试数据

编号	样品质量/g	氮含量/%	均值/%	RSD%
熟焦	0.10647	0.3957	0.393	0.508
	0.10449	0.392		
	0.10721	0.3911		
	0.10678	0.3932		

## 4.2 结论

改进后的消解方法可以把针状焦熟焦消解至澄清透明，从而满足检测需求。实验结果表明，改进后的方法可以准确的检测熟焦中的氮含量，平行性良好，可为针状焦的生产及质量控制提供帮助。

### 参考文献：

[1] GB/T 476-2001 煤的元素分析方法[S].

[2] 单长春,张秀云,刘春法, 燃烧温度对宝钢针状焦性能影响的研究[J].煤化工,2009(12)  
15-17.