

凯氏定氮仪测定钻井岩屑的氮含量

一、前言

钻井岩屑是指石油、页岩气钻井过程中地下岩石被钻头破碎后，随钻井液被带到地面上的岩石碎块。由于钻井液，特别是油基钻井液中含有大量的油类，如柴油、原油、煤焦油等。油基钻井液和钻井岩屑混合的钻井废弃物经分离处理后会得到含油钻井岩屑，含油钻井岩屑是《国家危险废物名录》(2016 版)中收录的 HW08 类危险废物，如果处理不当会对周围环境产生多种影响和危害。本实验使用凯氏定氮法对钻井岩屑中的氮含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

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，400g/L 氢氧化钠溶液，混合催化剂（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品 0.5g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 3.2g（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

3.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，不盖排废罩，设定消解仪参数如表 1 所示：

表 1 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	420℃	60min

2	冷却	20min
---	----	-------

3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。检查定氮仪各试剂是否充足，同时做仪器空白，待仪器空白稳定后，可将消解好的样品上机测试。定氮仪参数设置如表 2 所示：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	40mL	5min	100%	-	0.1000mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的钻井岩屑样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

样品名称	样品重量	氮含量	平均值	RSD
钻井岩屑	0.5034g	0.1225%	0.1228%	0.31%
	0.5368g	0.1232%		
	0.5237g	0.1226%		

4.2、结论

本次测试的钻井岩屑的氮含量为 0.1228%、RSD 值为 0.31%，结果平行性良好。

五、注意事项

若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表中升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	250℃	20min
2	420℃	80min

