



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法

Determination of total nitrogen content for fertilizers - Dumas combustion method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC105）归口。

本文件起草单位：四川省危险化学品质量监督检验所、上海化工院检测有限公司、深圳市芭田生态工程股份有限公司等。

本文件主要起草人：

肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法

1 范围

本文件规定了肥料中总氮含量的杜马斯燃烧测定方法。

本文件适用于肥料中总氮含量的测定，方法的检测限为0.1 mg。

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 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在有氧环境下，样品在燃烧管中燃烧加热（约900 °C），所生产的干扰成分被一系列适当的吸收剂去除，样品中含氮物质被定量转化成分子氮，被热导检测器检测，得到总氮含量。

5 试剂和材料

5.1 一般说明

本文件中所用试剂除另有说明外，均为分析纯试剂，或使用有仪器产商指定的具有相同纯度的试剂。

不同分析仪器所用试剂（氧化剂、还原剂、吸附剂）有所不同。

除标准物质（5.9）外，所用的各种试剂均不能含有氮。

5.2 载气

根据仪器类型选择氮气（99.99%）或二氧化碳（99.99%）。

5.3 燃烧气

氧气（99.99%）

5.4 氧化剂

根据仪器类型进行选择（氧化铜、氧化铝、氧化镁等）。

5.5 还原剂

根据仪器类型进行选择（铜、钨等）。

5.6 吸附剂

根据仪器类型进行选择（三氧化铝、五氧化二磷、固体高氯酸镁、固体碳酸钠等）。

5.7 助燃剂

非含氮糖类（蔗糖、纤维素等）。

5.8 液体吸收剂

非含氮物质（氧化镁、硅藻土等）。

5.9 标准物质

优先选用有证标准物质，如甘氨酸、EDTA、烟酸、烟酰胺、天冬氨酸等，也可使用仪器商建议或提供的其它类似标准物质，纯度不低于99%。

6 仪器与设备

6.1 杜马斯定氮仪

配有热导检测器。

6.2 分析天平

感量为0.01 mg。

6.3 样品粉碎机或研钵

根据样品特性选择。

6.4 试验筛

孔径0.2 mm-1.0 mm。

6.5 锡箔方片、无氮纸、锡囊、坩埚

采用手工包样或固体压样器制片。

采用适用杜马斯仪器的锡囊时，可根据样品量不同，选择相应规格和结构的锡囊。

采用适用杜马斯仪器的坩埚（由不锈钢、石英、陶瓷或白金制成）时，可根据样品性质不同选择不同规格和结构的小坩埚。

6.6 稳压电源

200 V~250 V。

7 分析步骤

7.1 测试方法

7.1.1 校正法

开机，根据仪器性能和样品特点设置适当的条件。燃烧温度一般为800℃~1200℃。待仪器稳定后用标准物质做四次重复测定得到日校正因子。用所得到的日校正因子对所测得的数据进行校正。

注：杜马斯仪器都带有氮的积分面积绝对氮含量校准曲线。但是，如果日校正因子的偏差大于10%，或是更换了热导检测器，应重新绘制校准曲线（参见附录C）。

7.1.2 标准曲线法

开机，根据仪器性能和样品特点设置适当的条件。燃烧温度一般为800℃~1200℃。待仪器稳定后，根据样品氮含量选择适宜的标准物质绘制标准曲线（参见附录C）。

7.2 样品准备

根据样品含氮量，准确称取50.0 mg~300.0mg样品于杜马斯仪器专用的坩埚（或锡箔方片、无氮纸、锡囊）中，待测。

注：液体样品可添加适当的吸水剂，如氧化镁等；含硝态氮样品可添加适当的助燃剂，如蔗糖等。

7.3 测定

仪器达到测定条件后，按照说明书放入待测物进行测定。根据仪器及待测物的不同，待测样品在800℃~1200℃的标准条件下进行定量燃烧。仪器自动将检测信号放大、转化，并将数据传输到外接的微处理器进行处理。

8 分析结果的表述

8.1 总氮含量

仪器自行计算给出结果，以质量分数表示。

8.2 以干基计总氮含量

总氮含量结果按式（1）计算：

$$\omega_N = \frac{\omega}{1-X_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_N ——样品中总氮含量，%；

ω ——仪器显示测试样品的总氮含量，%；

X_0 ——样品中的水分含量。

8.3 质量浓度的换算

液体肥料总氮含量 $\rho(N)$ 以质量浓度（g/L）表示，按式（2）计算：

$$\rho(N) = 10\omega_N\rho \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ ——液体试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）。

密度的测定按NY/T 887的规定执行。

结果保留到小数点后两位。

9 结果表示

以三次测量结果的算术平均值作为测定结果，结果保留小数点后两位，以%表示。

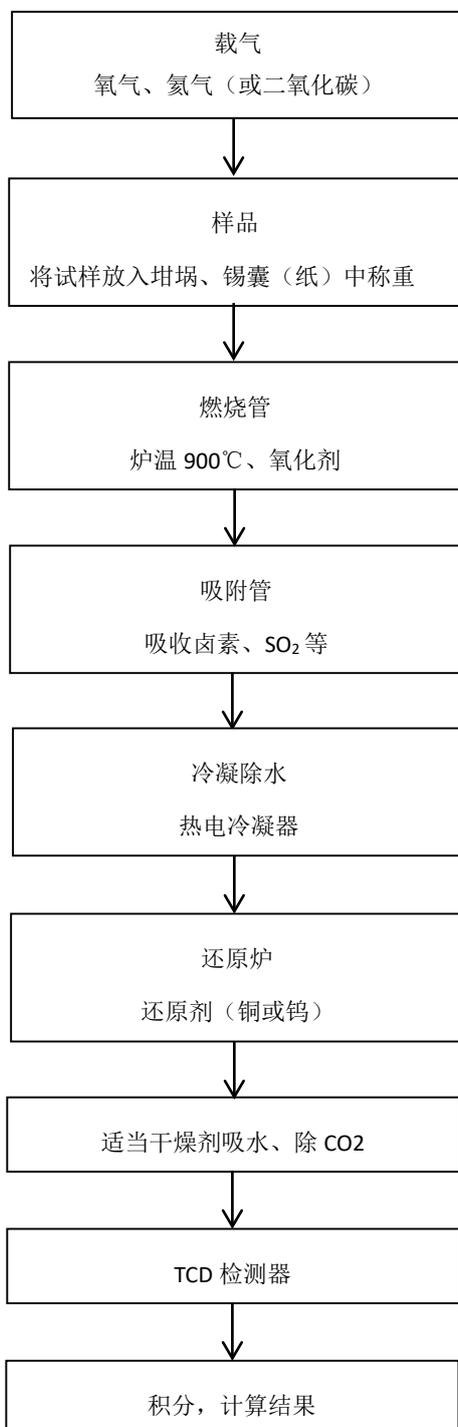
10 精密度

三次平行测定结果的相对偏差应符合表 1 的要求。

表1 测定结果允许差值

总氮（N）%	相对偏差
$N \leq 5.00$	≤ 0.1
$5.00 < N < 15.00$	≤ 0.2
≥ 15.00	≤ 0.3

附录 A
(资料性)
杜马斯仪器工作基本流程图



附录 B
(资料性)
重复性限和重现性限

B.1 表 B.1 列出了从多个实验室进行实验测定得出的重复性限和重现性限数据。

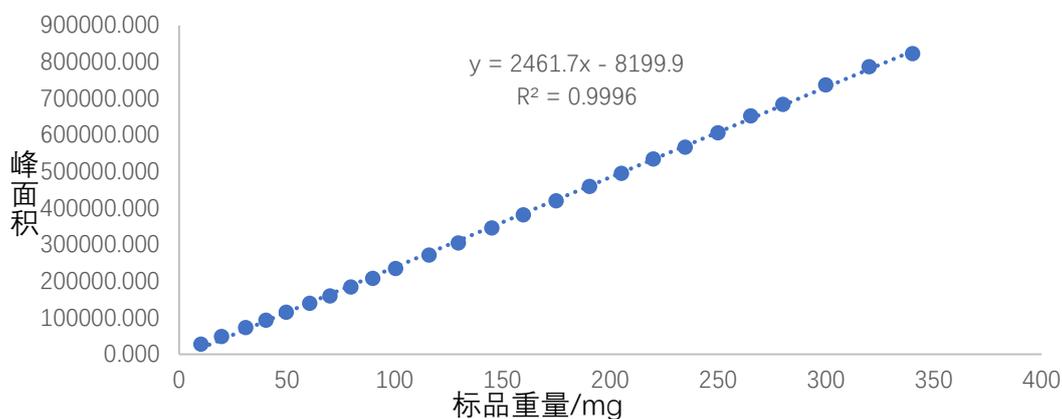
项目	复合肥料 1	复合肥料 2	复合肥料 3	复合肥料 4	有机无机 复混肥料	复合微生物肥料	生物有机肥	有机肥料	氯化铵	磷酸一铵	硝酸钾
实验室数	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
实验结果数	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17
Mean	28.03	15.73	11.70	9.19	6.27	3.84	16.12	9.80	26.32	19.09	13.64
Sr	0.098	0.059	0.086	0.031	0.122	0.048	0.051	0.060	0.435	0.074	0.122
RSD (r)	0.349	0.373	0.736	0.336	1.953	1.261	0.319	0.617	1.651	0.389	0.895
r	2.106	1.174	0.464	0.267	0.640	0.336	1.042	0.710	1.947	1.274	0.973
SR	0.752	0.419	0.166	0.095	0.228	0.120	0.372	0.253	0.695	0.455	0.348
RSD (R)	2.683	2.666	1.417	1.038	3.643	3.117	2.309	2.586	2.642	2.384	2.549
<p>注：Mean为样品总氮含量的平均值（%）； Sr为重复性的标准偏差（%）； RSD (r) 为重复性的变化系数（%）； r为重复性限（2.8 Sr）； SR为重现性标准偏差（%）； RSD (R) 为重现性的变化系数（%）； R为重现性限（2.8 SR）。</p>											

附录 C (资料性) 标准曲线绘制

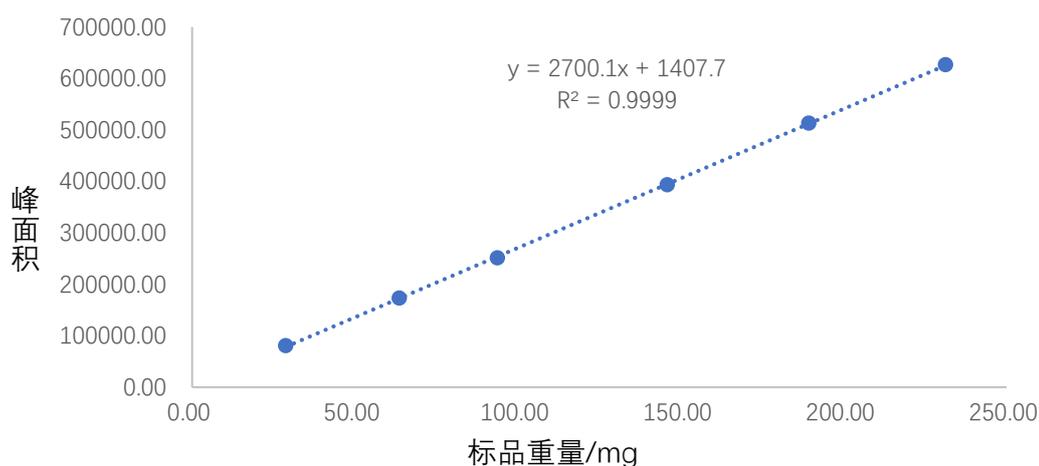
当仪器需要更换热导检测器或发生其他重大变化时，应重新做仪器校准曲线。

在仪器适当的条件下，以甘氨酸为标样，称取25个样品为一个系列，分别为10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 115, 130, 145, 160, 175, 190, 205, 220, 235, 250, 265, 280, 300, 320, 340 mg分别测定总氮量。以峰面积 (Y轴) 和对应的总氮量 (X轴) 作图 (n=25)。结果表明，在10 mg~340 mg范围内，有很好的线性关系，见图C.1。

使用标准曲线法时，根据样品氮含量选择适宜的标准物质绘制标准曲线，以甘氨酸为例，称取甘氨酸标样6个为一个系列，分别为30, 60, 90, 140, 190, 240 mg分别测定总氮量。以峰面积 (Y轴) 和对应的总氮量 (X轴) 作图 (n=6)。结果表明，在10 mg~340 mg范围内，有很好的线性关系，见图C.2。



图C.1 单点校准曲线



图C.2 甘氨酸标准曲线