



中华人民共和国国家标准

GB/T 42955—2023

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

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

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/TC 105)归口。

本文件起草单位：四川省化工质量安全检测研究院、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、山东省产品质量检验研究院、重庆建峰化工股份有限公司。

本文件主要起草人：王晓云、于秀华、谭占鳌、王婷、王伟玲、华建青、于晓菲、李哲、吴家诚、张娟、吴彦冬、李赵、张容、应贤强。

肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法

1 范围

本文件描述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。

本文件不适用于碳酸氢铵中总氮的测定。

注：当称样量为 100 mg 时，本文件的方法检出限为 0.02%。

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

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

在富氧环境下，样品在燃烧管中加热燃烧后，其中含氮物质转化为 NO_x ，所产生的干扰成分经吸收剂去除， NO_x 在还原剂的作用下，被定量转化成分子氮，经热导检测器检测，得到样品的总氮含量。

5 试剂或材料

本文件中所用试剂除另有说明外，均为不含氮的分析纯试剂。

- 5.1 氦气(He)：纯度不小于 99.99%。
- 5.2 二氧化碳(CO_2)：纯度不小于 99.99%。
- 5.3 氧气(O_2)：纯度不小于 99.99%。
- 5.4 标准物质：甘氨酸(CAS 号为 56-40-6)或天冬氨酸(CAS 号为 56-84-8)或烟酰胺(CAS 号为 98-92-0)或烟酸(CAS 号为 59-67-6)或乙二胺四乙酸(CAS 号为 60-00-4)，纯度不小于 99%。
- 5.5 助燃剂：蔗糖、纤维素等不含氮糖类试剂。
- 5.6 还原剂：铜或钨。
- 5.7 吸附剂：三氧化铝、五氧化二磷、高氯酸镁、碳酸钠。
- 5.8 吸水剂：氧化镁。

6 仪器设备

- 6.1 杜马斯定氮仪：配有热导检测器。

6.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。

6.3 样品粉碎机或研钵。

6.4 试验筛:孔径为 0.50 mm、1.00 mm,带底盘和筛盖。

7 样品制备

固体样品经缩分后,取出约 100 g,用样品粉碎机或研钵迅速磨碎至全部通过孔径 0.50 mm 试验筛(如样品潮湿,可通过孔径 1.00 mm 试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品应充分混合均匀,置于洁净、干燥容器中。

8 试验步骤

8.1 样品称量

做两份样品的平行测定。

准确称取 50 mg~300 mg(精确至 0.1 mg)按第 7 章制备的样品于杜马斯定氮仪专用的坩埚(或锡箔方片、无氮纸、锡囊)中,液体样品添加吸水剂,含硝态氮的样品应添加助燃剂。

8.2 仪器参考工作条件

仪器参考工作条件如下:

- 加热炉一级燃烧管温度 1 000 °C,二级燃烧管温度 750 °C,还原管温度 700 °C;
- 氧气减压阀的输出气压 0.30 MPa,氮气(或二氧化碳)减压阀输出气压 0.35 MPa;
- 燃烧通氧量根据仪器和样品设置,确保样品完全燃烧。

8.3 仪器校准

按仪器标准程序进行含氧空白的测定,以确保除去可能存在的可燃残留杂质以及氧气因纯度不足可能存在的氮。用标准物质(5.4)中的任意一种做重复测定得到日平均校正因子,用所得到的日平均校正因子对所测得的数据进行校正,日平均校正因子的偏差不大于 10%;或根据样品氮含量选择称取至少 5 份不同浓度的标准物质绘制工作曲线校正。

8.4 样品测定

完成仪器校准程序后,对待测样品(8.1)进行测定。

8.5 液体样品密度的测定

液体样品按 NY/T 887 描述的方法进行密度的测定。

9 试验数据处理

9.1 总氮含量

仪器直接给出结果,保留至小数点后两位,以两次测量结果的算术平均值作为测定结果,以质量分数(%)表示。

9.2 液体肥料质量浓度的换算

液体肥料总氮(N)含量 $\rho(\text{N})$ 以质量浓度(g/L)表示,按公式(1)计算:

$\rho(\text{N}) = 10w\rho$ (1)

式中：
 w ——样品中总氮的质量分数，%；
 ρ ——液体样品的密度，单位为克每毫升(g/mL)。
 计算结果保留至小数点后一位，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于附录 A 中的重复性限 r ，以大于 r 的情况不超过 5% 为前提。

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于附录 A 中的再现性限 R ，以大于 R 的情况不超过 5% 为前提。

附 录 A
(规范性)
重复性限和再现性限

表 A.1 列出了多个实验室进行试验测定得出的重复性限和再现性限数据。

表 A.1 不同种类肥料重复性限和再现性限数据

项目	有机 肥料类	有机无机 复混肥	复合 肥料	水溶 肥料	磷酸铵	氯化铵	硝酸钾	尿素硝 铵溶液
实验室数	6	6	6	6	6	6	6	2
试验结果数	18	18	18	18	18	18	18	6
s_r	0.026	0.050	0.076	0.082	0.032	0.095	0.042	0.038
RSD(r)	0.664	0.316	0.492	0.432	0.328	0.364	0.302	0.119
r	0.073	0.141	0.214	0.228	0.09	0.265	0.116	0.105
s_R	0.078	0.158	0.155	0.082	0.11	0.115	0.082	0.043
RSD(R)	1.999	0.990	0.996	0.433	1.121	0.443	0.6	0.137
R	0.219	0.443	0.433	0.229	0.307	0.323	0.231	0.122
注：s_r 为重复性标准差(%)； RSD(r)为重复性变异系数(%)； r 为重复性限($2.8 \times s_r$)； s_R 为再现性标准差(%)； RSD(R)为再现性变异系数(%)； R 为再现性限($2.8 \times s_R$)。								