

D200 杜马斯定氮仪测定尿素中的氮含量

一、前言

尿素（化学式 $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ ）作为重要的氮肥和化工原料，广泛应用于农业、医药、环保及工业合成领域。在农业中，尿素是氮肥的主要成分，其氮含量直接影响肥效和作物产量；在医药领域，尿素软膏用于皮肤保湿与疾病治疗，需严格控制纯度；工业上，尿素是电催化合成工艺的关键产物，其含量测定对催化剂性能评估至关重要，除此之外，在电厂中，尿素还可以作为脱硝还原剂使用，用于减少烟气中的氮氧化物（ NO_x ）排放。

尿素中氮含量的测定方法主要包括：

1. 凯氏定氮法：传统化学方法，适用于尿素总氮检测，但操作繁琐且需使用强酸试剂（参考《GB/T 2441.1-2008 尿素的测定方法 第1部分：总氮含量》）；
2. 分光光度法：尿素与二乙酰一肟及安替比林反应呈现黄色，在波长 460nm 处有最大吸收峰。（参考《GB/T 18204.2-2014 公共场所卫生检验方法 第2部分：化学污染物》）；
3. 杜马斯燃烧法：通过高温燃烧释放氮气进行检测，具有高通量、无化学污染等优势，符合国标《GB/T 42955-2023 肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法》。

本方案将针对 D200 杜马斯定氮仪，开发适用于尿素的标准化测试条件，验证其精密度与凯氏法的等效性，为多行业提供高效、环保的氮含量分析解决方案。

二、杜马斯定氮仪测试方案

2.1 仪器与试剂

仪器：D200 杜马斯定氮仪、十万分之一分析天平；

试剂：氧气（纯度 > 99.999 %）、二氧化碳气（纯度 > 99.999 %）、线状氧化铜、线状铜、铂催化剂、刚玉球、再生剂、银丝、L-天冬氨酸标准品（纯度 > 99 %）；

样品：固体尿素样品。

2.2 样品前处理

样品缩分后，取出约 100g，使用粉碎机或研钵迅速研磨至全部通过孔径 0.50 mm 试验筛（若样品潮湿，可使用 1.00 mm 试验筛）。研磨后样品需混合均匀，转移至洁净、干燥的容器中密封保存。

2.3 样品制备

样品称量使用的是十万分之一的天平，以 mg 为单位进行称量。

固体尿素：称取 25mg 样品，精确至 0.01mg，将样品包裹在锡箔纸中，并将锡箔纸团成紧密的样品球，放入样品盒中备用。

2.4 仪器准备

① 燃烧管及还原管按照装填工装进行准确装填。

② 一级燃烧管、二级燃烧管、还原管以及 TCD 检测器的设置温度如下表：

一级燃烧管	二级燃烧管	还原管	TCD 检测器
900℃	850℃	800℃	50℃

2.5 上机测试

将样品置于样品盘中，根据样品重量选择相应方法，开始测试。测试方法参数如下表所示：

方法名称	通氧时间	氧气流量	断氧阈值	自动归零	峰值预期	积分重启延时
25mg 尿素	70s	130 mL/min	0%	150s	130s	0s

三、凯氏定氮仪测试方案

3.1 仪器与试剂

仪器：K1160 凯氏定氮仪、SH520 自动消解仪、S403 废气吸收系统、分析天平；

试剂：混合指示剂（1g/L 甲基红乙醇溶液：1g/L 溴甲酚绿甲醇溶液=1:5）、硼酸接收液（20g/L+混合指示剂 $\rho=0.01$ ）、硫酸标准滴定溶液（0.1mol/L）、氢氧化钠溶液（400g/L）、硫酸铜；

样品：固体尿素。

3.2 样品前处理

样品缩分后，取出约 100g，使用粉碎机或研钵迅速研磨至全部通过孔径 0.50 mm 试验筛（若样品潮湿，可使用 1.00 mm 试验筛）。研磨后样品需混合均匀，转移至洁净、干燥的容器中密封保存。

3.3 样品称量

样品称量使用的是万分之一的天平，以 g 为单位进行称量。

固体尿素采用直接称量法，将称量纸置于天平并等待数值稳定后去皮，取 0.05g 尿素样品于称量纸中，等待数值稳定后记数，并将称量纸同样品一起放入消化管中。

3.4 样品消解

向样品及样品空白消化管中加入 0.2g 硫酸铜和 10mL 浓硫酸，使用 SH520 自动消解仪搭配 S403 废气吸收系统对样品进行消解，消解完成后，溶液呈现澄清透明的蓝绿色。消解程序参见下表：

阶段	消解温度/°C	保温时间/min
1	350	50
2	冷却	

3.5 样品测试

消解完成后，待样品冷却，上机测试。凯氏定氮仪参数设置参见下表。

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	滴定酸浓度	硼酸	稀释水
5min	100%	40mL	0.1047mol/L	20mL	50mL

3.6 尿素中水分的测试

如有需要可以根据《GB/T 2441.3-2010 尿素的测定方法 第3部分：水分 卡尔·费休法》测试尿素样品中的水分含量

3.7 尿素总氮含量（干基）计算公式

$$\text{总氮含量(干基)} = \frac{\text{实测氮含量(湿基)}}{1 - \text{水分含量}} \times 100\%$$

四、杜马斯定氮仪与凯氏定氮仪测试尿素中氮含量数据比对

4.1 杜马斯定氮仪测试尿素中的氮含量结果

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，固体尿素连续三天的氮含量测试结果如下表所示：

样品名称	次数	取样量/mg	氮含量/%	平均值/%	绝对差值/%
尿素	第一次	25.06	46.667	46.611	0.10
		25.06	46.642		
		25.05	46.571		
		25.12	46.564		
	第二次	25.78	46.461	46.456	0.09
		25.00	46.422		
		25.55	46.513		
		25.24	46.427		
	第三次	25.23	46.543	46.497	0.10
		25.31	46.505		
		25.57	46.443		

4.2 凯氏定氮仪测试尿素中的氮含量结果

经 K1160 全自动凯氏定氮仪分析检测，固体尿素的氮含量测试结果如下表所示：

样品名称	取样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/%	平均值/%	绝对差值/%
尿素	0.0512	0.0219	16.1782	46.2537	46.3048	0.09
	0.0502		15.8938	46.3447		
	0.0507		16.0420	46.3161		

4.3 杜马斯定氮仪及凯氏定氮仪的测试结果比对

经 D200 杜马斯定氮仪和 K1160 凯氏定氮仪分析检测，样品中的氮含量比对结果如下表所示：

K1160 凯氏定氮仪(KN)			D200 杜马斯定氮仪(DN)			数据比对
样品名称	平均值/%	绝对差值/%	N 含量/%	平均值/%	绝对差值/%	KN/DN
尿素	46.3048	0.09	46.611	46.521	0.155	0.995
			46.456			
			46.497			

《GB/T 2440-2017 尿素》标准要求，对于农业用（肥料）尿素总氮（N）的质量分数 $\geq 45\%$ 则为合格品，对于工业用（肥料）尿素总氮（N）的质量分数 $\geq 46\%$ 则为合格品。由测试结果可见，使用 K1160 凯氏定氮仪和 D200 杜马斯定氮仪测试的本批次的固体尿素均属于合格品，并且两种仪器测试结果比值为 0.995，测试结果十分接近。

五、结论

本方案通过系统优化尿素测试条件，实现杜马斯定氮仪准确测定尿素中的氮含量，将为农业、环保、工业等领域的尿素质量控制提供可靠支撑。

参考文献

- [1] GB/T 42955-2023 肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法 [S].
- [2] GB/T 2441.1-2008 尿素的测定方法 第 1 部分：总氮含量 [S].
- [3] GB/T 2440-2017 尿素 [S].
- [4] GB/T 2441.3-2010 尿素的测定方法 第 3 部分：水分 卡尔·费休法 [S].