

D200 杜马斯定氮仪测定含硝态氮肥料中的氮含量

一、前言

杜马斯定氮法作为一种高效、环保的氮含量测定技术，可广泛应用于肥料、食品及饲料样品的分析。然而，在测定硝酸钾等含硝酸盐的肥料时，其成分特性对传统杜马斯法的适用性提出了挑战。首先，硝酸钾等含有硝酸盐的样品在燃烧时易引起仪器系统压力异常，即使增加氧气通入量，仍出现氮元素释放不充分、氮含量检测值显著低于凯氏定氮法（Kjeldahl）结果，以及平行样品测试结果的精密度高于《GB/T 42955-2023 肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法》中要求的重复性限等问题。其次，硝酸钾中高含量的钾元素（碱金属）在高温燃烧过程中易对金属灰分管造成腐蚀，需频繁更换金属燃烧管，进而提高单次测试成本。

针对上述问题，本研究通过实验优化提出改进方案：在样品称量阶段按 1:1 比例添加蔗糖作为助燃剂，结合陶瓷灰分管的使用，可显著提升燃烧效率并降低单次测试成本。经对比验证，优化后的方法使硝酸钾中氮含量检测结果与凯氏法趋于一致，相对偏差小于 3%，满足实际检测需求。本方案为硝酸钾及类似含硝酸盐、碱金属样品的氮含量测定提供了可靠的技术参考，同时为杜马斯法的扩展应用积累了实践经验。

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 %）、蔗糖；

灰分管：金属灰分管、陶瓷灰分管；

样品：硝酸钾、硝铵磷肥等样品。

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。

硝酸钾：称取 100mg 样品，精确至 0.01mg，并记录称样量，然后向盛有样品的锡箔纸中按照重量比 1:1 的比例加入蔗糖。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。

硝铵磷肥：称取 50mg 样品，精确至 0.01mg，并记录称样量，然后向盛有样品的锡箔纸中按照重量比 1:1 的比例加入蔗糖。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 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
100mg 硝酸钾(1:1 蔗糖)	75s	220 mL/min	0%	145s	130s	0s
50mg 硝铵磷肥(1:1 蔗糖)	80s	150 mL/min	0%	140s	130s	0s

三、实验数据

3.1 验证蔗糖对硝酸钾及硝铵磷肥中氮含量的测定具有提高氮含量测试结果及精密度的作用

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，向样品中添加或不添加蔗糖测试样品中的氮含量如下表所示：

样品名称	称样量/mg	N 含量/%	平均值/%	绝对差值/%	是否合格
硝酸钾	100.12	12.910	13.09	0.36	不合格
	100.13	13.090			
	100.08	13.266			
硝铵磷肥	49.74	31.029	31.06	0.22	不合格
	50.79	31.087			
	51.85	30.863			
硝酸钾 (1:1 蔗糖)	100.18	13.970	13.98	0.02	合格
	100.04	13.989			
	100.17	13.982			
硝铵磷肥 (1:1 蔗糖)	50.34	31.826	31.78	0.16	合格
	50.58	31.739			
	49.99	31.902			

备注：当硝酸钾平行样品的绝对差值小于 0.116%，硝铵磷肥平行样品的绝对差值小于 0.214%时符合

《GB/T 42955-2023 肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法》中对硝酸钾和复合肥料的重复性限的要求，因此判定为测试结果合格，否则为不合格。

经上表对比可以发现，向含有硝酸盐类的肥料中按照 1:1 的比例添加蔗糖有助于提高氮含量测试结果、提高测试结果的平行性。

3.2 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	N 含量/%	平均值/%	绝对差值/%	N 含量/%	平均值/%	绝对差值/%	KN/DN
硝酸钾	13.86	13.84	0.03	13.970	13.98	0.02	0.99
	13.85			13.989			
	13.83			13.982			
硝铵磷肥	32.01	31.88	0.27	31.826	31.78	0.163	1.00
	31.74			31.739			
	31.88			31.902			

经上表对比可以发现，使用凯氏定氮仪测试含硝态氮的肥料样品与按照 1:1 的比例添加蔗糖后使用杜马斯定氮仪进行测试的结果比值在 0.98~1.01 之前，结果十分接近。

3.3 验证金属灰分管与陶瓷灰分管在测试硝酸钾样品上的区别

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，使用不同的灰分管测试样品中的氮含量如下表所示：

硝酸钾 (1:1 蔗糖)	使用金属灰分管测试	使用陶瓷灰分管测试
氮含量平均值/%	13.980	14.035
腐蚀说明	易被腐蚀	长时间测试外部出现轻微裂痕
灰分管换新频率	60 个样品/个	60 个样品/个
价格	高	低

经上表对比可以发现，使用金属灰分管与使用陶瓷灰分管测试硝酸钾中的氮含量时，测试结果没有明显差别，然而陶瓷灰分管具有抗碱金属腐蚀和价格低等优势，因此陶瓷灰分管更适用于硝酸钾样品测试。

3.4 验证一级燃烧管中装填刚玉球对硝酸钾测试结果的影响

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，一级燃烧管中是否装填氧化铜测试样品中的氮含量如下表所示：

硝酸钾 (1:1 蔗糖, 陶瓷灰分管)	一级燃烧管装填氧化铜	一级燃烧管只装填刚玉球
氮含量平均值/%	13.955	14.035

经上表对比可以发现，一级燃烧管中是否装填氧化铜对硝酸钾中氮含量的测试结果没有影响，因此如果相关客户有使用 D200 杜马斯定氮仪连续测试不同肥料样品中氮含量的需求时，为避免客户反复更换一级燃烧管，在测试硝酸钾样品和含氯肥料（Cl>3%）时，一级燃烧管可以均只装填刚玉球。

四、实验结论

本研究经对硝酸钾和硝铵磷肥样品的测试方案进行优化，总结出以下测试方案：

样品名称	一级燃烧管	灰分管	是否添加蔗糖	是否加装净化管	测试方法名称
硝酸钾	可只装填刚玉球	陶瓷灰分管	按照 1:1 添加蔗糖	可不加装	100mg 硝酸钾
硝铵磷肥	可只装填刚玉球	金属灰分管/ 陶瓷灰分管	按照 1:1 添加蔗糖	必须（除磷）	50mg 硝铵磷肥

总而言之，对于硝酸盐类的肥料，在使用 D200 杜马斯定氮仪进行氮含量的测定时，建议在样品称量阶段按 1:1 比例添加蔗糖作为助燃剂，可显著提高氮含量测试结果、提高测试结果的平行性。对于含有碱金属的肥料而言，在使用 D200 杜马斯定氮仪进行氮含量的测定时，建议使用陶瓷灰分管，降低单次样品测试成本。

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 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法 [S].