

D200 杜马斯定氮仪测定液体肥料中的氮含量

一、前言

液体肥料，通常指将植物所需的氮、磷、钾等大量元素及中微量元素溶于水而形成的均一溶液或悬浮液。其组分复杂，除含有铵态氮、硝态氮、尿素态氮等不同形态氮源外，常伴随氯、磷、硫、钠等元素，这对氮含量的准确测定提出了特定要求。

由于液体肥料中亦含有一定的氯和磷元素，因此《D200 杜马斯定氮仪测定含氯、磷肥料中的氮含量》所建立的基础方法体系适用于液体肥料中氮含量的测定。然而，液体样品在取样方式、载体选择及结果计算上与固体样品存在一定差异。

为此，特制定本方案，探讨 D200 杜马斯定氮仪在测定液体肥料中的具体应用。同时，方案将对比杜马斯燃烧法与凯氏定氮法的测定结果，以期为液体肥料的质量控制提供可靠、高效的分析依据。

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：大量元素水溶肥。

2.2 样品前处理

液体肥料样品充分混匀后取样。

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。

液体肥料（水溶肥）：使用滤纸球作为液体吸附剂，先于锡箔纸中放入一颗 100mg 的滤纸球，使用 200 μ L 移液枪移取 200mg（精确至 0.01mg）左右的液体肥，等待液体被滤纸球吸附并处于非流动状态

后，将锡箔纸轻轻团成紧密的样品球，过程中避免液体样品泄露，放入样品盒备用。

备注：滤纸球吸附液体的比例为 1:2，即每 100mg 滤纸球吸附 200mg 液体。

2.4 仪器准备

在一级燃烧管和二级燃烧管之间加装“净化管”，一级燃烧管与净化管的装填方案如下表所示：

肥料	氯离子%	是否可测	耗材填充	净化管填充耗材	使用寿命
分类	未标“含氯”的产品 ($Cl \leq 3\%$)	可测	一级填充 CuO 和刚玉球	石英棉 (5g) 和银丝 (5g)	石英棉每天更换, 银丝 90 次*
	标识“含氯(低氯)”的产品 $3\% < Cl \leq 15\%$	可测	一级填充刚玉球	石英棉 (5g) 和银丝 (10g)	石英棉每天更换, 银丝 60 次*
	标识“含氯(中氯)”的产品 $15\% < Cl \leq 30\%$	可测	一级填充刚玉球	石英棉 (5g) 和银丝 (10g)	石英棉每天更换, 银丝 40 次*
	$Cl > 30\%$, 不含 P	可测	一级填充刚玉球	银丝 (10g)	银丝 20 次**

注：*以 100mg 样品进样量计算。**以 50mg 样品进样量计算。

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
100mg 液体肥料	70s	130 mL/min	0%	150s	130s	0s
200mg 液体肥料	80s	150 mL/min	0%	140s	130s	0s

2.6 液体肥料质量浓度换算

液体肥料总氮 (N) 含量 $\rho(N)$ 以质量浓度 (g/L) 表示，按以下公式计算：

$$\rho(N) = 10\omega\rho$$

ω ——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)。

三、凯氏定氮法

按照《GB/T 8572-2010 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》、《GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法》和《NY/T 1977-2010 水溶肥料总氮、磷、钾含量的测定》等标准进行对比测试。

四、实验数据

4.1 杜马斯定氮仪测试结果——水溶肥样品中的氮含量

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，样品中氮含量如下表所示：

样品名称	取样量/mg	N 含量/%	N 含量平均值/%	绝对差值%	精密度要求	是否合格
大量元素水溶肥 ($\rho=1.44\text{g/mL}$)	201.23	3.586	3.583	0.024	$\leq 0.228\%$	合格
	206.77	3.593				
	206.25	3.569				

备注：

- ① 测试水溶肥时对于 100mg 的滤纸棉球，需扣除氮空白 0.08%。
- ② 大量元素水溶肥总氮（N）含量若以质量浓度（g/L）表示则需根据“2.6 液体肥料质量浓度换算”中的公式进行计算，经计算大量元素水溶肥总氮（N）为 51.590g/L。

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，水溶肥的氮含量平行样品测试的精密度均符合《GB/T 42955-2023 肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法》中重复性限的要求。

4.2 凯氏定氮仪测试结果——水溶肥样品中的氮含量

经 K1160 全自动凯氏定氮仪分析检测，样品中氮含量如下表所示：

样品名称	称样量/g	N 含量/%	N 含量平均值/%	绝对差值/%
大量元素水溶肥 ($\rho=1.44\text{g/mL}$)	0.2049	3.58	3.56	0.02
	0.2054	3.56		

4.3 杜马斯定氮仪与凯氏定氮仪测试水溶肥结果比对

样品名称	K1160 全自动凯氏定氮仪	D200 杜马斯定氮仪	KN/DN
	N 含量平均值/% (KN)	N 含量平均值/% (DN)	
大量元素水溶肥 ($\rho=1.44\text{g/mL}$)	3.56	3.583	0.99

由上表格得知，杜马斯定氮仪与凯氏定氮仪测试水溶肥的结果比值为 0.99，结果十分接近。

五、结论

本研究针对液体肥料的特点，开发了适用于 D200 杜马斯定氮仪测试液体肥料样品的方案。实验结果表明，D200 对典型液体肥料样品的测定结果与传统凯氏定氮法高度吻合，且测试精密度均满足《GB/T 42955-2023 肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法》国标要求，验证了方法在液体基质中的准确性与可靠性。D200 杜马斯定氮仪以其全自动连续进样、无需复杂化学前处理、分析速度快、环境友好的特点，为液体肥料中总氮的快速、准确测定提供了高效解决方案，适用于各类清液型、悬浮型水溶肥及液体复合肥等产品的质量控制与生产过程监控。

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 8572-2010 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法 [S].
- [3] GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法 [S].
- [4] NY/T 1977-2010 水溶肥料总氮、磷、钾含量的测定 [S].