



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

## 杜马斯燃烧法定氮分析方法通则

General rule for determination of nitrogen content by 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)

(本草案完成时间：2024.3.30)

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。

本文件由中华人民共和国科学技术部提出。

本文件由全国仪器分析测试标准化技术委员会(SAC/TC 481)归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区辐射环境监督管理站；广西博测检测技术服务有限公司；长沙开元弘盛科技有限公司；中国计量科学研究院；广西壮族自治区分析测试研究中心；北京诺德泰科仪器仪表有限公司；海能未来技术集团股份有限公司；中国海关科学技术研究中心；济宁海关综合技术服务中心；百色市检验检测中心。

本文件主要起草人：

# 杜马斯燃烧法定氮分析方法通则

## 1 范围

本文件规定了用杜马斯定氮仪（以下简称“定氮仪”）测定氮含量的通用分析方法。  
本文件适用于杜马斯燃烧法测定样品（固体、液体）中氮元素的含量。

## 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法  
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定  
GB/T 14666 分析化学术语  
JB/T 14886 杜马斯燃烧法定氮仪

## 3 术语和定义

GB/T 14666界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 试样 sample

按产品或领域规定的样品制备方法，从每个检样、备样或大样中所制备的供测定化学成分的样品。

### 3.2 杜马斯燃烧法 Dumas Method

试样在900 °C~1 200 °C高温下燃烧，燃烧过程中产生混合气体，其中的干扰成分被吸收剂吸收，混合气体中的氮氧化物被全部还原成分子氮，其氮的含量被热导检测器检测，从而测定试样中氮的含量的方法。

## 4 原理

杜马斯燃烧法是在高温富氧环境下，试样在燃烧管中加热燃烧后，其中含氮物质转化为 $\text{NO}_x$ ，所产生的干扰成分经吸收剂除去， $\text{NO}_x$ 在还原剂的作用下，转化成分子氮，经热导检测器检测，与已知氮含量标准样品的峰面积曲线作对比，得到试样中的总氮含量。

## 5 试剂和材料

5.1 氧气 ( $\text{O}_2$ )：纯度 $>99.99\%$ 。

5.2 载气 ( $\text{CO}_2$ 、He、Ar)：纯度 $>99.99\%$ 。

5.3 标准物质：天冬氨酸 ( $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_4$ )、尿素 ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ )，纯度 $\geq 99\%$ 。或有证含氮标准物质。

- 5.4 吸附剂：硅藻土、氧化镁，纯度为分析纯及以上，或无氮高分子吸水性树脂。
- 5.5 样品包装材料：锡箔纸、锡囊、无氮塑料胶囊。

## 6 检测环境要求与安全使用条件

定氮仪应在下列条件下工作：

- 环境温度：5℃~40℃；
- 环境湿度：相对湿度不大于85%；
- 供电电源：交流电压220V±22V，频率50Hz±1Hz；
- 接地要求：可靠的接地，接地电阻不大于4Ω；
- 工作环境：具备良好的排气装置，无影响仪器性能的机械振动和冲击，无电磁干扰。

## 7 仪器和设备

### 7.1 杜马斯燃烧法定氮仪

性能、结构符合JB/T 14886杜马斯燃烧法定氮仪的规定。

7.2 电子天平：感量0.1mg。

7.3 高温电阻炉。

## 8 测定步骤

### 8.1 试样准备

按产品或领域规定的试样制备方法，从每个检样、备样或大样中所制备的供测定化学成分的试样。

### 8.2 测定

#### 8.2.1 仪器工作条件

##### 8.2.1.1 燃烧温度

900℃~1200℃。

##### 8.2.1.2 通氧量

使用前应根据不同仪器调节最佳通氧量。通氧量应控制在试样燃烧后，保留2%~8%残氧量。

##### 8.2.1.3 通氧时间

根据试样量的不同，以及试样燃烧难易程度不同调节通氧气时间，以保证样品完全燃烧。

#### 8.2.2 制作校准曲线

开机待仪器稳定后，以空白测定值为零点，依次称取10mg、25mg、50mg、100mg、150mg、200mg（精确到0.1mg）的含氮标准物质（5.3），或配制与试样氮含量相近的校准曲线，置于仪器进样盘中，按照仪器预先设定的程序进行测定，每一校准点应重复测定2次，如果2次测定结果的最大差值不超出标

准物质的允差范围,则以2次测定结果的平均值作为该校准点的测定值,以标准物质的峰面积为纵坐标,以标准物质的总氮含量值为横坐标,制作校准曲线。

### 8.2.3 校准曲线有效性核查

开机待仪器稳定后,取校准曲线中间段范围重量的含氮标准物质(5.3)做2次平行测定,根据测定结果计算校正因子,用所得到的校正因子对所测得试样的数据进行校正。如果校正因子的偏差大于10%,应重新标定绘制校准曲线。

### 8.2.4 试样测定

#### 8.2.4.1 固体试样

根据试样含氮量,称取适量的试样(精确至0.0001 g),置于锡箔纸、锡囊或无氮塑料胶囊中,包裹,放置仪器进样盘中,按照仪器预先设定的程序进行测定,同时做空白试验。

#### 8.2.4.2 液体试样

根据试样含氮量,称取适量的试样(精确至0.0001 g)或移取试样(精确至0.01 mL),置于放有适量吸附剂(5.4)的锡箔纸、锡囊或无氮塑料胶囊中,至吸附剂完全吸附液体试样,包裹成小球状,置于仪器进样盘中,按照仪器预先设定的程序进行测定。如使用硅藻土、氧化镁作为吸附剂(5.4),使用前需经800℃高温电阻炉煅烧2 h,取出冷却至室温后使用,同时做空白试验。

## 9 测定结果

读取仪器自动显示的样品测定数据,氮含量以其质量分数(%或g/100 mL)表示。

当定氮仪最终显示数为氮的毫克数时,全氮质量分数或用式(1)计算试样中氮含量:

$$\omega_N = \frac{(m_N - m_{N_0})}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega_N$ ——试样中全氮质量分数,%或g/100 mL;

$m_N$ ——定氮仪氮显示值,单位为毫克(mg);

$m_{N_0}$ ——空白试验时定氮仪氮显示值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样质量或体积,单位为毫克(mg)或毫升(mL)。

氮含量小于1%或1 g/100 mL时保留两位有效数字,大于1%或1 g/100 mL时保留三位有效数字。

## 10 结果评价

### 10.1 精密度

当试样中氮含量 $\leq$ 1%或1 g/100 mL,在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%;

当样品中氮含量 $>$ 1%或1 g/100 mL,在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的8%。

### 10.2 检出限

检出限计算方法参见附录A.

附 录 A  
(资料性)  
检出限计算方法

定义：仪器的检出限的物理含义为在一定的置信范围内能与仪器噪音相区别的最小检测信号对应的待测物质的量。连续 11 次平行测定样品空白，计算检测结果标准偏差，取 3 倍空白试验测定值的标准偏差确定测定方法的检出限，10 倍空白试验测定值的标准偏差确定方法的定量限。

例：

- (1) 连续 11 次平行测定样品空白，结果分别为 0.033%、0.042%、0.043%、0.043%、0.032%、0.043%、0.038%、0.031%、0.035%、0.027%、0.025%。
  - (2) 计算空白样品检测结果标准偏差 SD 为 0.0066%。
  - (3) 取 3 倍空白试验测定值的标准偏差确定测定方法的检出限， $3 \times SD = 3 \times 0.0066\% \approx 0.02\%$ ；10 倍空白试验测定值的标准偏差确定方法的定量限， $10 \times SD = 10 \times 0.0066\% \approx 0.07\%$ 。
-