◆分析与检测◆

杜马斯燃烧法测定硝酸钾含量

欧雄波，郭　丹

（湖南省产商品质量检验研究院，湖南 长沙　410000）

［摘　要］通过采用杜马斯燃烧法快速测定硝酸钾产品中的总氮含量从而确定硝酸钾含量，并与标准方法进行对比。不同硝酸钾产品采用杜马斯燃烧法测定得到的硝酸钾含量与标准方法基本一致，相对标准偏差为0.034～0.148%，加标回收率均在95%～105%。该方法前处理操作简单方便，准确度和精密度良好，可用于硝酸钾含量批量快速检测。

［关键词］硝酸钾；杜马斯燃烧法；总氮含量

［中图分类号］O657.99；TQ441.41　　［文献标志码］A　　［文章编号］2097-4566（2026）02-0115-03

Determination of potassium nitrate by Dumas combustion method

OU Xiongbo，GUO Dan

（*Hunan Province Commodity Quality Inspection Institute*，*Changsha* 410000，*China*）

Abstract：The content of potassium nitrate is determined by rapid determination of total nitrogen content in potassium nitrate products by Dumas combustion method，and the results are compared with standard method. The content of potassium nitrate of different products determined by Dumas combustion method is basically consistent with that measured by standard method，the relative standard deviation is 0.034% - 0.148%，and the recovery rate is in the range of 95% - 105%. The method has the advantages of simple pretreatment，convenient operation，good accuracy and precision，and can be used for the rapid and batch determination of potassium nitrate content.

Key words：potassium nitrate；Dumas combustion process；total nitrogen content

目前市场上流通的硝酸钾产品主要有农业用、工业用和化学试剂类，GB/T 1918—2021《工业硝酸钾》[1]采用测定生成的四苯硼钾质量确定硝酸钾含量，即四苯硼钾沉淀法；GB/T 20784—2018《农业用硝酸钾》[2]测定氧化钾和总氮的质量分数，从而计算出硝酸钾含量；GB/T 647—2011《化学试剂　硝酸钾》[3]通过强酸性阳离子交换树脂柱处理硝酸钾后，用氢氧化钠标准溶液滴定计算得出硝酸钾含量。这3种方法的操作步骤均较为烦琐，检测效率低。所以，当前建立一种快速的测定方法相当重要。

目前，国内已有部分关于杜马斯燃烧法测定肥料总氮含量精密度、测定效率等[4-6]方面的研究。杜马斯燃烧法也被列入行业标准NY/T 1977—2010《水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定》[7]、SN/T 3097—2012《肥料中总氮含量的测定 燃烧分析法》[8]。本文主要采用杜马斯燃烧法和四苯硼钾沉淀法分别测定硝酸钾产品中的硝酸钾含量，比较杜马斯燃烧法测定结果的准确度和精密度，探讨两种方法的优缺点，为推动杜马斯燃烧法成为测定硝酸钾含量的主要方法提供多角度的数据支持。

1　实验部分

1.1　试剂和仪器

试剂：EDTA（乙二胺四乙酸）标准物质，粉末，分析纯，氮质量分数9.58%，Alpha Resources（阿尔法资源有限责任公司）；尿素标准物质，白色结晶，质量分数99.999%，上海麦克林生化科技有限公司；无水乙醇，分析纯；甲醛，分析纯；乙酸，分析纯；氢氧化钠，分析纯；四苯硼钠，分析纯；甲基橙，分析纯；酚酞，分析纯。

仪器：杜马斯定氮仪，5E-TCN2200，长沙开元仪器有限公司；电子天平，BS224S，感量0.000 1 g，德国赛多利斯集团；电热鼓风干燥箱，天津市泰斯特仪器有限公司。

收稿日期：2024-07-25；　**修回日期**：2025-11-13

作者简介：欧雄波（1991—　），女，湖南长沙人，工程师，主要从事化工产品分析检测工作。

1.2　仪器工作条件

经实验室优化后，5E-TCN2200杜马斯定氮仪温度参数设置如下：主燃烧管950 ℃、次燃烧管850 ℃、还原炉600 ℃、储气罐50 ℃、恒温室50 ℃。

1.3　仪器方法建立与校准

（1）定义方法。在仪器中选择“定义方法”，在弹出对话框中点“新建方法”。输入方法名后点击“确定”，在后续校准样及硝酸钾样品测试中选择此方法。分析参数配置在方法里，仪器校准后，校正系数自动保存在方法中。（2）测试空白样品。在质量栏输入0.080 0 g为样品质量，添加不少于6个空白重复样，点击“开始分析”。（3）校准样测试。为保证杜马斯燃烧法测定结果的科学性、准确性，分别选取低氮含量的EDTA标准品（质量梯度60～270 mg）和高氮含量的尿素基准试剂（质量梯度30～120 mg）作线性宽度不同的标准曲线，将称量好的样品放入锡箔杯内包裹好，并将其质量输入软件测试界面；分析测试校正样品；将标准样品分析完成后，选取最后的空白与校准样对仪器进行校正，建立校准曲线。

（4）对标定的标准曲线进行反标确认。称取80 mg（精确至0.000 1 g） EDTA标准品2份，同样用专用的锡箔杯包好，待测。

1.4　样品测定

称取经四分法多次缩分后，研磨通过0.50 mm试验筛的硝酸钾样品0.1 g（精确至0.000 1 g），加入定量的蔗糖，用仪器专用的锡箔杯包好，待测。在软件界面输入样品质量等信息，对硝酸钾样品进行分析，得到测试结果。样品测定时根据样品氮含量的高低选取科学合理的标准曲线。

2　结果与讨论

2.1　杜马斯燃烧法标准曲线

采用EDTA标准品和尿素基准试剂绘制标准曲线，结果分别如图1、图2所示。

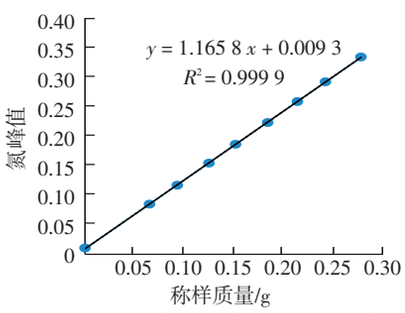

图1　杜马斯燃烧法测定EDTA的标准曲线

Fig. 1　Standard curve for EDTA determined by Dumas combustion method

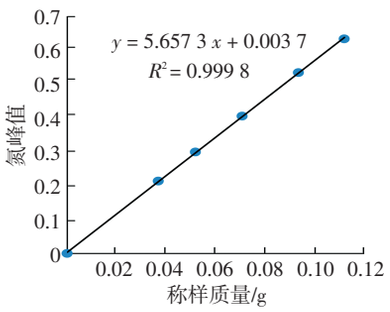

图2　杜马斯燃烧法测定尿素的标准曲线

Fig. 2　Standard curve for urea determined by Dumas combustion method

由图1、图2可知，2组标准曲线相关性均较好，相关系数R^2均在0.999以上。

2.2　杜马斯燃烧法和标准法测定结果比较

采用杜马斯燃烧法对5个随机的工业硝酸钾样品进行总氮含量测定，推算其硝酸钾的含量，并同时采用GB/T 1918—2021中四苯硼钾沉淀法对其含量进行检测，结果见表1。

表1　杜马斯燃烧法与标准方法测定结果比较

Table 1　Comparison of results between Dumas combustion method and standard method　%

样品编号	杜马斯燃烧法测定结果		标准方法测定
	w(总氮)	w(硝酸钾)	w(硝酸钾)
1	13.80	99.66	99.70
2	13.72	99.08	99.10
3	13.82	99.80	99.74
4	13.79	99.58	99.62
5	13.83	99.87	99.84

由表1可以看出，杜马斯燃烧法测定结果与标准方法一致，说明采用杜马斯燃烧法测定硝酸钾含量准确可靠。

2.3　重复性实验

分别对5种不同含量的硝酸钾产品进行3次重复性实验，并计算其标准偏差和相对标准偏差（RSD），结果见表2。由表2可以看出，对5组样品分别进行3次重复性测定，其RSD分别为0.034%、

表2　重复性实验结果

Table 2　Results of repeatability tests　%

样品编号	3次测定w(氮)			w(氮)平均值	标准偏差	RSD
	1	2	3			
1	13.80	13.80	13.79	13.80	0.004 7	0.034
2	13.74	13.69	13.72	13.72	0.020 5	0.150
3	13.84	13.79	13.82	13.82	0.020 5	0.149
4	13.79	13.76	13.82	13.79	0.024 5	0.178
5	13.83	13.85	13.80	13.83	0.020 5	0.148

0.150%、0.149%、0.178%、0.148%，说明该方法重复性良好。

2.4　加标回收实验

按照同样的实验方法对5个硝酸钾样品分别进行3个不同加标水平的加标回收实验，结果见表3。由表3可知，5种不同含量的硝酸钾样品加标回收率均在95%～105%，说明该方法具有良好的准确性。

表3　加标回收实验结果

Table 3　The results of labeling recovery test

样品编号	硝酸钾称样量/g	EDTA标准物质添加量/g	加标前 w(氮)/%	加标后 w(氮)/%	加标回收率/%
1	0.079 9	0.080 5	13.80	11.77	101.83
	0.088 5	0.081 3	13.80	11.96	103.94
	0.088 8	0.087 2	13.80	11.89	103.81
2	0.092 3	0.079 8	13.72	11.79	99.77
	0.080 2	0.080 7	13.72	11.80	103.26
	0.083 9	0.080 4	13.72	11.77	101.62
3	0.087 8	0.119 3	13.82	11.56	103.31
	0.116 7	0.091 6	13.82	11.93	99.40
	0.088 7	0.077 5	13.82	12.04	104.41
4	0.083 0	0.082 8	13.79	11.86	103.60
	0.089 8	0.077 9	13.79	12.00	103.72
	0.089 3	0.090 5	13.79	11.73	101.22
5	0.091 2	0.082 8	13.83	12.02	104.66
	0.097 8	0.081 4	13.83	12.11	104.84
	0.080 7	0.077 3	13.83	11.69	98.70

2.5　杜马斯燃烧法和四苯硼钾沉淀法的优缺点比较

2.5.1　杜马斯燃烧法

杜马斯燃烧法测定时无需对测定试样进行前处理操作，需要的试剂种类简单，直接进样，其测定时高效、快速，且该仪器自动化程度较高，对检验操作人员要求不高；编辑操作软件后，可以进行连续自动检测分析，对大批量产品的检测具有优势；对环境友好，检测过程中不会产生对环境存在污染的废液和废气，安全性高。但杜马斯燃烧法进样量较小，因此对样品的细度和均匀性有更高要求；仪器温度参数需要升至近千摄氏度，检测完成关机时要降温，仪器测定需要的耗材配件对于单个样品或极少样品进行检测时检测成本会相对略高。

2.5.2　四苯硼钾沉淀法

四苯硼钾沉淀法的应用较为广泛，但在测定时需要进行的前处理比较烦琐，且需要的试剂种类多，容易引入误差，对检测操作人员要求较高；对于大批量样品的检测，耗时较长，检测效率较低。

3　结论

本研究分类对比了杜马斯燃烧法和四苯硼钾沉淀法测定硝酸钾含量的结果，结果表明，杜马斯燃烧法测定硝酸钾含量结果与国家标准规定的测定方法一致，且精密度和准确度都能满足国家标准GB/T 27414—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》[9]要求。

该方法样品前处理简单、快捷，测定结果精密度好、准确度高，缩短了检验周期，简化了操作步骤，可用于硝酸钾产品中硝酸钾含量的检测，为批量检测提供了快速简便的方法。

［参考文献］

［1］ 国家市场监督管理总局，国家标准化管理委员会.工业硝酸钾：GB/T 1918—2021［S］.北京：中国标准出版社，2022.

［2］ 国家市场监督管理总局，中国国家标准化管理委员会.农业用硝酸钾：GB/T 20784—2018［S］.北京：中国标准出版社，2018.

［3］ 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局，中国国家标准化管理委员会.化学试剂　硝酸钾：GB/T 647—2011［S］.北京：中国标准出版社，2011.

［4］ 潘崇双，黄利英.杜马斯燃烧法在高原条件下快速测定肥料中的总氮［J］.西藏农业科技，2019，41(4)：21-23.
PAN C S，HUANG L Y. Rapid determination of total nitrogen in fertilizer by Dumas combustion method on Tibetan Plateau［J］. Tibet Journal of Agricultural Seiences，2019，41(4)：21-23.

［5］ 皮向东，王红，孟姣容，等.杜马斯燃烧定氮法测定复混肥料中的总氨［J］.分析仪器，2015(1)：42-45.
PI X D，WANG H，MENG J R，et al. Determination of total nitrogen content in mixed fertilizer by Dumas combustion method［J］. Analytical Instrumentation，2015(1)：42-45.

［6］ 刘蓉，姚萌奇，乔志刚，等.基于凯氏定氮法与杜马斯燃烧法测定肥料中氮含量的对比研究［J］.应用化工，2023，52(7)：2258-2260.
LIU R，YAO M Q，QIA0 Z G，et al. A comparative study based on Kjeldahl method and Dumas combustion methods for the determination of nitrogencontent in fertilizers［J］. Applied Chemical Industry，2023，52(7)：2258-2260.

［7］ 中华人民共和国农业部.水溶肥料　总氮、磷、钾含量的测定：NY/T 1977—2010［S］.北京：中国农业出版社，2012.

［8］ 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.肥料中总氮含量的测定　燃烧分析法：SN/T 3097—2012［S］.北京：中国标准出版社，2012.

［9］ 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局，中国国家标准化管理委员会.合格评定　化学分析方法确认和验证指南：GB/T 27414—2017［S］.北京：中国标准出版社，2017.