

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

宁夏回族自治区团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

工业氰氨化钙中总氮含量测定 杜马斯燃烧 法测定

Determination of total nitrogen content in industrial Calcium Cyanamide - Dumas
combustion method

(送审稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

宁夏化学分析测试协会 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。

本文件由宁夏计量质量检验检测研究院提出。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏计量质量检验检测研究院（国家煤化工产业计量测试中心）、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：

工业氰氨化钙中总氮含量测定 杜马斯燃烧法测定

警告：本文件的使用可能涉及到某些有危险的材料、操作及设备，但并未对所有的安全问题都提出建议。因此使用者在使用本标准前，应建立适当的安全防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定了采用杜马斯燃烧法测定工业氰氨化钙中总氮含量的试验方法。
本文件适用于检测氮元素定量范围为0.1 mg~500 mg。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定
GB/T 14599 纯氧、高纯氧和超纯氧
GB/T 23938 高纯二氧化碳
GB/T 1997 焦炭试样的采取和制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

在高温富氧条件下，样品经过两级氧化燃烧分解，氮元素转化为分子氮和氮氧化物。混合气体在二氧化碳载气的带动下进入还原管，过量的氧气也被吸收。经三级干燥除水后，混合气体在质量流量计的控制下进入热导检测器中检测，利用热导检测器测量其信号强度，与标准曲线进行比对，计算出样品中总氮含量的试验方法。

5 试剂和材料

- 5.1 氩气：纯度达到 99.99%以上。
- 5.2 助燃剂：氧气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。
- 5.3 载气：二氧化碳，纯度 $\geq 99.995\%$ 。
- 5.4 35*35 mm 锡箔/50*50 mm 锡箔。
- 5.5 镍粉：CAS:7440-02-0。
- 5.6 钨粉：CAS:7440-33-7。
- 5.7 含氮标准物质：烟酰胺，有证标准物质，纯度 $\geq 99\%$ 。

6 仪器和设备

- 6.1 分析天平：感量 0.01 mg。
- 6.2 杜马斯定氮仪：NORDTECH（型号：DN3000）。
- 6.3 进样器：60 位自动进样器。

6.4 样品粉碎机。

6.5 辅助工具：镊子、平头微量刮勺等。

7 分析步骤

7.1 试样准备

取样应有代表性，样品的采取按照GB/T 1997的规定进行。用于分析的试验样品，用粉碎机粉碎至小于0.075 mm。

7.2 试样制备

将粉碎后的样品混合均匀后称取约5.00 mg~30.00 mg样品（精确至0.01 mg），用35*35 mm锡箔/50*50 mm锡箔包裹后置于样品盘中待测。样品的取样量应保证其绝对含氮量在标准曲线的中间范围内。若样品水分过高时，依据需求应将样品烘干后再进行上述操作。

样品因组分不同，导致燃烧不充分时，可在试样中依次加入2倍~3倍的镍粉、钨粉助燃剂（镍粉：钨粉=1:1），与样品混合均匀后，按照上述操作步骤进行。

7.3 仪器条件

杜马斯定氮仪测定工业氰氨化钙中总氮的仪器参考工作条件见表1。

表1 参考仪器工作条件

参数	设定值
一级燃烧温度/℃	1100~1300
二级燃烧温度/℃	950
还原温度/℃	850
加氧流量/ (mL/min)	200~350
加氧时间/s	80~120
氧气减压阀输出气压/MPa	0.25
二氧化碳减压阀输出气压/MPa	0.12
注：仪器工作条件允许根据实际情况适当变动，上述条件仅供参考。	

7.3.1 仪器准备

按仪器说明书开机，按照7.3优化条件设置仪器参数，预热至仪器稳定后进行测试。

7.3.2 工作曲线的绘制

称取不同质量的烟酰胺酸标准物质（5.6），质量分别为0.1 mg、1.0 mg、5.0 mg、8.0 mg、12.0 mg、15.0 mg、20.0 mg、30.0 mg、40.0 mg、50.0 mg、60.0 mg、70.0 mg，待仪器稳定后，以标准物质的峰面积为x轴，以标准物质中的绝对氮含量为y轴，以空白测定值为零点，绘制标准曲线，计算回归方程，得到曲线的线性相关系数 $r \geq 0.999$ 。

7.4 仪器校准

开机，待仪器稳定后，称取30.0 mg烟酰胺酸标准物质测定四次，根据测定结果计算校正因子，用所得的校正因子对所测得样品的数据进行校正。如果校正因子大于1.1或小于0.9，应重新标定制作标准曲线。

7.5 样品测定

在测定条件下，放入待测物质进行测试。试样经过充分燃烧，仪器自动将检测信号放大和转换后，将数据传输到微处理器进行处理并获得结果。

每个样品至少做两次测试，并用校正因子对测定结果进行校正。

8 分析结果的表述

总氮含量以质量分数 ω 表示，数值以百分率表示，由仪器直接输出。
取平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位。
若试验结果的相对标准偏差（RSD）大于1%，则要重新对样品进行检测。

9 允许差

平行测定结果允许差应符合表2要求。

表2 允许差

总氮质量分数/%	<10.00	10.00~20.00	>20.00
平行测定结果的绝对差值/%	≤0.30	≤0.40	≤0.50

10 安全要求

对于试验过程中使用的氧气等危险工作气体，应随时注意检查气体钢瓶，确保没有气体泄漏。
