

## 杜马斯定氮法测定车用尿素中总氮含量

### 1 前言

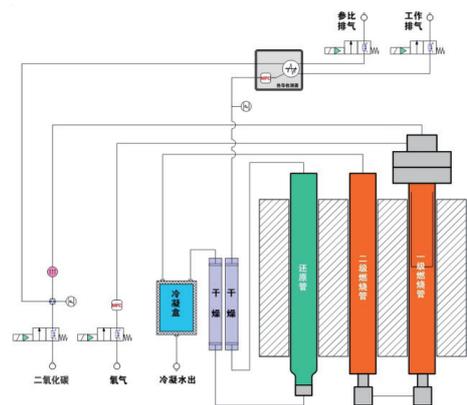
2015年，国家质检总局对尿素水溶液开展了首次专项抽查，40%产品质量不合格；2016年，北京市工商局对流通领域的车用尿素类商品进行抽检，部分商品中尿素含量指标不符合标准要求；2017年，国五、国六排放标准相继出台，柴油车选用尿素水溶液以满足国家环保要求势在必行。

《GB 29518-2013 柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液（AUS 32）》严格规定了车用尿素的各项指标，其中明确规定了采用燃烧法测定总氮含量，海能D100杜马斯定氮仪可以准确测定车用尿素中的总氮含量，为车用尿素的产品质量保驾护航。



### 2 方法原理

样品在900°C-1200°C高温下燃烧，燃烧过程中产生NO<sub>x</sub>、CO<sub>x</sub>、H<sub>2</sub>O以及XH等气体，其中的干扰成分CO<sub>x</sub>、H<sub>2</sub>O以及XH被吸收剂所吸收，剩余的氮氧化物被还原剂全部还原成分子氮，随后分子氮的含量被热导检测器检测。实验参考《GB 29518-2013 柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液（AUS 32）》方法，使用杜马斯分析仪对车用尿素中总氮含量进行定量测定。



### 3 仪器与设备

海能D100杜马斯分析仪；电子分析天平；锡箔纸；压片工装；



#### 4 试剂与材料

- 氧气：纯度 > 99.999 %
- 二氧化碳气：纯度 > 99.999 %
- 天冬氨酸标准品：纯度 > 99 %
- 市购车用尿素
- 蔗糖、氧化镁

#### 5 样品制备

称取100mg车用尿素（精确至0.00001 g），置于锡箔纸中，再加入吸水剂（氧化镁）和助燃剂（蔗糖）300mg，使用锡囊包裹。使用压片工装压片制成锡箔药片后置于样品盒内待测。



#### 6 方法设置

(1) 温度/载气流量设置：依次点击设置—设定—系统参数—温度/载气流量设置

燃烧管温度	960 °C
二级燃烧管温度	900 °C
还原管温度	800 °C
CO <sub>2</sub> 设定值	45 %

(2) 氧气设置：依次点击设置—设定—系统参数—氧气参数

氧气延时	90 s
最大通氧时间	500 s

(3) 实验方法设置：依次点击设置—设定—实验方法—新建方法

方法名称	车用尿素中总氮含量的测定
通氧时间	180 s
氧气流量	100 ml/min
断氧阈值	30 %
自动归零	120 s
峰值预期	130 s
积分重启延迟	0 s
蛋白质换算系数	不填写

备注：锡箔药片放入自动进样器时，压紧面朝上放置，防止工装操作锡纸露边角造成的进样器机械故障。

## 7 实验结果与分析

样品	编号	称样量(mg)	氮含量(%)	平均值(%)	RSD(%)
样品 #1	1	102.33	15.297	15.253	0.48
	2	101.25	15.294		
	3	100.18	15.168		
样品 #2	1	98.79	15.119	15.088	0.17
	2	97.41	15.076		
	3	97.33	15.071		
样品 #3	1	98.63	15.209	15.241	0.42
	2	99.04	15.199		
	3	97.97	15.315		
样品 #4	1	102.70	15.161	15.168	0.18
	2	102.25	15.146		
	3	99.55	15.199		
样品 #5	1	98.87	15.299	15.226	0.31
	2	99.45	15.149		
	3	97.72	15.230		

### 结论：

从分析过程看，海能杜马斯定氮仪完全符合国标GB 29518-2013的操作要求，而且实验结果RSD小于0.5%，符合国标的的数据要求RSD小于1%。