



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 33862—2017

---

## 全(半)自动凯氏定氮仪

Automatic(semi) Kjeldahl analyzer

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量控制和自动化标准化技术委员会(SAC/TC 124)归口。

本标准起草单位：山东省计量科学研究院、  
司、上海沛欧分析仪器有限公司、中国计量科学研究院、内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司、山东省农业科学院、临沂出入境检验检疫局、山东大学化学与化工学院、山东省标准化研究院、济南市计量检定测试院。

本标准主要起草人：王志刚、王云、隋峰、刘丰祥、刘一峰、李中、赵文建、史乃捷、刘伯扬、秦宏伟、许美玲、郑利强、杨扬、吕良。



# 全(半)自动凯氏定氮仪

## 1 范围

本标准规定了全(半)自动凯氏定氮仪的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于按凯氏定氮法进行消解、蒸馏、吸收、滴定来测量样品中氮含量的全(半)自动凯氏定氮仪(以下简称“仪器”),其他方法参考执行。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 12519—2010 分析仪器通用技术条件

GB/T 13384—2008 机电产品包装通用技术条件

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 凯氏定氮法 Kjeldahl method

测定化合物或混合物中氮含量的一种方法。在有催化剂的条件下,用浓硫酸消解样品使氮化合物都转变为铵盐,在碱性条件下蒸馏,将铵盐转化为氨气,随水蒸气被冷凝,并为过量的硼酸溶液吸收,以酸标准溶液滴定,用酸标准溶液的消耗量计算出样品中的氮含量。

### 3.2

#### 消解 digestion

样品与硫酸和催化剂一同在 400 ℃左右加热反应,使有机化合物中的氮和氨态氮转化为铵离子的过程。

### 3.3

#### 蒸馏 distillation

用水蒸气在碱性环境下将铵转变为氨气,并被水蒸气带出的过程。

### 3.4

#### 全自动凯氏定氮仪 automatic Kjeldahl analyzer

根据凯氏定氮法进行氮含量测定,对消解后的样品进行自动定量添加试剂、蒸馏、吸收、滴定并输出测试结果的仪器。

## GB/T 33862—2017

### 3.5

#### 半自动凯氏定氮仪 semi automatic Kjeldahl analyzer

根据凯氏定氮法进行氮含量测定,对消解后的样品进行自动定量添加试剂、蒸馏、吸收,仅滴定步骤需要人工操作的仪器。

## 4 要求

### 4.1 工作条件

仪器正常工作条件应符合下列要求:

- a) 环境温度:10℃~35℃;
- b) 环境湿度:相对湿度不大于85%;
- c) 供电电源:具有良好接地,电压220V±22V,频率50Hz±1Hz;
- d) 应具备良好的通风装置,仪器应放置于平稳的工作台上,不应受强光直射、强烈震动和电磁干扰。

### 4.2 外观

仪器的外观应满足如下要求:

- a) 仪器的外观整齐、清洁、表面涂镀层无明显剥落、擦伤、露底及污垢;
- b) 所有铭牌及标志应耐久和清楚,内容符合相关标准的要求;
- c) 所有紧固件不得松动,各种调节件灵活,功能正常;
- d) 零件表面不得锈蚀;
- e) 仪器可拆部分应能无障碍地拆装。

### 4.3 测量范围

测量氮元素范围:0.1mg~210mg。

### 4.4 示值误差

全自动仪器示值误差应不超过1%。

### 4.5 回收率

半自动仪器的回收率应在99%~101%之间。

### 4.6 重复性

仪器的相对标准偏差应不大于0.5%。

### 4.7 安全要求

#### 4.7.1 安全功能

仪器蒸馏部分应具备超温停止加热保护、超压停止加热保护、蒸馏缺水停止加热保护、门安全检测等安全防护的功能。

#### 4.7.2 保护接地

仪器的保护接地应符合GB 4793.1—2007中6.5.1的要求。

### 4.7.3 接触电流

在正常工作条件下,仪器的接触电流应不大于 0.5 mA。

### 4.7.4 介电强度

电源输入端与可触及导电零部件之间施加 1 500 V 的试验电压(交流有效值),历时 1 min 不应出现击穿或飞弧现象。

## 4.8 运输及运输贮存

仪器在运输包装状态下,应按 GB/T 11606—2007 的 2.4 试验项目中的低温贮存试验、高温贮存试验、跌落试验和碰撞试验进行试验。试验后,包装箱不应有较大的变形和损伤,受试仪器不应有变形、松动、涂覆层剥落等机械损伤。全部试验完成后,将仪器置于正常工作条件下进行检验,全自动仪器示值误差应符合 4.4 的要求,半自动仪器回收率应符合 4.5 的要求。

## 5 试验方法

### 5.1 试验条件

#### 5.1.1 试验工作条件

试验工作条件应符合 4.1 规定。

#### 5.1.2 试剂

试验所用试剂如下:

- a) 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 优级纯及以上;
- b) 硫酸 $(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 密度为  $1.84 \text{ g/cm}^3$ ;
- c) 硼酸 $(\text{H}_3\text{BO}_3)$ ;
- d) 氢氧化钠 $(\text{NaOH})$ ;
- e) 甲基红指示剂 $(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2)$ ;
- f) 溴甲酚绿指示剂 $(\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S})$ ;
- g) 乙醇 $(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$ 不低于 95%;
- h) 水 $(\text{H}_2\text{O})$ 不低于三级。

将以上试剂按附录 A 配成需用的溶液备用。除非另有规定,本标准中所用试剂均为分析纯及以上,所有溶液均用三级水制备。三级水按 GB/T 6682—2008 中 4.3 规定方法制备。

#### 5.1.3 试验准备

把样品消解好备用,在仪器上按照使用说明书进行试剂添加,并放置空的消化管进行蒸馏预热 15 min 以上。

### 5.2 外观

采用目测、手感进行检查。

### 5.3 测量范围

在测量范围内,选取表 1 中推荐的标准样品。全自动型仪器测试方法见 5.4,结果应符合 4.4;半自

GB/T 33862—2017

动型仪器测试方法见 5.5,结果应符合 4.5。

5.4 示值误差

待仪器稳定运行后,选用表 1 中序号 1、序号 2、序号 3、序号 4 和序号 5 的硫酸铵标准溶液分别重复测量三次,按式(1)计算仪器的示值误差:

$$\delta = \frac{\bar{X} - X_s}{X_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $\delta$  ——示值误差, %;
- $\bar{X}$  ——三次测量的硫酸铵标准溶液氮含量的平均值,单位为克每百克(g/100 g);
- $X_s$  ——硫酸铵标准溶液氮含量的标称值,单位为克每百克(g/100 g)。

表 1 推荐的标准样品及其参数

序号	硫酸铵标准溶液取样体积 mL		含氮重量* mg	硫酸(1/2H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )标准 滴定溶液浓度 mol/L	滴定消耗标准酸 体积 mL
1	C 溶液	5	0.7	0.01	5
2	B 溶液	5	7	0.1	5
3	B 溶液	10	14	0.1	10
4	B 溶液	20	28	0.1	20
5	A 溶液	15	210	0.5	30

\* 作为样品重量使用时,硫酸铵标准溶液氮含量的标称值应为 100%。

5.5 回收率

仪器稳定运行后,选用表 1 中序号 1 和序号 5 硫酸铵标准溶液,重复测量三次,按式(2)计算氮含量测量值,按式(3)计算回收率。

氮含量计算公式如下:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 14.01}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $X$  ——样品中氮的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- $V_1$  ——样品消耗硫酸标准滴定液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$  ——试剂空白消耗硫酸标准滴定液的体积,单位为毫升(mL);
- $c$  ——硫酸(1/2H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 14.01 ——氮元素的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $m$  ——样品的质量,单位为克(g)。

回收率计算公式如下:

$$K = \frac{\bar{X}}{X_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- $K$  ——回收率, %;



$\bar{X}$  ——三次测量的硫酸铵标准溶液氮含量的平均值,单位为克每百克(g/100 g);

$X_s$  ——硫酸铵标准溶液氮含量标称值,单位为克每百克(g/100 g)。

## 5.6 重复性

仪器稳定运行后,选用表 1 中序号 3 硫酸铵标准溶液,重复测量六次,按式(4)计算相对标准偏差,作为仪器的重复性。

$$RSD = \frac{1}{\bar{X}_s} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}_s)^2}{n-1}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$RSD$  ——相对标准偏差,%;

$X_i$  ——第  $i$  次测量值,单位为克每百克(g/100 g);

$\bar{X}_s$  —— $n$  次测量值的算术平均值,单位为克每百克(g/100 g);

$n$  ——测量次数, $n=6$ 。

## 5.7 安全试验

### 5.7.1 保护接地

按 GB 4793.1—2007 附录 F 的有关规定进行。

### 5.7.2 接触电流

#### 5.7.2.1 实验豁免条件

在正常工作条件下,当可触及零部件与参考地之间,或在同一台上在 1.8 m(沿表面或通过空气)的距离内的任意两个可触及零部件之间电压值不超过 33 V(交流有效值)或直流 70 V,可以不进行该项试验。

#### 5.7.2.2 试验方法

按 GB 4793.1—2007 的 6.3 和 GB 4793.1—2007 附录 A 的有关规定进行试验。

### 5.7.3 介电强度

按 GB/T 12519—2010 的 6.6.2.3 的方法进行。

## 5.8 运输及运输贮存试验

按 GB/T 11606—2007 中第 15 章~第 18 章的方法进行试验。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

检验分为:

——出厂检验;

——型式检验。

### 6.2 出厂检验

仪器在出厂前应按表 2 试验项目进行检验,每台仪器应经检验部门检验合格,并附有产品合格证书

## GB/T 33862—2017

后方可出厂。

表 2 出厂检验项目

序号	检验项目	试验检定要求	试验方法
1	仪器外观	4.2	5.2
2	示值误差(全自动型)	4.4	5.4
3	回收率(半自动型)	4.5	5.5
4	重复性	4.6	5.6
5	安全要求	4.7	5.7

## 6.3 型式检验

6.3.1 检验时机,有下列情况之一应按表 3 检验项目进行型式检验:

- a) 老产品转厂生产和新产品试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,如结构、原理、工艺或主要原材料有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 正常生产时,应每三年为周期进行一次检验;
- d) 产品长期停产,恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- f) 国家质量技术监督机构提出进行型式检验要求时。

6.3.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的批次中随机抽取,检验的样品一般不少于三台。

6.3.3 型式检验应按 GB/T 2829—2002 的规定进行,采取一次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)按表 3 规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表 3 型式检验

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平(RQL)	判别水平(DL)	抽样方案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量(n)	判定数组(Ac,Re)
1	A	示值误差(全自动型)	4.4	5.4	30	I	3	(0,1)
2		回收率(半自动型)	4.5	5.5				
3		重复性	4.6	5.6				
4		安全要求	4.7	5.7				
5	B	仪器的运输、运输贮存	4.8	5.8	65			(1,2)
6		外观	4.2	5.2				

6.3.4 若型式检验不合格,应分析原因,采取纠正措施,验证有效后,重新提交检验。若型式检验再次不合格,则对进行抽样的该批产品应停止出厂,再重复上述分析、纠正、验证、重新提交的步骤,直至合格为止。

6.3.5 若型式检验合格,对进行抽样的该批产品可以提交鉴定、定型或出厂、入库。

## 7 标志和包装

### 7.1 标志

#### 7.1.1 仪器标志

仪器标志应具有以下内容：

- a) 仪器名称、型号规格；
- b) 额定工作电压、频率；
- c) 制造厂名称、地址；
- d) 商标；
- e) 制造日期、出厂编号及产品尺寸；
- f) 警示标识；
- g) 其他必要的标志。

#### 7.1.2 包装标志

仪器包装应具有以下内容：

- a) 仪器名称及型号；
- b) 制造厂名称及地址；
- c) 商标；
- d) 仪器净重和毛重,单位为 kg；
- e) 外形尺寸为:长×宽×高,单位为 mm；
- f) 包装储运图示标志:“易碎物品”“向上”“怕雨”等应符合 GB/T 191—2008 规定；
- g) 出厂编号、包装箱序号、数量及出厂日期。

### 7.2 包装

#### 7.2.1 仪器包装

仪器包装应符合 GB/T 13384—2008 的规定。

#### 7.2.2 随机文件

应具备以下文件：

- 装箱单；
- 使用说明书；
- 合格证；
- 附备件清单。

## 8 运输和贮存

8.1 仪器在运输过程中和贮存时应防止受到剧烈冲击、雨淋、暴晒及辐射。

8.2 仪器应原箱存放保管,仓库环境温度为 0℃~40℃,相对湿度不大于 85%;仓库内不应存放能引起仪器腐蚀和电气绝缘性降低的有害物质。

8.3 仪器贮存期限不应超过两年,超过期限后,应对仪器按产品标准要求进行检查。

**附 录 A**  
(规范性附录)  
**溶液制备方法**

**警示:**由于浓硫酸有强烈的腐蚀性,溶于水时又放出大量热,易使水沸腾而引起浓硫酸飞溅至皮肤和衣物上导致严重的后果,所以使用和稀释浓硫酸应严格按照要求进行:稀释浓硫酸时,应将浓硫酸缓缓地沿器壁注入水中,同时要搅动液体,以使热量及时地扩散。

### A.1 制备溶液所需设备

A.1.1 电热干燥箱:室温~300 ℃。

A.1.2 天平:分度值 0.1 mg。

A.1.3 A 级玻璃量器:1 000 mL 容量瓶、100 mL 容量瓶、5 000 mL 试剂瓶、500 mL 烧杯、50 mL 烧杯、10 mL 刻度移液管、5 mL 刻度移液管。

### A.2 氢氧化钠溶液

称取 400 g 氢氧化钠,于 500 mL 烧杯中,用去离子水溶解,冷却至室温,转移至 1 000 mL 容量瓶,定容至刻度,摇匀备用。

### A.3 硼酸溶液

称取 20.00 g 硼酸,用去离子水溶解并定容至 1 000 mL 容量瓶,摇匀移至试剂瓶备用,按 100:1 比例加入甲基红-溴甲酚绿混合指示剂,混匀。

### A.4 硫酸铵溶液

A 溶液(0.140 gN/10 mL):取适量硫酸铵于 105 ℃干燥箱中,干燥至恒重至少 4 h,取出放入干燥器中冷却至室温。用天平称取 6.606 5 g,然后用去离子水溶解定容至 100 mL 容量瓶,摇匀备用。

B 溶液(0.014 gN/10 mL):取 10 mL 的 A 溶液用去离子水定容至 100 mL 容量瓶,摇匀备用。

C 溶液(0.001 4 gN/10 mL):取 10 mL 的 B 溶液用去离子水定容至 100 mL 容量瓶,摇匀备用。

### A.5 混合指示剂

A.5.1 甲基红乙醇溶液(1 g/L):称取 0.1 g 甲基红,溶于 95%乙醇,用 95%乙醇稀释至 100 mL。

A.5.2 溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L):称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于 95%乙醇,用 95%乙醇稀释至 100 mL。

A.5.3 混合指示剂:1 份甲基红乙醇溶液与 5 份溴甲酚绿乙醇溶液临使用时混合。

### A.6 硫酸标准滴定溶液 $[c(1/2H_2SO_4) = 0.5 \text{ mol/L}]$

移取 15 mL 浓硫酸<sup>1)</sup>,用去离子水稀释并定容至 1 000 mL 容量瓶,冷却,摇匀,标定方法如下:

注： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 、 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01\text{ mol/L}$ 的硫酸标准滴定溶液由上述硫酸标准滴定溶液逐级稀释得到。

a) 硫酸标准溶液[ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$ ]标定：

准确称量已在 $270\text{ }^\circ\text{C}\sim 300\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥过4 h的基准无水碳酸钠 $0.9500\text{ g}$ 分别置于 $250\text{ mL}$ 锥形瓶中，各加入去离子水 $50\text{ mL}$ 使其溶解，再加10滴甲基红-溴甲酚绿指示液，用配置好的硫酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，小心煮沸溶液 $2\text{ min}$ ，冷却至室温，继续滴定溶液由绿色再呈暗红色，同时做空白试验。

b) 硫酸标准滴定溶液浓度按式(A.1)计算：

$$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = m \times 1\,000 / [(V_3 - V_4) \times M] \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中：

$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ ——硫酸标准滴定溶液之物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

$m$ ——称量无水碳酸钠质量，单位为克(g)；

$V_3$ ——硫酸溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_4$ ——空白试验硫酸溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$M$ ——无水碳酸钠摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)， $M(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 52.994\text{ g/mol}$ 。





中华人民共和国  
国家标准  
全(半)自动凯氏定氮仪  
GB/T 33862—2017

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字  
2017年7月第一版 2017年7月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-56179 定价 18.00 元



GB/T 33862—2017