



## 杜马斯燃烧定氮法的应用

### 1、引言

对于食品、谷物、肥料、动物饲料、植物、烟草及相关产品，全氮和蛋白质含量的测定是非常重要的。目前，用于农产品的最常用的定氮方法是Kjeldahl于1883年提出的凯氏法，虽然后来经过改进，但是消化时间长、难以把有机物定量转变成氨以及严重的环境污染是此法存在的典型问题[1]。在过去的十年里，一种快速、精确、低成本、无污染的定氮方法很快的在欧美国家得到了广泛应用，成为凯氏法的替代方法，即杜马斯燃烧定氮法（Combustion Nitrogen Analysis）。此法是Jean BaptisteDumas 于1831年提出的，比凯氏定氮法早50年，但是，由于早期的定氮方法只能测定几个毫克的样品，使它在农产品等领域的实际应用中受到了极大的限制。近十年来，随着可以检测克级样品的杜马斯法快速定氮仪问世，拉开了其在食品、饲料、肥料、植物、土壤及临床等领域上广泛应用的序幕。

本文着重介绍了Dumas 法的原理, 杜马斯法与凯氏法的优劣, 以及杜马斯法在国内外农产品领域中的应用。

### 2、杜马斯定氮法的原理

Dumas 法的基本原理是样品在 $900^{\circ}\text{C}\sim 1200^{\circ}\text{C}$ 高温下燃烧，燃烧过程中产生混合气体，其中的干扰成分被一系列适当的吸收剂所吸收，混合气体中的氮氧化物被全部还原成分子氮，随后氮的含量被热导检测器检测。

以下方法的详述是基于荷兰skalar Primac SN 氮/蛋白质分析仪（由荷兰skalar公司开发）的自动定氮方法。

#### 燃烧

杜马斯燃烧法是基于在高温下(大约  $900^{\circ}\text{C}$ )，通过控制进氧量、氧化消解样品的原理而进行氮测定的。燃烧生成的气体被载气  $\text{CO}_2$  携带直接通过氧化铜（作为催化剂）而被完全氧化。此外，化合物中一定量的难氧化部分会被载气携带通过作为催化剂的氧化铜和铂混合物进一步氧化。

#### 还原

燃烧生成的氮氧化物在钨上还原为分子氮，同时过量的氧也被结合了。一个传感器用来控制最佳燃烧所需的氧气量，这可以保证氧气和钨的消耗量最少。

#### 净化

一系列的适当的吸收剂将干扰成分如卤化氢从被检测气流中除去。随后的水冷器确保水蒸气的去除。由于用  $\text{CO}_2$  作载气, 所以没必要吸收燃烧生成的  $\text{CO}_2$ 。

#### 检测

用一个TCD热导检测器来检测  $\text{CO}_2$  载气流中剩余的氮。 $\text{N}_2$  体积含量引发一种电子测量信号，通过它，再经过物质的独立校正，被测样品中的氮含量就自动的计算、打印和存储起来。

### 3 杜马斯定氮法与凯氏定氮法的比较

#### 3.1、杜马斯法与凯氏法测定方法的比较

凯氏定氮法是检测农产品中粗蛋白含量的标准方法。显然凯氏定氮技术是精确的、可靠的，但是它也有很多明显的缺点，例如：a)需要较长的分析时间；b)操作过程相当危险，沸腾的浓硫酸、毒烟和具腐蚀性的强碱溶液使它成为实验室诸多危险试验之一；c)造成较为严重的环境污染，实验室要有良好的排风系统和化学废物的专业处理；d)必须由熟练的技术人员操作。

在欧美国家已经有很多实验室用杜马斯法代替了凯氏法。高质量杜马斯快速定氮仪可以检测克级样品，并提供高精度和高可靠性的数据，较之凯氏法有很多优越性。用杜马斯快速定氮仪每个测试只需3至5分钟，并可以通过自动进样器连续进样，不需要人看管；不需要复杂的样品前处理过程；不产生有毒有害物质；操作简便。

**杜马斯法与凯氏法的定氮方法的比较**

	Kjeldahl	Dumas
所需的化学试剂	浓H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 40%NaOH, K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , CuSO <sub>4</sub> , 乙醇, 甲基红, 溴甲酚绿, 硼酸, 蒸馏水	空气, 氧气, 氮气或CO <sub>2</sub> , 氧化铜, 含氮标准物质, 氮催化剂, 干燥剂, 氧化铝
所需的仪器设备	凯氏定氮仪, 凯氏烧瓶, 消煮炉, 分析天平, 通风橱	杜马斯定氮仪, 气瓶, 分析天平, 压片器
化学废液的处理	必须收集并经过专业人员处理	无化学废液
每个测试所需时间	120min/20个试样(一炉)	3-5min/个, 连续进样
自动化程度	消化、蒸馏、滴定均需手动操作分析	全自动分析
危险程度*	6	2
精确度 (CV%)	1.2	0.7

注：\* 危险程度划分为10个等级(1-10)，10为极端危险，1为完全安全。

### 蛋白质/总氮典型的检测结果

样品类型	样品重量	重复分析次数	蛋白质 %	RSD %
小麦面	100 - 200 mg	7	10.69	0.16
奶制品	100 - 200 mg	5	15.00	1.90
麸质	100 - 200 mg	5	23.75	0.41
小麦庄稼	100 - 200 mg	7	9.56	1.51
全脂黄豆	100 - 200 mg	5	41.75	0.24
鱼粉	100 - 200 mg	5	51.94	0.78
大豆油饼	100 - 200 mg	5	50.12	1.09
样品类型	样品重量	重复分析次数	总氮%	RSD %
草	100 - 200 mg	5	4.31	0.23
植物	100 - 200 mg	5	1.74	0.65
茶叶	150 - 200 mg	5	2.54	0.79
黄瓜叶	100 - 200 mg	5	5.23	0.72
番茄叶	100 - 200 mg	5	4.50	0.52
树皮	100 - 150 mg	5	0.78	1.58
香蕉叶	100 - 150 mg	5	3.40	0.07
混合肥料	50 - 100 mg	5	3.52	0.71
草莓叶	100 - 200 mg	5	2.26	1.47
莴苣叶	100 - 200 mg	5	4.55	0.53
土壤	200 - 300 mg	10	0.18	1.05

# 典型应用

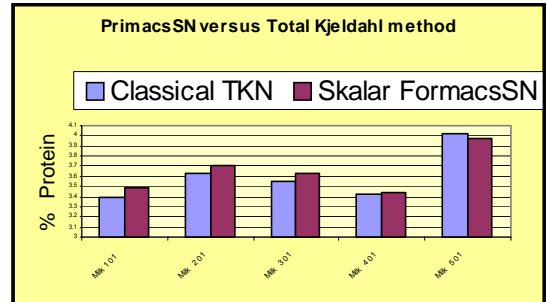
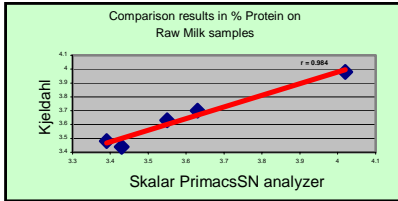
## 鲜奶中的总氮/蛋白质分析

燃烧炉温度：1100°C/ 氧化温度：750°C/ 还原温度：600°C / 分析时间：310 秒 / 校正物质：EDTA

样品制备：无需制备，鲜奶放入石英坩埚中直接燃烧和检测

蛋白质换算因子：6.25

杜马斯 Vs 凯氏定氮 ( $r=0.994$ )

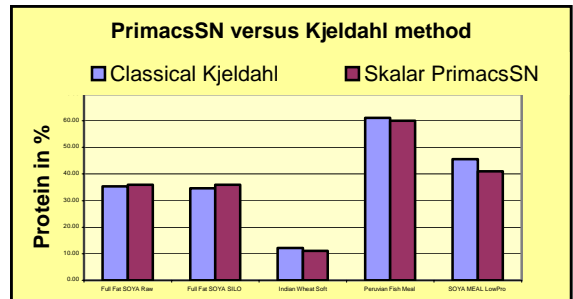
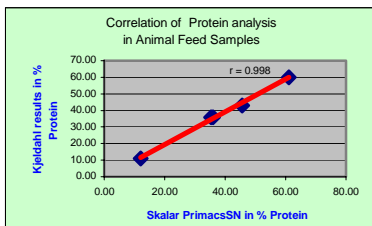


## 动物饲料中的总氮/蛋白质分析

燃烧炉温度：1100°C/ 氧化温度：750°C/ 还原温度：600°C / 分析时间：310 秒 / 校正物质：EDTA

样品制备：对于湿的饲料，在粉碎前先风干混匀，样品粉碎过 1mm 筛，注意在粉碎期间防止样品过热

杜马斯 Vs 凯氏定氮 ( $r=0.993$ )



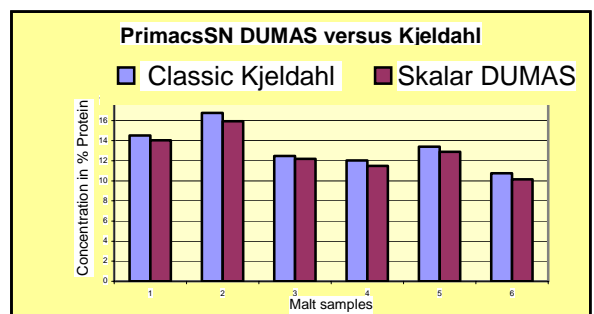
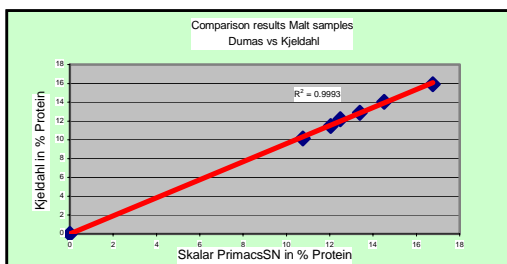
## 麦芽中的总氮/蛋白质分析

燃烧炉温度：1100°C/ 氧化温度：750°C/ 还原温度：600°C / 分析时间：310 秒 / 校正物质：EDTA

样品制备：称 50g 麦芽粉碎后过 600µm 筛(Sieve No. 30)，水份需进行修正

蛋白质换算因子：6.25

杜马斯 Vs 凯氏定氮 ( $r=0.9993$ )

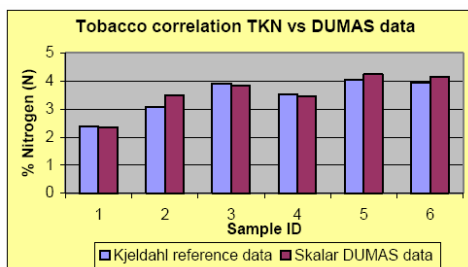
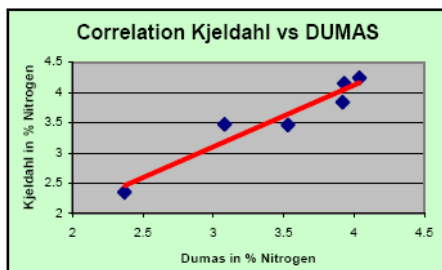


# 典型应用

## 烟草样品中的总氮分析

燃烧炉温度: 1100°C/ 氧化温度: 750°C/ 还原温度: 600°C/ 分析时间: 310 秒 / 校正物质: EDTA  
 样品制备: 样品在 60°C 下风干除水, 样品粉碎后过 1.0mm 筛, 注意在粉碎期间防止样品过热

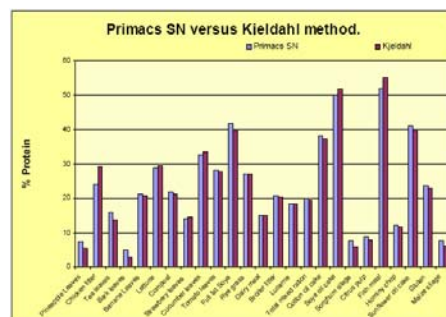
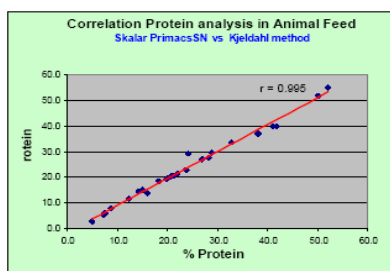
杜马斯 Vs 凯氏定氮 ( $r=0.992$ )



## 植物的总氮/蛋白质分析

燃烧炉温度: 1100°C/ 氧化温度: 750°C/ 还原温度: 600°C/ 分析时间: 310 秒 / 校正物质: EDTA  
 样品制备: 样品在 60°C 下风干除水, 样品粉碎过 0.5mm 筛, 注意在粉碎期间防止样品过热  
 蛋白质换算因子: 6.25

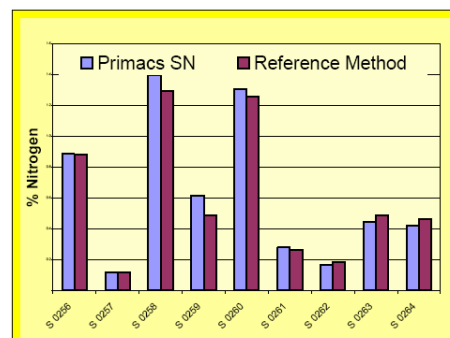
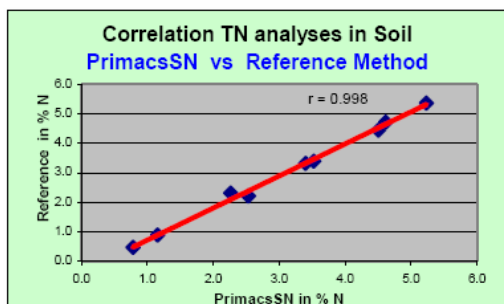
杜马斯 Vs 凯氏定氮 ( $r=0.995$ )



## 土壤的总氮析

燃烧炉温度: 1100°C/ 氧化温度: 750°C/ 还原温度: 600°C/ 分析时间: 310 秒 / 校正物质: EDTA  
 样品制备: 在 40 °C 下风干, 混匀均质化样品, 粉碎过 2.0 mm 筛

杜马斯 Vs 凯氏定氮 ( $r=0.998$ )



#### 4 杜马斯定氮法的应用前景

杜马斯法目前已被很多组织认可,如: AOAC,ASBC, EBC, AACC 和 ISO, 成为法定的氮/ 蛋白质分析方法。在美国、加拿大和德国的某些领域,杜马斯法甚至作为唯一的定氮标准

##### 杜马斯燃烧法在中国:

SN/T2115-2008“进出口食品和饲料中总氮和粗蛋白的检测方法 杜马斯燃烧法”于 2009-03-16 正式实施。标志着杜马斯燃烧法定氮正式得到官方的认可。

此外其他相关标准也都在制订和发布阶段。

1.“GBT5009.5-2007 食品中蛋白质的测定”标准修订,把燃烧法正式修订进国家标准,作为官方认可的方法之一。由中国国家疾病预防控制中心负责,2007 年底专家已经验收完成,待颁布。预计 09 年可能会正式发布和实施。

2.20071241-T-469 饲料中总氮含量的测定(杜马斯燃烧法)采标,2008 年 8 月完成。由中国农业大学负责,2008 年 8 月底专家已经验收完成,待颁布。正式发布和实施时间还不确定。

3.20072073-T-326 土壤中总氮的测定方法(杜马斯定氮法)采标,2008 年 8 月完成。由山西出入境检验检疫局技术中心负责,2008 年 8 月底专家已经验收完成,待颁布。正式发布和实施时间还不确定

