



中国海关科学技术研究中心
仪器设备验评与认证平台

验评报告

全自动凯氏定氮仪
(HGK-55)

中国海关科学技术研究中心

上海赫冠仪器有限公司

全自动凯氏定氮仪

(HGK-55)

验评报告



中国海关科学技术研究中心
二〇二五年十二月



目 录

一、仪器设备验评工作概况.....	1
二、仪器设备验评结果汇总.....	2
三、验评方案及实验数据.....	5
四、验评过程图片.....	18
五、仪器简介.....	19
附件 氮含量检测报告.....	21

全自动凯氏定氮仪 (HGK-55) 验评报告

一、仪器设备验评工作概况

2024年12月至2025年10月，中国海关科学技术研究中心仪器设备验评与认证平台组织专家和实验室对上海赫冠仪器有限公司生产全自动凯氏定氮仪（HGK-55）开展验证与综合评价工作。设备验证流程包括：验证方案制定、方案实施、数据汇总等内容。验证实验由中国海关科学技术研究中心技术装备研究所组织实施完成，并编制本报告。

本次验评的仪器设备由上海赫冠仪器有限公司提供，验证内容包括基础性能指标验证、低氮含量样品测定、一般氮含量样品测定及高氮含量样品测定等。验评结论及数据详见正文第二及第三部分。

本报告结果仅代表仪器企业送验设备的实验结果，相关验评结果可供相关人员参考。

二、仪器设备验评结果汇总

验评测试数据汇总表

产品名称	全自动凯氏定氮仪	产品型号	HGK-55
注册品牌	凯氮 KaiDan®	生产单位	上海赫冠仪器有限公司
产品编号	55240208		
检验依据	全自动凯氏定氮仪 (HGK-55) 验证方案		
HGK-55 全自动凯氏定氮仪--参数指标			
测定范围	0.01-240 mg 氮	试剂泵体积	0-150 mL, 1 mL/级
蒸馏时间	0.0-9.0 分钟/样品	延迟时间	0-3600 s
蒸馏速度	0-30 mL/分钟可调	蒸馏功率	0-1500 W 可调
泵滴定精度	RSD<0.0012 μ L/步; 最小滴定体积: 0.8 μ L/步	电源	AC220 V \pm 10%; 频率 50-60 HZ; 功率 1500 W。
重现性	RSD \leq 0.4%	消化管尺寸	300 mL、650 mL
回收率	\geq 99.5%	标准酸 滴定量	0-60 mL
仪器可使用 标准酸范围	0.01mol/L-0.5mol/L	线性范围	在相同样品 1-4 倍样品 量范围内, RSD<1.0% 氮含量 1-240 mg 氮
结论: 仪器关键指标符合预期结果。			

<p>仪器设备 评价</p>	<p>对上海赫冠仪器有限公司生产的全自动凯氏定氮仪 HGK-55 (编号 55240208) 的验证结果表明:</p> <p>1. 检测结果范围 0.5-240 mg 氮检测完全符合凯氏定氮仪国标 GB/T33862-2017 要求。实验数据完全满足实验室对食品中氮含量测定需求。</p> <p>1) 实际样品检测数据、硫酸铵检测数据表明: 该款定氮仪可以满足肥料、食品、饲料、土壤等检测标准要求。检测数据准确性高。</p> <p>2) 4 倍氮量 RSD 值 < 1%, 完全符合高精度实验室检测要求, 可适应实验室混合不同氮量的准确检测。</p> <p>3) 仪器支持 0.01-0.5 mol/L 标准酸浓度范围精确测量, 满足 GB/T 33862-2017 凯氏定氮仪中 0.01-0.5mol/L 标准酸验证各类氮量及 210 mg 氮要求和方法, 全面覆盖实验室常规检测需求。在此浓度区间内, 仪器严格保证三项核心性能指标: 优异的重复性 (RSD < 0.4%)、极小的示值误差和良好的线性关系 ($R^2 \geq 0.999$), 确保了测量数据的准确可靠。宽范围的标准酸适应性提升了检测灵活性, 同时保证了从低浓度到高浓度全量程测量结果的真实性和一致性。</p> <p>4) 支持长间隔数据采集, 有效消除数据异常隐患, 保障数据准确性。此项技术为上海赫冠仪器有限公司发明专利技术。</p> <p>除检测范围、重复性、示值误差等常规计量指标外, 该款凯氏定氮仪还独家承诺了 2) 至 4) 三项指标。其数据准确性及验证结果均符合承诺要求, 表明其性能指标先进、完善且真实可信。</p> <p>2. 功能方面: HGK - 55 凯氏定氮仪具备氨气蒸馏完全提示功能, 可助力实验室精准设定蒸馏时长, 保障氮元素准确回收; 同时</p>
--------------------	--

该设备具备滴定终点与酸碱平衡点匹配提示功能，抗干扰性强，确保滴定结果精准无误。设备可自动生成、储存并调用分析质控图，且能直接打印、储存、溯源检测数据，满足实验室质量控制核心需求，有效规避错误数据产生，全方位保障检测数据可靠。

3. 该设备采用紧凑型一体化设计，结构布局合理，外形小巧精致，显著节省空间。其模块化结构经过精心优化，在保证功能完整性的同时实现了最小化空间占用，便于在有限空间内灵活部署。

4. 本设备在验评过程中仪器没有出现故障或维修。

经测评，中国海关科学技术研究中心仪器设备验评与认证平台认为：HGK-55 全自动凯氏定氮仪功能完善、数据准确、且具有数据安全保护及溯源等方面的优势。性能卓越，符合“国产替代”国家策略，推荐检测数据要求高的实验室使用。



三、验评方案及实验数据

仪器验评个性化技术规范

全自动凯氏定氮仪（HGK-55）验证方案

本规范适用于国产全自动凯氏定氮仪性能指标验证及评价工作。验证实验室由验证单位指定，被验证单位有配合实验室验证的义务。

（一）验证要求

确认仪器在以下条件下按照本规范进行验证。

1、环境条件

1.1 工作环境温度：

15°C~25°C；工作环境相对湿度：20%~80%。

1.2 供电电源：

AC 220V±10%，频率 50Hz±2%。

1.3 室内环境：

避免接触易燃、易爆和强腐蚀性气体，工作台无震动、强光直射、电磁干扰，有良好的通风环境，具有水温在 15°C 以下、流量在 3~5 升/分钟的自来水或制冷循环水机。

2、测试条件

2.1 验证用仪器仪表和玻璃器皿等：

均按有关规定，经计量单位检定/校准合格并满足量程和精度的要求。

2.2 标准溶液与试剂：

按国家标准 GB/T 33862-2017 中要求，硫酸铵需优级纯或以上。

2.3 其他试剂和用水的等级和配制

要求均按国家标准 GB/T 33862-2017 中要求。

2.4 仪器开机后：

自动排空管路气泡、清洗，自动定标。约需 10 分钟后完成，即可进行空白检测，无需人工定标。

(二) 基础性能指标验证

根据国家标准 GB/T 33862-2017, 本次针对检测范围、重复性、示值误差三个技术指标对该仪器设备进行验证。HGK-55 自有指标: 标准酸的使用范围 0.01~0.5 mol/L、4 倍氮量重复性 (包含交叉污染)、长时间间隔误差。均是满足: 检测范围、重复性、示值误差量化指标。氨气蒸馏完全提示、滴定在酸碱平衡点提示是判断检测过程是否正常的功能、质控图帮助实验室质量管理。

应相关要求, 选用另一台凯氏定氮仪开展参比试验。该设备状态正常可投入使用, 但未进行专项调试校准, 试验结果仅供参考, 不纳入最终数据结论。

1、低氮含量样品

此类样品包含有土壤、污水、某些微量氮化工产品、纺织染料、含乳饮料等。
验证的条件和方法: 采用 0.01mol/L 标准酸, 取 0.8 克 (精确到 0.0001) (实际称取 0.8017 g) (A) 恒重硫酸铵, 定重到 160 克 (精确到 0.0001) (实际称取 159.9994 g) (B), 氮含量在 1000mg/kg 左右。标液氮含量为: $21.19 \cdot A/B \cdot 10000$ (mg/kg) (实际浓度 1062 mg/kg 或 0.1062%)。配制 40%碱、2%硼酸、显色剂根据仪器说明书要求溶在硼酸内, 加碱 15mL、稀释液 15mL、蒸馏 4.5 分钟、蒸馏功率 100%。空白稳定后蒸馏样品 (空白极差应小于 0.08mL, 取平均值。验证仪器稳定性)。

验证的内容:

采用硫酸铵溶液对重复性、示值误差、4 倍氮量 (包含交叉污染)、长时间间隔等指标进行验证。此外, 实际样品使用土壤质控品, 检测条件: 8mL 硫酸消化、稀释液 35 mL、碱 40mL、蒸馏 4.5 分钟、蒸馏功率 100%, 作为实际样品对仪器进行应用技术指标的验证。验证结果见表 1。

表 1 低氮含量样品验证数据

序号	样品量(g) (HGK-55)	标准酸体积 (mL)	氮含量 (g/100g)	样品量(g) (参比仪器)	标准酸体积 (mL)	氮含量 (g/100g)	备注
序号 1 数据舍弃; 序号 2-7 数据验证重复性、计算平均值; 序号 9-14 数据验证 4 倍线性、交叉污染、长时间间隔 RSD。记录 5 个水空白, 氮含量为 0.5-2 mg 氮。							
水空白值: 296 μL、277 μL、257 μL、277 μL、257 μL 平均: 273 μL 标准酸浓度: 0.009983mol/L				水空白值: 平均: 0 μL 标准酸浓度: 0.01008 mol/L			
1	1.0228	7.764	0.1061	1.0066	7.5553	0.1060	称量 1g (精确至 0.0001)
2	1.0362	7.860	0.1061	1.0079	7.6118	0.1070	
3	0.9866	7.498	0.1063	1.0188	/ (错误数据)	/ (错误数据)	
4	1.0290	7.815	0.1062	1.0157	7.6167	0.1060	
5	1.0221	7.756	0.1061	1.0043	7.5848	0.1070	
6	1.0316	7.767	0.1053	1.0233	7.6953	0.1060	
7	1.0201	7.703	0.1056	1.0244	7.7052	0.1060	
8	0.4973	3.788	0.1065	0.5230	3.9201	0.1060	称量 2g (精确至 0.0001)
9	0.4887	3.695	0.1057	0.5350	4.0135	0.1060	0.0001)
10	1.9989	15.168	0.1061	1.9964	15.0345	0.1060	称量 4g (精确至 0.0001)
11	2.0176	15.293	0.1060	1.9970	15.0836	0.1070	0.0001)
序号 12-13 数据验证交叉污染, 即与平均值比较							
12	0.5233	3.981	0.1064	0.5201	3.9447	0.1070	称量 1g (精确至 0.0001)
13	0.4982	3.788	0.1063	0.5244	3.9078	0.1050	
间隔一小时测量误差与平均值比较				没有间隔一小时			
14	0.4736	3.578	0.1056	0.5032	3.8047	0.1070	称量 1g (精确至 0.0001)
/	重复性 RSD: 0.37% 平均值: 0.1059% 示值误差: -0.28% 线性、交叉污染、长时间间隔 RSD: 0.30% 所有数据 (序号 1-14) 极差: 0.0012%			重复性 RSD: 0.51% (序号 3 未算在内) 平均值: 0.1064% 示值误差: 0.19% 线性、交叉污染、长时间间隔 RSD: 0.77% 所有数据 (序号 1-14) 极差: 0.0020%			错误数据没有记录在内。
按标准 NY/T 1121.24-2012 检测实际样品 (取样量均为 1g, 精确到 0.0001g), 型号 HGK-55, 标准酸浓度: 0.00998 mol/L, 空白体积: 0.572 mL							
序号	样品量(g)	标准酸体积 (mL)	氮含量 (g/100 g)	说明			
1	1.0479	4.834	0.0645	标物由东莞精析标物计量科技有限公司生产, 编号 2408U075a			
2	0.9576	4.309	0.0629				
3	1.0346	4.750	0.0642				
平行差: 0.0016%, 在标物范围内。							
标物靶值: 662 (mg/kg), 不确定度 54 (mg/kg)							

2、一般氮含量样品

此类样品包含有大多数食品、饲料、部分化工产品、煤炭等。

验证条件和方法：

采用 0.1mol/L 标准酸，取 8 克（精确到 0.0001 克）（实际称量 8.0108 g）（A）恒重硫酸铵，定重到 160 克（精确到 0.0001）（实际称量 160.0109 g）（B），氮含量在 1%左右。标液氮含量为： $21.19 \times A/B\%$ （克/克）（实际含量 1.061%）。配制 40%碱，2%硼酸、显色剂根据仪器说明书要求溶在硼酸内、加碱 15mL、加稀释液 15mL、蒸馏 5 分钟、蒸馏功率 100%，空白稳定后蒸馏样品。

验证的内容：

采用硫酸铵溶液对重复性、示值误差、4 倍氮量（包含交叉污染）、长时间间隔误差等指标进行验证。另外，按照国家标准 GB 5009.5-2016，用牛奶、奶粉质控样品作为实际样品对仪器进行应用技术指标的验证。

条件：8mL 硫酸消化、稀释液 35mL、碱 40mL、蒸馏 5 分钟、蒸馏功率 100%。

验证结果见表 2。

表 2 一般氮含量样品验证数据

序号	样品量(g) HGK-55	标准酸 体积(mL)	氮含量 (%)	样品量(g) (参比仪器)	标准酸 体积(mL)	氮含量 (%)	备注
序号 1 数据舍弃；序号 2-7 数据验证重复性、计算平均值；序号 9-14 数据验证 4 倍线性、交叉污染、长时间间隔 RSD。氮含量 5-20mg 氮							
水空白值：33 μ L、33 μ L、33 μ L 平均：33 μ L 标准酸浓度：0.1003mol/L				水空白值：未做，取 0 μ L			
1	1.0374	7.817	1.059	/ 数据错误	/ 数据错误	/ 数据错误	称量 1g (精确至 0.0001)
2	1.0280	7.759	1.061	1.0253	7.75	1.070	
3	0.9980	7.506	1.057	0.9976	7.58	1.070	
4	1.0369	7.833	1.062	1.0039	7.65	1.080	
5	1.0325	7.792	1.060	1.0047	7.63	1.070	
6	1.0404	7.855	1.061	1.0310	7.78	1.070	
7	1.0153	7.667	1.061	1.0314	7.71	1.060	
8	0.5286	3.995	1.062	0.5178	3.92	1.070	称量 0.5g (精确至 0.0001)
9	0.5236	3.951	1.060	0.5145	3.88	1.060	
10	2.0319	15.336	1.061	2.0284	15.28	1.060	称量 2g (精确至
11	2.0049	15.128	1.060	2.0281	15.30	1.060	

							0.0001)
序号 12-13 数据验证交叉污染误差 (即与平均值比较)							
12	0.5145	3.904	1.066	0.5005	3.84	1.080 (疑似交叉污染)	称量 0.5g (精确至 0.0001)
13	0.5176	3.915	1.063	0.5095	3.84	1.060	
间隔一小时测量误差与平均值比较				没有间隔一小时			
14	0.5375	4.061	1.062	0.5239	3.94	1.060	称量 0.5g (精确至 0.0001)
/	重复性 RSD: 0.17% 平均值: 1.060% 示值误差: -0.09% 线性、交叉污染、长时间间隔 RSD: 0.21% 所有数据 (序号 1-14) 极差: 0.009%			重复性 RSD: 0.59% 平均值: 1.070% 示值误差: 0.85% 线性、交叉污染、长时间间隔 RSD: 0.77% 所有数据 (序号 1-14) 极差: 0.020%			错误数据没有计算在内
按标准 GB5009.5-2016 检测实际样品 (牛奶取样量为 2 g, 精确到 0.0001g), 型号 HGK-55, 标准酸浓度: 0.1003 mol/L, 空白体积: 0.067 mL							
序号	样品量(g) HGK-55	标准酸 体积(mL)	蛋白质含量(g/100g)		说明		
1	1.9911	7.187	3.236		市售牛奶作为质控样品。		
2	2.0045	7.182	3.212				
3	1.9213	7.000	3.266				
平行差: 0.054%							
牛奶标称值: 3.2							
按标准 GB5009.5-2016 检测实际样品 (奶粉质控样, 取样量为 0.3g, 精确到 0.0001g), 型号 HGK-55, 标准酸浓度: 0.1003 mol/L, 空白体积: 0.067 mL							
序号	样品量(g) HGK-55	标准酸 体积(mL)	蛋白质含量(g/100g)		说明		
1	0.2685	6.950	22.733		采用质控奶粉, 广州谱恩科学仪器有限公司生产, 编号: P23583C		
2	0.3230	8.411	22.87				
3	0.2817	7.413	23.111				
平行差: 0.378%							
奶粉标准值: 23.3, 容许范围: 21.0~25.6							

3、高氮含量样品

此类样品包含有大多数化工产品, 如尿素、化肥、硫酸铵、氯化铵、硝酸盐、硝酸棉等, 食品, 如纯蛋白粉、纯胶原蛋白等。

验证条件和方法:

采用 0.5 mol/L 标准酸, 取恒重硫酸铵作为验证品。标样氮含量为: 21.19%。配制 40%碱, 2%硼酸、显色剂根据仪器说明书要求溶在硼酸内、加碱 15mL、加稀释液 25 mL、蒸馏 8 分钟、蒸馏功率 100%, 空白稳定后蒸馏样品。

验证的内容:

采用硫酸铵对重复性、示值误差、4 倍氮量 (包含交叉污染)、长时间间隔误差等指标进行验证, 观察氨气是否蒸馏完全、滴定是否在平衡点。另外, 按国家标准 GB/T 22923-2008, 采用尿素作为实际样品, 样品前处理按 GB/T22923-2008 要求, 对仪器进行应用技术指标的验证。条件: 8mL 硫酸消化、稀释液 35mL、碱 40mL、蒸馏 8 分钟、蒸馏功率 100%。验证结果见表 3。

表 3 高氮含量样品验证数据

序号	样品量(g) (HGK-55)	标准酸体积 (mL)	氮含量 (%)	样品量(g) (参比仪器)	标准酸体积 (mL)	氮含量 (%)	备注	
序号 1 数据舍弃; 序号 8-13 数据验证重复性、计算平均值; 序号 2-7 数据验证线性、交叉污染、长时间间隔 RSD。氮含量在 50-210mg 氮								
水空白值: 33 μ L 平均空白: 75.5 μ L 标准酸浓度: 0.5022 mol/L				水空白值: 未做, 取 0 μ L				
1	0.2576	7.75	21.168	0.2809	9.508	23.81 (错误数据)	称量 0.25g (精确至 0.0001)	
2	0.2806	8.441	21.165	0.2696	8.196	21.390		
3	0.5475	16.444	21.132	0.5208	15.742	21.260	称量 0.5g (精确至 0.0001)	
4	1.0276	30.869	21.136	0.9974	30.069	21.210	称量 1g (精确至 0.0001)	
5	1.0366	31.131	21.13	1.0569	31.879	21.220		
序号 6 号数据验证交叉污染误差与平均值比较								
6	0.2762	8.303	21.151	0.2597	8.081	21.890 (交叉污染)	称量 0.25g (精确至 0.0001)	
间隔一小时测量误差与平均值比较				没有间隔一小时				
7	0.2913	8.742	21.115	0.2717	8.231	21.310	称量 0.25g (精确至 0.0001)	
8	1.0094	30.279	21.105	1.003	30.054	21.160	称量 1g (精确至 0.0001)	
9	1.0333	31.033	21.131	1.0108	30.406	21.350		
10	1.0201	30.647	21.138	1.0082	30.595	21.350		
11	1.0183	30.596	21.14	0.9919	30.010	21.280		
12	1.0161	30.485	21.109	1.050	31.702	21.240		
13	1.0354	31.132	21.155	1.0165	30.877	21.370		
重复性 RSD: 0.09% 平均值: 21.130% 示值误差: -0.28% 线性、长时间间隔、交叉污染 RSD: 0.08% 所有数据 (序号 1-13) 极差: 0.063%				重复性 RSD: 0.38% 平均值: 21.292% 示值误差: 0.48% 线性、长时间间隔、交叉污染 RSD: 1.21% 所有数据 (序号 1-13) 极差: 0.730%				/
按国家标准 GB/T 22923-2008, 检测纯度 99% 尿素 0.3 g, 精确到 0.0001 g, 型号 HGK-55, 标准酸浓度: 0.5017 mol/L, 空白体积: 0.028 mL								

序号	样品量 (g)	标准酸体积 (mL)	氮含量 (%)	说明
1	0.3474	22.946	46.426	天津科密欧化学试剂有限公司生产, 优级纯。尿素含量>99%。
2	0.3359	22.217	46.49	
3	0.3280	21.709	46.521	
平行差: 0.095%				
尿素理论值: 46.65%, 按 GB22923-2008 平行样差要求: <0.4%				

4、附图

蒸馏滴定图、质控图。

图 1 中显示的是样品滴定图, 蒸馏时间为 5 分钟, 消耗标准酸体积 15.168 mL, 氮含量为 1061 mg/kg (表 1 内第 10 号样品), 图中上半部为反应杯内吸收液 pH 值性曲线 (上酸下碱), 下半部为滴定柱状图: X 轴---时间 (秒), Y 轴---滴定体积。柱状高度代表每秒滴定体积。

图 1 表明:

1) 开始硼酸呈酸性, 氨气进入反应杯 (呈较强碱性), 全速滴定, 柱状线最长且没有间隙, 硼酸铵被酸大量中和。

2) 滴定曲线接近酸碱平衡线或在平衡线附近震荡, 说明氨气进入很少, 单位时间滴定变小且有间隔时间, 至蒸馏结束前几乎无滴定发生。

3) 当持续无滴定出现时, 说明氨气已完全蒸馏, 酸碱曲线在平衡点, 滴定结果准确。

4) 有少量滴定, 此刻为蒸馏结束前仪器自动清洗管路, 清洗出少量残留进入反应杯。假设最后没有清洗那么就会污染下个样品, 增加交叉污染, 且残留液的具体量无法准确判定。

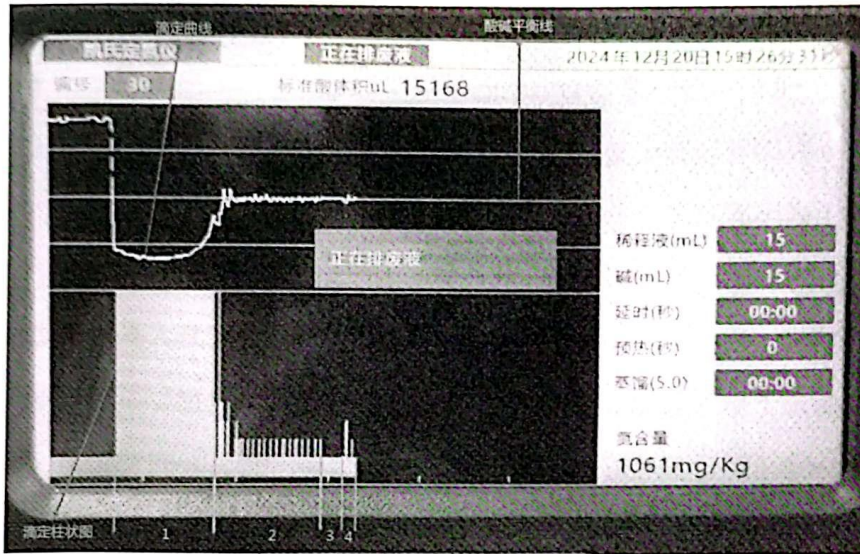


图 1 (表 1 内 10 号样品)

图 2 为质控图，图中 X 轴--日期，Y 轴--测量值，1.0610 为靶值，1.0710 为上偏差值，1.0510 为下偏差值，滴定值在上下偏差范围内时显示为绿色圆点，超过上下偏差时显示为红色圆点，若有不同日期的滴定值，会在图中依次画点，形成点状质控图，可直观了解质控品是否在容许范围内，质控图可以随意调出任何时间段。

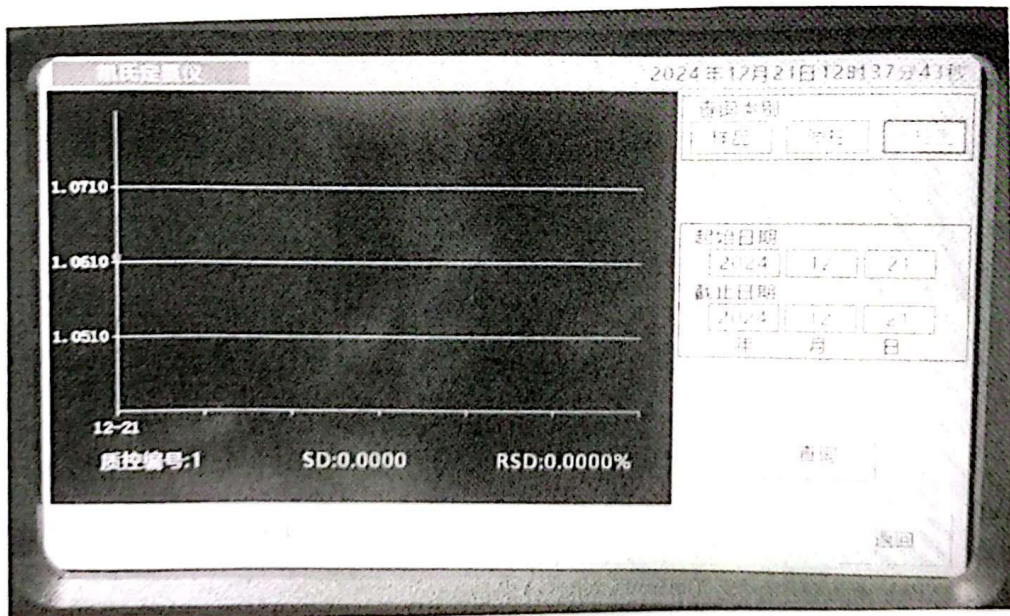


图 2 质控图

6、记录不同标准酸最小滴定体积。（仪器具有自动调整最小滴定体积功能）

6.1 表 1 中使用的标准酸浓度约为 0.01 mol/L，仪器最小滴定体积为 19-20 uL。

6.2 表 2 中使用的标准酸浓度约为 0.1 mol/L，仪器最小滴定体积为 6-7 uL。

6.3 表 3 中使用的标准酸浓度约为 0.5 mol/L，仪器最小滴定体积为 1-2 uL。

注：不同浓度标准酸，仪器自动计算最小滴定体积。

7、确保正常蒸馏最大量和滴定最大量不会溢出。

标准仪器反应杯（硼酸、蒸馏液、标准酸）容积在 450mL，最大蒸馏体积在 25-30mL/分钟，蒸馏时间 8 分钟、测定 210mg 氮消耗 37.5mL 浓度为 0.4mol/L 标准酸、消耗 80 mL 硼酸。总计反应杯内体积为 $30 \times 8 + 37.5 + 80 = 357.5\text{mL}$ 。

保证最大蒸馏时间和标准酸滴定后，反应杯有 50mL 左右体积的安全余量（其余 50mL 留量留给搅拌液体波动）将不会出现溢出问题。若标准酸浓度选择不当，滴定体积过大，则可能存在滴定液溢出的风险。仪器设有标准酸最大滴定体积 60mL 限制（若标准酸加入体积过大，会导致其与空白检测时反应杯内的体积差异显著，进而对检测数据的准确性产生差异），若滴定体积超过 60 mL，仪器将自动排出蒸馏液，检测失败。出现此现象说明使用标准酸浓度选择不当，造成滴定剂消耗体积差异太大，数据误差增大，需重新进行检测。

表 3 中蒸馏时间最长，为 8 分钟，消耗滴定体积最大不超过 37.5 mL，未见反应杯溢出。

8、仪器蒸馏滴定同时进行，一般在蒸馏结束后 15 秒内滴定完成。

从图 1 中可以看到，仪器同步进行蒸馏与滴定操作，实时显示滴定柱状图和滴定曲线，在蒸馏达到第 3 阶段时样品蒸馏已完全，此时滴定曲线保持在平衡线，无超调，无滴定，在第 4 阶段时仪器自动清洗管路，清洗出少量残留，并滴定到平衡线。

9、开机仪器自动清洗、排空管路气泡、自动定标，随后即可开展空白样品的蒸馏检测。

开机能正常自动进行清洗、排空滴定管道气体、自动校准。开机后直接检测空白无需人工校准。

（三）应用技术指标验证

选择实际样品对仪器进行应用技术指标的验证，样品选取的原则如下：低氮含量样品选土壤样品，一般氮含量样品选择牛奶、奶粉，高氮含量样品选择尿素、。这三类实际样品氮含量在 0.66-210mg 氮、包含氨态氮、酰胺态氮。满足 GB/T 33862-2017 凯氏定氮仪国家标准的检测范围及不同氮形态。具体内容及结果见表 1 至表 3。

（四）验证仪器设备信息

记录验证所用仪器设备信息，包括但不限于以下内容：

1、仪器设备名称、品牌、型号及仪器出厂编码（序列号）；

名称：全自动凯氏定氮仪

品牌：赫冠

型号：HGK-55；

出厂编码：55240208。

2、仪器设备故障及维修情况；

无

（五）其他说明

1、同氮量硫酸铵回收率合格，而实际样品偏差显著，可判定仪器状态正常，差异源于样品本身或前处理环节：基体不均、消化不完全或方法参数不匹配。建议优先核查取样代表性与消化终点颜色，再验证升温曲线及催化剂用量。

2、本实验共设置 3 组，目的有两层：

验证 HGK-55 对 GB/T 33862-2017 规定的检测范围、重复性、示值误差三项核心指标是否全部达标；

模拟实验室常见场景——不同氮含量、不同时间跨度——考察仪器在“连续测定重复性”与“日间间断重复性”两种条件下的表现。

其中，日间间断重复性因引入时间变量，要求显著高于连续测试，更贴近日常检验的真实需求，也更能反映仪器长期稳定性。

3、长时间间隔引发的误差，是颜色终点法全自动定氮仪的固有缺陷，极易导致结果偏离，甚至产生错误数据。该问题在批量或连续检测中尤为突出，严重影响数据可靠性。实验室应对该类问题引起更加警惕。

4、样品交叉污染是实验室很难根除的隐患之一，根源往往藏在仪器死角与流路设计。除了建立反向清洗、空白间隔等 SOP，尽可能选用设计完善的设备；若设备已定型，则应通过实验室间比对或批次插入空白基质，把污染水平量化、隔离，将风险压到可接受区间。

5、四倍氮量线性是考察仪器一段范围数据的一致性，与仪器非线性校正设计有关。结果偏离越小，说明其非线性校正算法（多点拟合、自适应系数或分段校正）越有效，可直接换算为日常不同含量样品“无需分段稀释、一次曲线通用”的便利度与准确度。

6、长时间间隔误差、线性误差、交叉污染等误差，导致实验室存在“单个样品能准确检测，批量样品不能保证”的风险。凯氏定氮仪重复性指标在特定条件下并不能保证数据的一致性及准确性。

（六）HGK-55 指标和功能

技术指标：

1、仪器需要采用颜色法终点判断，具有蒸馏和滴定同时进行，蒸馏结束滴定在 15 秒内判断终点结束，开机自动定标，无需人工定标。

自动蒸馏、加液、滴定、计算、显示和打印氮含量或蛋白质含量。

2、测定范围：0.01-240 mg 氮。

3、蒸馏速度：0~30 mL/分钟，蒸馏时间：0-9 分钟/样品。

4、泵滴定精度：RSD <0.0012 μL /步（精度是表示观测值与真值的接近程度）、最小滴定体积：0.8-20 μL /步，根据标准酸浓度自动调整。

5、样品量：固体 <5 克、液体 <15 mL。

6、能使用浓度为 0.01-0.5mol/L 的标准酸。均能达到重复性、回收率、线性指标，满足各类含量的样品检测。

7、重现性：RSD <0.4%（1-210 mg 氮）；

回收率：>99.5%（1-150 mg 氮）；

线性范围：在相同样品 1-4 倍样品量范围内，RSD <1.0%，（氮含量 1-150 mg 氮）。

8、长时间间隔检测，数据没有变化（0-8 小时）。

- 9、试剂泵体积：0-150 mL，1 mL/级。
- 10、延迟时间：0-3600 s（检测硝态氮）。
- 11、蒸馏功率在 0-1500 W，可调。
- 12、电源：AC220V±10%，频率 50-60Hz。
- 13、消化管尺寸：外径*高度=42*300 mm，可选用 650mL 消化管。

特色功能：

- 14、具有氨气蒸馏完全的确定提示，如发现氨气没有蒸馏完全可以再次蒸馏和滴定，不会影响数据。能提示滴定是否过量，保障在平衡状态下结束检测。
- 15、样品检测中可以插入质控样检测，并可显示质控图。
- 16、蒸馏和滴定同时进行，蒸馏结束后即滴定结束。
- 17、滴定杯处于开放状态，不受外界光线影响。
- 18、自动检测：冷却水水流、碱、硼酸、稀释液、蒸馏水缺液提示和报警。
- 19、仪器具有语音提示和报警。
- 20、具有对安全门是否关闭实时检测和提示功能。
- 21、自动清洗滴定杯。
- 22、手动、自动双模式。打印显示确定的氮或蛋白质。
- 23、自动加酸、碱、稀释液、蒸馏、滴定、保存、打印出计算结果。
- 24、自动排除消化管和反应杯排废液。
- 25、样品数据 20 万组或以上，保障 5 年的储存量。（包含检测数据和检测条件、质控和质控图）
- 26、仪器闲置时，冷凝水自动关闭，检测时自动打开。
- 27、样品数据和质控数据均可溯源调取，不能更改。
- 28、可以使用 300mL 和 650mL 消化管。
- 29、自动输入天平数据（选配件，用户自己配置电脑）。

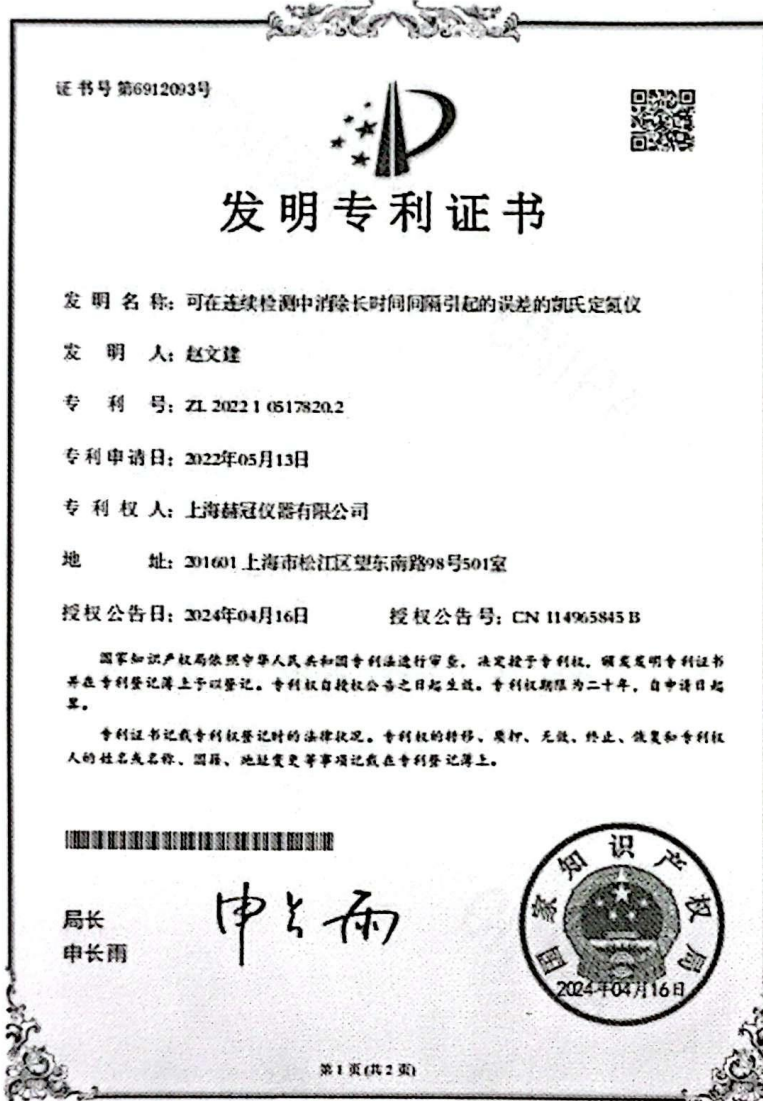


图3 发明专利证书

四、验评过程图片

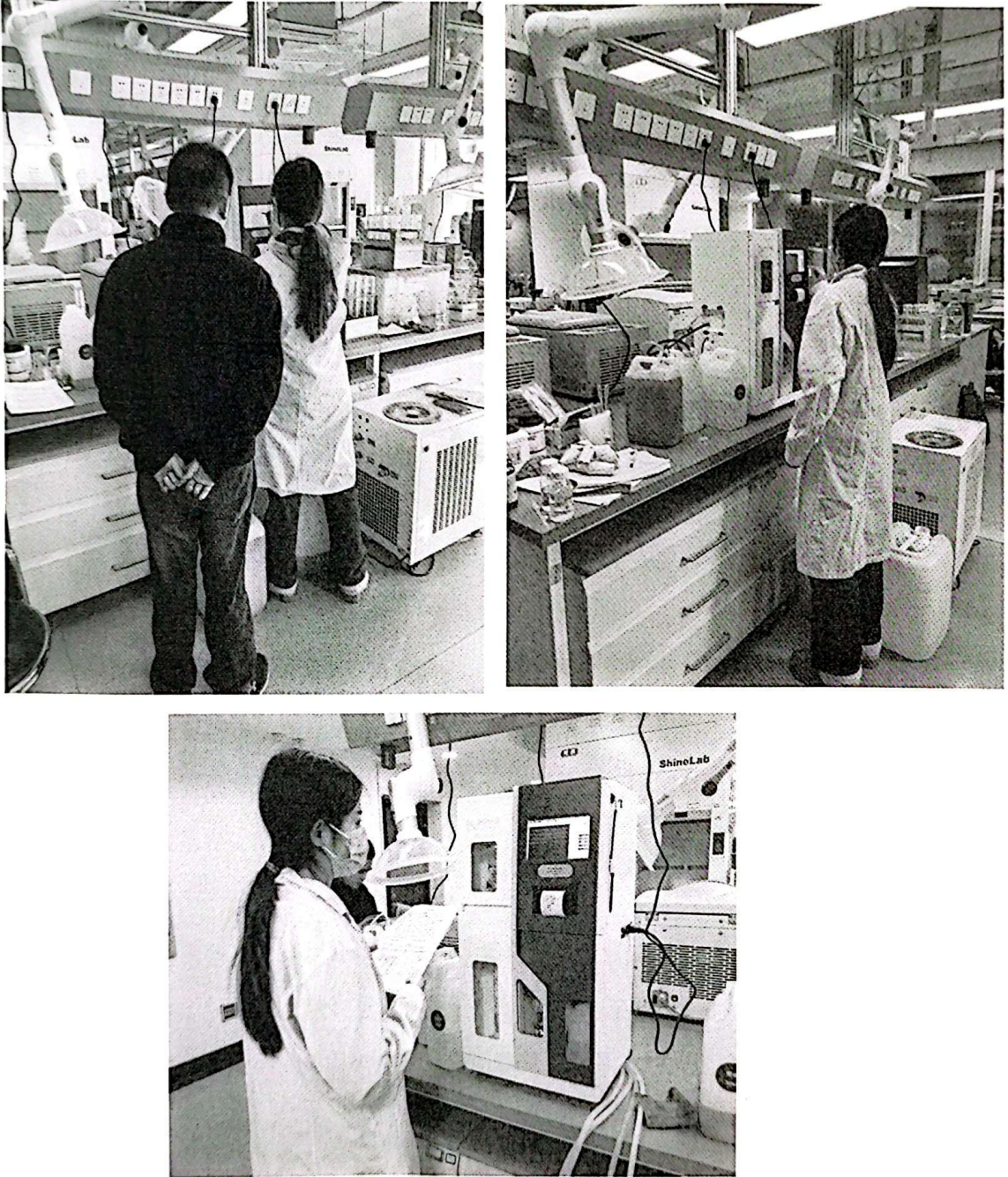


图 4 验评工作图片

五、仪器简介



HGK-55 全自动凯氏定氮仪使用全新长寿命设计，32 位微机智能控制，液晶彩色触摸屏操作，中文菜单界面完成人机对话操作，自动完成加硼酸、加碱、加稀释液、蒸馏、滴定、排废液、存储、打印等一系列过程。采用蒸馏滴定同时进行技术，终点判断采用国际标准颜色法判断，该仪器“氨气是否蒸馏完全”的技术是行业技术突破，可以连接天平，天平数据自动输入到仪器参数，检测数据可以上云端，便于多人同时看数据和仪器检测状态。

产品适用范围：

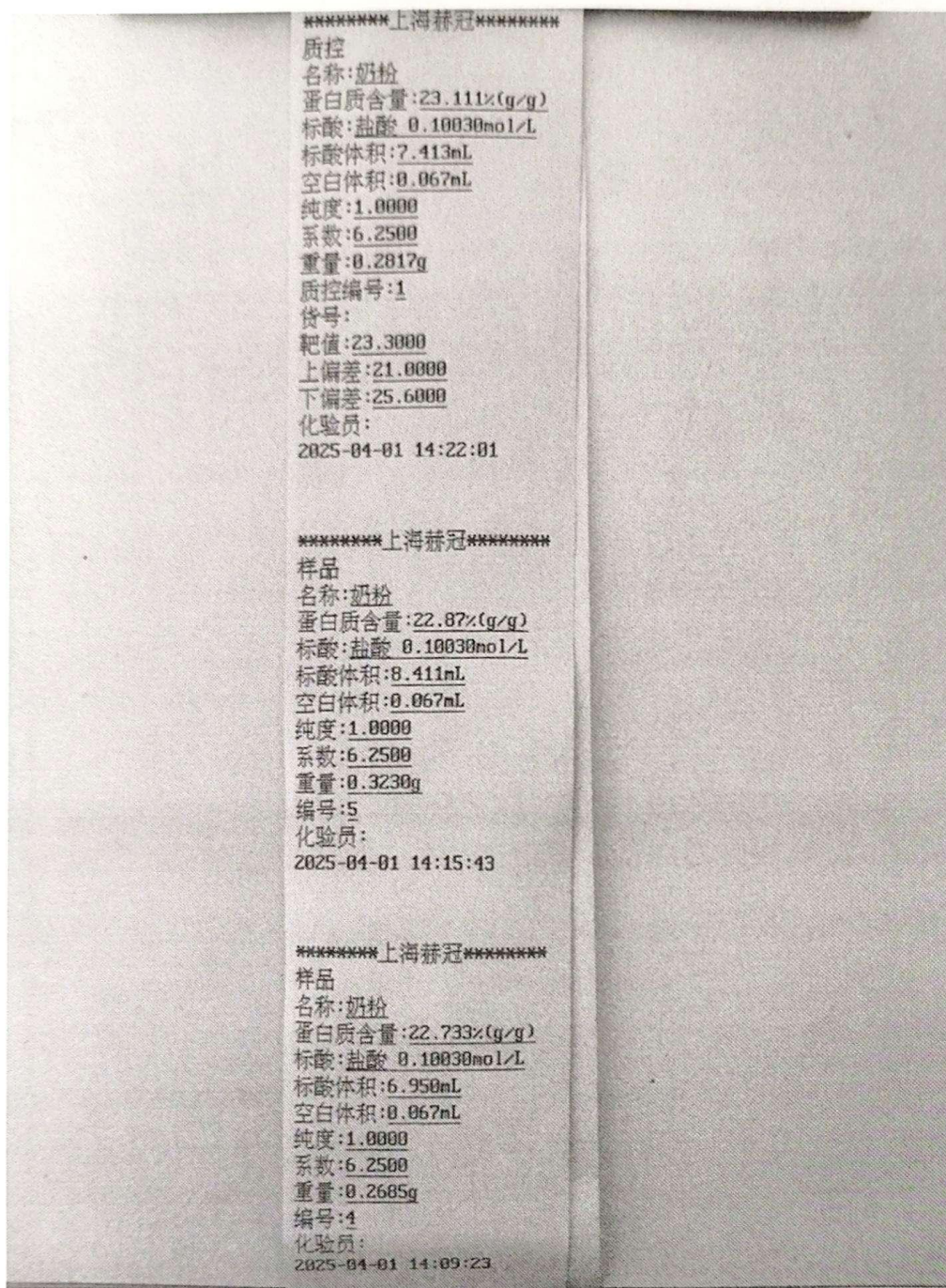
全自动凯氏定氮仪（蛋白质测定仪）是根据经典凯氏定氮原理而设计。广泛应用于检测各类食品、饲料、土壤、化肥、制药、农检、化工产品、地矿污水等总氮、蛋白质的含量，凯氏定氮仪是国家检测蛋白质和氮含量标准的首选检测方法。

功能：

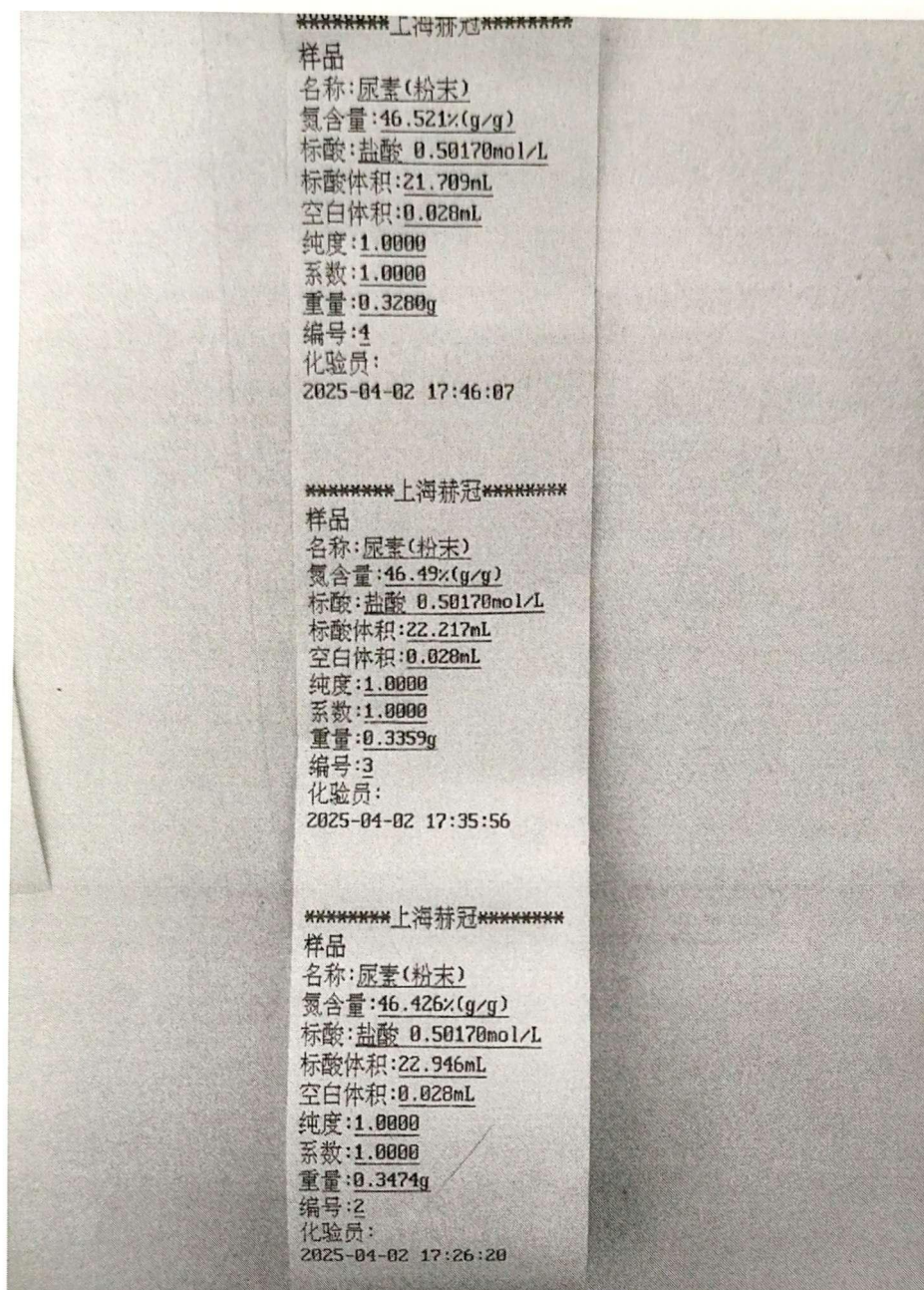
- 1.★蒸馏滴定同时进行并自动用图谱形式显示氨气是否蒸馏完全、滴定是否等当量；
- 2.★具有检测质控样并显示和分析储存质控图；
- 3.最小滴定体积 0.8 μL 起，仪器根据标准酸浓度自动调整最小滴定体积；
- 4.消耗标准酸滴定体积范围 0mL-60 mL，不受滴定管体积范围的影响；

5. 具有各类安全门检测、试剂液位检测、自动排消化管和反应杯废液、冷却水流水压实时检测、蒸馏杯自动预热，仪器闲时自动关闭冷凝水的功能；
6. 具有对反应杯的温度实时检测和控制功能；
7. 可手动、自动双模式操控，便于特殊样品检测；
8. 可间隙式加碱，确保酸碱反应在可控状态；
9. 蒸馏功率可调：0-100%蒸馏功率无级可调，满足用户特殊检测的要求。
10. 仪器内部连接管路采用特定要求的管路，3年免更换。
11. 各种试剂均采用无压抽液液泵计量加液，以 ml 计量，安全准确。
12. 自动添加碱，自动加酸，加稀释液，自动存储，自动打印计算结果，滴定和蒸馏同步进行。
13. 标准酸浓度范围：0.01-0.5 mol/L 标准酸。
14. 反应杯外置，不受外界光源的影响。
15. 数据和检测条件可溯源，具有审计追溯功能，可储存无穷的数据，能满足仪器有效寿命内数据储存，USB 接口同时也能自带有线无线，WIF，可输出数据。
16. 质控数据显示、贮存，并能显示打印现在和历史的质控图。
17. 可与实验室 LIMIS 系统无缝链接。

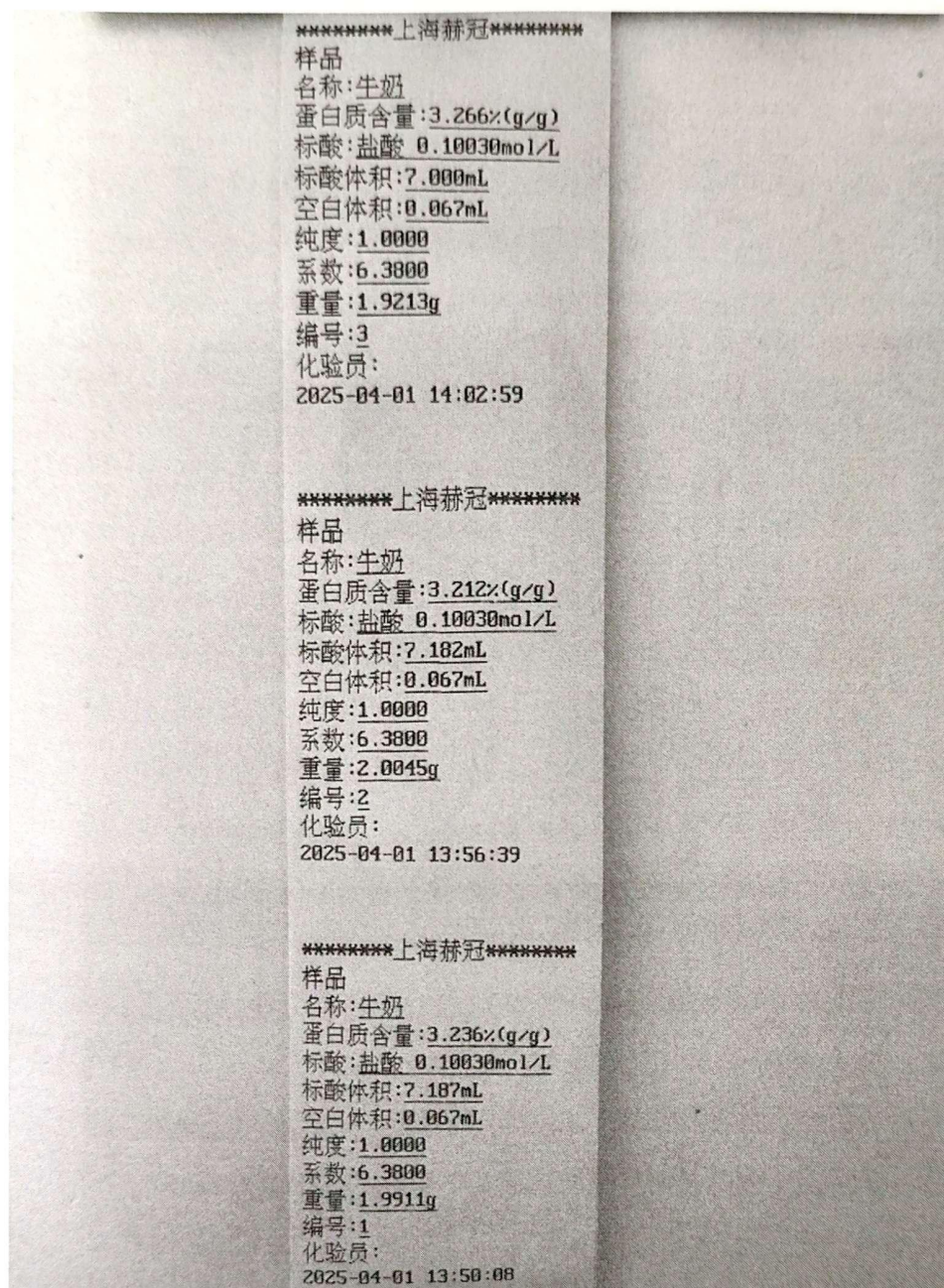
附件 氮含量检测报告



附图 1 奶粉氮含量检测报告



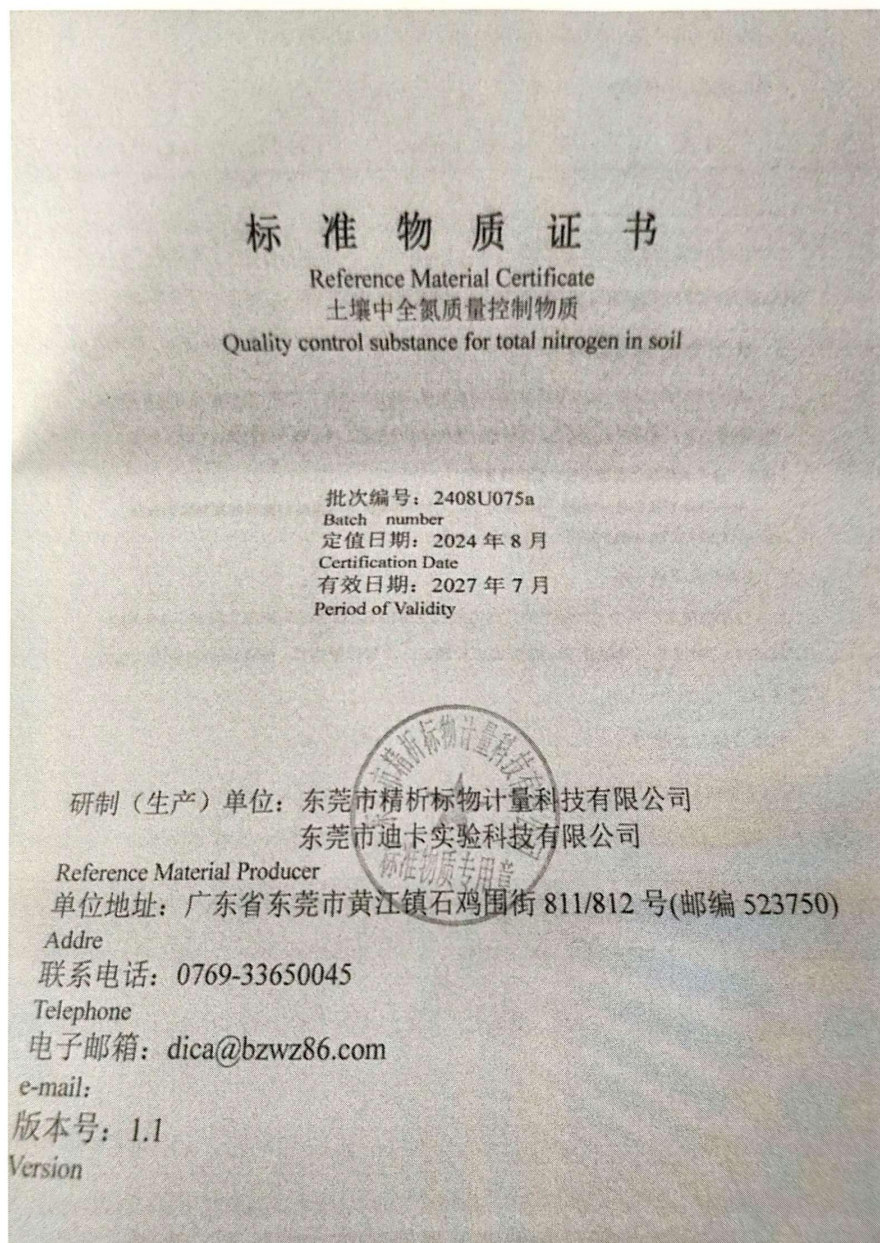
附图 2 尿素 氮含量检测报告



附图 3 牛奶 氮含量检测报告



附图 4-1 土壤中全氮质量控制物质



附图 4-2 土壤中全氮质量控制物质标准物质证书

本标准物质主要根据土壤中全氮 (N) 检测及日常样品含量要求而研制, 可作为相关分析测试中方法精密度评价以及分析过程质量控制。

一. 样品制备

本标准物质采用多个地区土壤样本为基体, 在制备过程中经 Co^{60} 辐射灭菌、去杂质等均化手段, 经低温干燥后将样品在洁净室分装于玻璃瓶中避光保存。

二. 特性量值及不确定度

名称	标准值 (mg/kg)	扩展不确定度 (mg/kg) ($K=2$)
全氮 (N)	662	54

本标准物质特性量值的不确定度评定中主要考虑多家实验室联合定值引入的不确定度分量、标准物质均匀性检验和稳定性检验引入的不确定度分量。

三. 均匀性检验和稳定性考察

依据 JJF1343-2022《标准物质的定值及均匀性、稳定性评估》要求, 随机抽取分装后的标准物质样品, 采用凯氏定氮法, 进行均匀性和稳定性检验, 规定最小取样量为 0.5g。结果表明, 该系列标准物质均匀性、稳定性良好。

本标准物质自定值日期起, 有效期为 3 年。研制单位和承担溯源校准标准物质的检验机构, 有效期内如发现量值变化, 应及时通知用户。

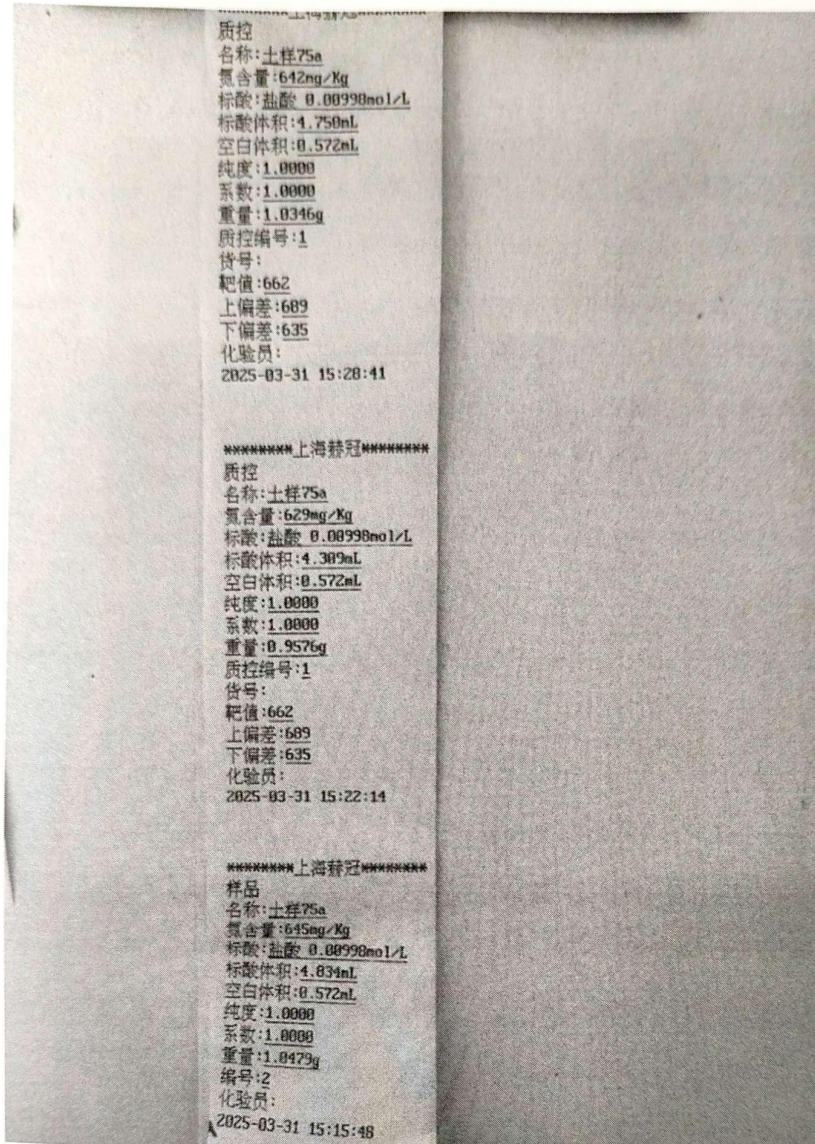
四. 溯源性及定值方法

本标准物质采用多个实验室联合定值方法进行赋值, 赋值方法为凯氏定氮法, 适用标准 JJF117-2014。通过使用满足计量学特性要求的测量方法和计量器具, 保证标准物质特性量值的溯源性。

五. 包装、储存及使用

本标准物质以玻璃瓶封装, 每瓶 40g, 在避光、干燥、清洁、室温处保存, 打开和使用过程中严格防止玷污。规定最小取样量为 0.5g, 使用时请不要少于该取样量。

附图 4-3 土壤中全氮质量控制物质标准物质证书



附图 4-4 土壤样品 75a 氮含量检测报告

低氮含量样品

<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1061mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:7.756mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0221g 编号:25 化验员: 2024-12-20 14:55:01</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1061mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:15.16mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.9903g 编号:30 化验员: 2024-12-20 15:26:30</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1056mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:13.576mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.4736g 编号:34 化验员: 2024-12-20 16:46:55</p>
<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1062mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:7.815mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0290g 编号:24 化验员: 2024-12-20 14:48:58</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1057mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:13.695mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.4887g 编号:29 化验员: 2024-12-20 15:28:16</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1063mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:13.706mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.4982g 编号:33 化验员: 2024-12-20 15:45:13</p>
<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1063mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:7.496mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.9866g 编号:23 化验员: 2024-12-20 14:42:50</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1065mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:13.786mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.4973g 编号:20 化验员: 2024-12-20 15:13:44</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1064mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:13.901mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.5213g 编号:32 化验员: 2024-12-20 15:38:51</p>
<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1061mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:7.860mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0362g 编号:22 化验员: 2024-12-20 14:36:46</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1056mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:7.703mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0201g 编号:27 化验员: 2024-12-20 15:07:39</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1060mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:15.293mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0175g 编号:31 化验员: 2024-12-20 15:32:40</p>
<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1061mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:7.704mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0229g 编号:21 化验员: 2024-12-20 14:30:41</p>	<p>*****上海科环***** 样品 名称:1mgN硫酸铵 氮含量:1053mg/Kg 称取:盐酸 0.00990mol/L 称取体积:7.767mL 空白体积:0.273mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0316g 编号:26 化验员: 2024-12-20 15:01:19</p>	

附图 5 低含氮量样品检测报告

概述

本标准溶液是量值准确可靠, 稳定性良好, 便于携带和使用的工作标准物质。广泛应用于电子、表面处理、化学品、汽车配件、环保、检测机构、科研单位、能源、食品、材料、半导体、医药等领域, 用于滴定分析及相关的分析方法确认与评价, 测量质量控制、认证考核、计量系统量值传递等相关工作。

一、标准溶液的制备

该标准溶液参照 GB/T601-2016 《化学试剂标准滴定溶液的制备》中关于盐酸标准溶液配制要求, 并结合我公司实际生产量同比例放大进行配制。

二、标准值及不确定度

在 20℃ 时, 盐酸标准溶液的浓度为 0.009983 mol/L。

相对扩展不确定度为 0.5 %, 取 $k=2$ 。

三、定值分析方法

参照 GB/T601-2016 《化学试剂标准滴定溶液的制备》推荐的方法及一级标准物质技术规范 (JJF 1006-1994) 要求, 用国家标准物质氢氧化钠标准溶液 [GBW (E) 081126] 做标准, 指示剂法进行滴定分析, 确定盐酸标准溶液的标准值。由两名分析人员各测量两平行, 取总平均值作为标准值。

四、有效期

有效期 1 年。

五、包装

本标准物质包装有 1 升/瓶、500 毫升/瓶。

证书中标准物质编号最后一位 “*” 代表不同包装。

六、使用和储存注意事项

1. 由于室温变化会引起溶液浓度的微小变化, 因此本标准物质应在 (20 ± 2) °C 范围内使用, 若室温超过此范围可查 GB/T 601-2016 《化学试剂标准滴定溶液的制备》附录表进行体积校正。使用前摇匀, 以倒出方式使用, 用后随时将瓶盖拧紧。

2. 于阴凉干燥处存放, 避免阳光直晒。

共 2 页 第 2 页

附图 6 低含氮量样品滴定标准酸证书

一般氮含量样品

<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.062(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:7.792mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0325g 编号:5 化验员: 2024-12-21 10:41:56</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.061(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:15.336mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:2.0319g 编号:10 化验员: 2024-12-21 11:12:39</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.062(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:4.861mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.5375g 编号:14 化验员: 2024-12-21 12:36:31</p>
<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.062(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:7.033mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0369g 质控编号:1 货号: 均值:1.0610 上偏差:1.0710 下偏差:1.0510 化验员: 2024-12-21 10:32:35</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.062(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:3.951mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.5236g 编号:9 化验员: 2024-12-21 11:06:33</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.062(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:3.915mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.5176g 编号:13 化验员: 2024-12-21 11:30:43</p>
<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.057(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:7.506mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.9980g 编号:3 化验员: 2024-12-21 10:26:34</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.062(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:3.995mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.5206g 编号:8 化验员: 2024-12-21 11:00:22</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.063(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:3.915mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.5176g 编号:13 化验员: 2024-12-21 11:30:43</p>
<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.061(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:7.759mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0280g 编号:2 化验员: 2024-12-21 10:20:21</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.061(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:7.667mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0153g 编号:7 化验员: 2024-12-21 10:54:23</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.066(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:3.904mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:0.5145g 编号:12 化验员: 2024-12-21 11:24:45</p>
<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.059(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:7.017mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0374g 编号:1 化验员: 2024-12-21 10:14:12</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.061(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:7.065mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:1.0404g 编号:6 化验员: 2024-12-21 10:48:07</p>	<p>*****上海赫冠*****</p> <p>样品 名称:10mgN硫酸铵 氮含量:1.06(g/g) 标液:盐酸 0.10030mol/L 标液体积:15.120mL 空白体积:0.033mL 纯度:1.0000 系数:1.0000 重量:2.0049g 编号:11 化验员: 2024-12-21 11:10:46</p>

附图 7 一般氮含量样品 (硫酸铵检测数据)

概述

本标准溶液主要用于滴定分析作为酸量标准使用,也可作为工作标准在其他分析测量中使用。

一、标准溶液的制备

该标准溶液参照 GB/T601-2016《化学试剂标准滴定溶液的制备》中关于盐酸标准溶液配制要求,并结合我公司实际生产量同比例放大进行配制。均匀性初检合格后,使用自动罐装、贴标分装到聚乙烯瓶中,然后再次进行成品均匀性检验、成品定值,合格品入库。

二、标准值及不确定度

在 20℃ 时,盐酸标准溶液的浓度为 0.1003 mol/L

相对扩展不确定度为 0.2 %, 取 $k=2$ 。

三、溯源性及定值方法

参照 GB/T601-2016《化学试剂标准滴定溶液的制备》推荐的方法及一级标准物质技术规范 (JJF 1006-1994) 要求,用国家一级标准物质 [GBW06101g] 碳酸钠纯度标准物质做标准物,容量法进行滴定分析,确定盐酸标准溶液的标准值。由两名分析人员各测量五平行,取总平均值作为标准值。

四、均匀性检验及稳定性考察

用定值分析方法—容量法进行滴定分析,对每批标准溶液随机抽样进行均匀性检验,用 F 检验法判定整批样品的均匀性。用定值时使用的滴定分析法对同一批合格成品进行稳定性监测,经检验该标准溶液的稳定性达到一年以上 (一年内标准值保持在定值的不确定度范围内)。

有效期 1 年。

五、包装

本标准溶液包装有 1 升/瓶、500 毫升/瓶。

六、使用和储存注意事项

1. 由于室温变化会引起溶液浓度的微小变化,因此本标准物质应在 (20 ± 2) °C 范围内使用,若室温超过此范围可查 GB/T 601-2016《化学试剂标准滴定溶液的制备》附录表进行体积校正。使用前摇匀,以倒出方式使用,用后随时将瓶盖拧紧。

2. 于室温干燥处存放,避免阳光直射。

共 2 页 第 2 页

附图 8 一般氮含量样品检测所用标准酸

高氮含量样品



附图 9 高氮含量样品 (硫酸铵检测数据)



中国海关科学技术研究中心
仪器设备验评与认证平台

中国海关科学技术研究中心
仪器设备验评与认证平台

地址：北京市朝阳区甜水园街6号
电话：010-81318353