

## 总氮试剂简易操作流程

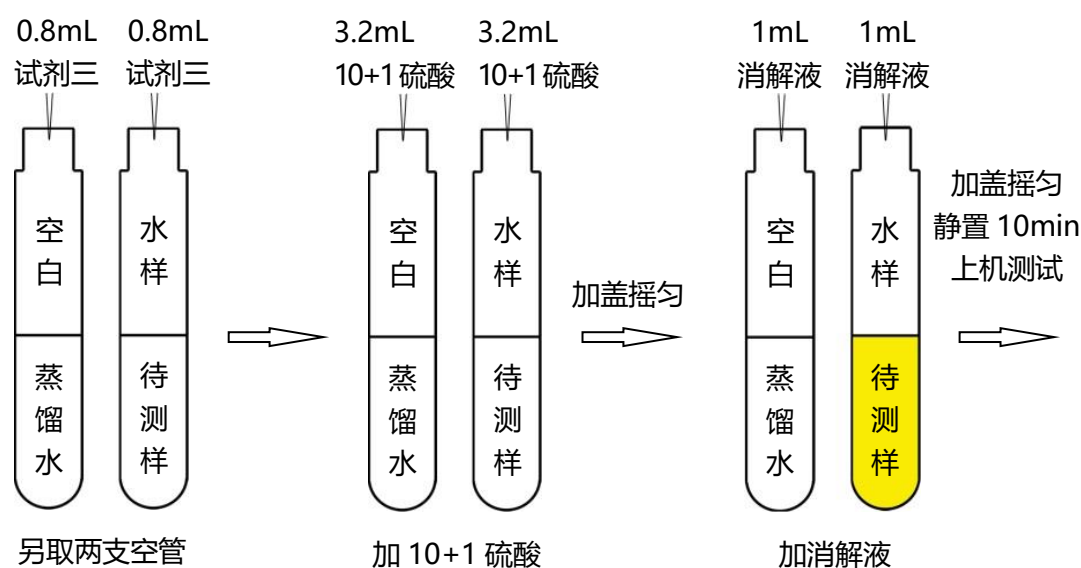
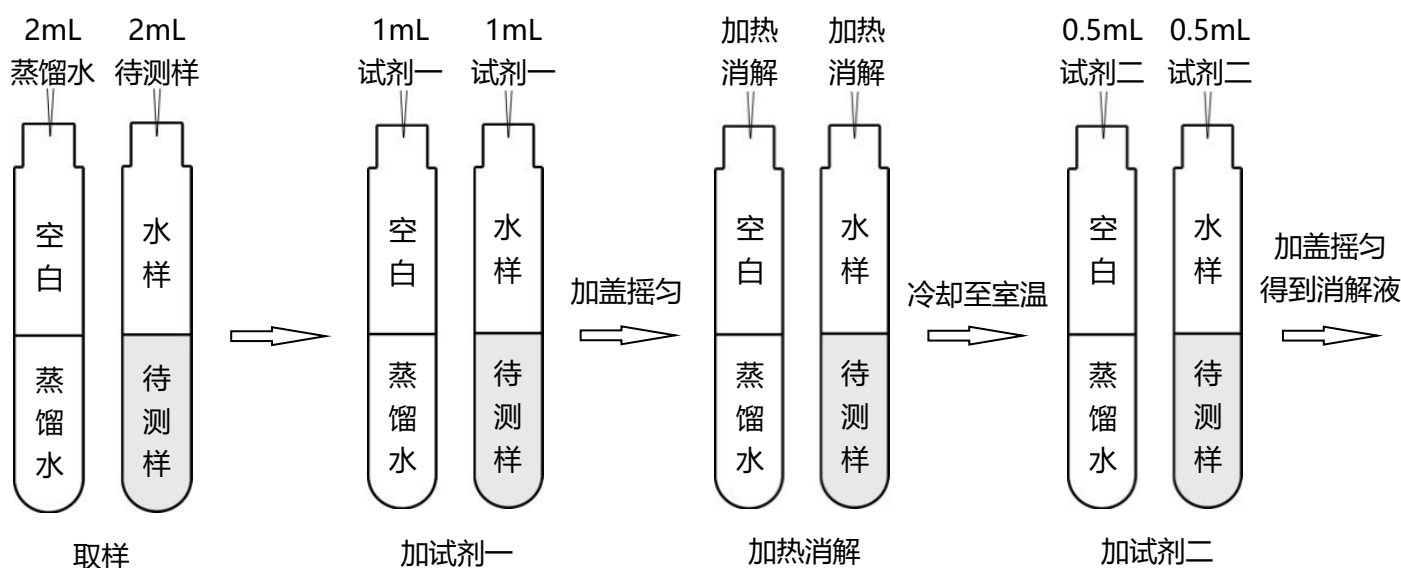
**消解仪预热：**打开消解仪电源，选择总氮消解模式（125℃，30min），按确认（或启动），消解仪自动升温预热；

**浓度预判：**测试水样前，首先对水样的总氮值进行预判，选择对应量程范围的操作步骤，例：预判总氮浓度值为 0-20mg/L 之间，需要选择 0-20mg/L 量程的操作步骤；预判总氮浓度值为 20-100mg/L，则选择 20-100mg/L 量程的操作步骤。

**注意事项：**【3.2mL (10+1) 硫酸 和 0.8mL 总氮试剂（三）】，一般情况下建议分开量取使用；如果测试频率较高，也可将总氮试剂（三）用 (10+1) 硫酸稀释 5 倍后备用，使用时直接取 4mL 加入测试管内（注意：稀释 5 倍后的混合液保质期短，稀释后请尽快使用，详情请咨询制造商或销售代表。）总氮消解后的管子可能很难清洗干净，可选取几支试管专做总氮的消解。

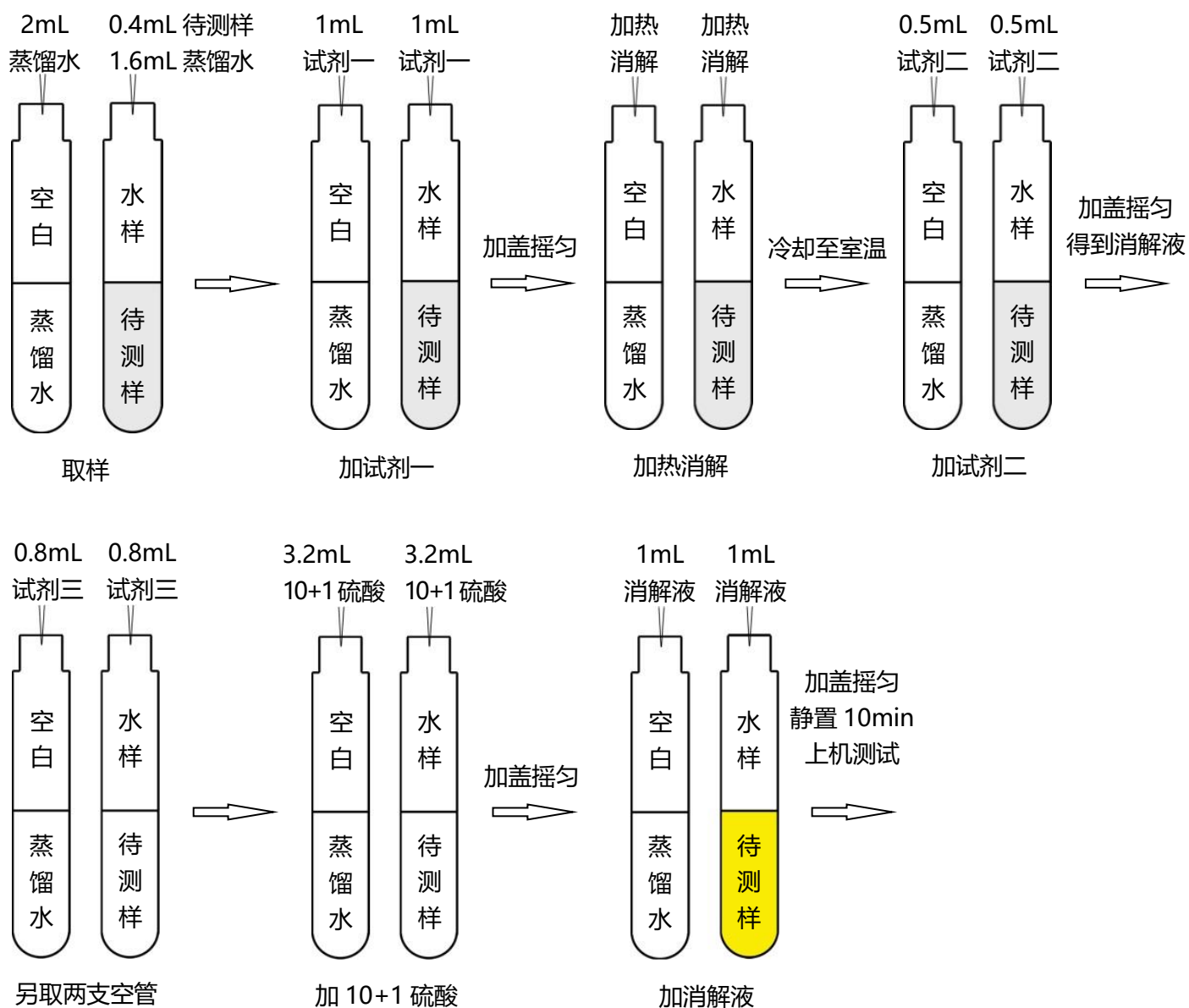
### 1、当预判值为 0-20mg/L 范围时

如有总氮，水样显示棕黄色，颜色越深水样的浓度值越高。分析程序：**总氮 L**；注意超量程提示！



## 2、当预判值为 20-100mg/L 范围时

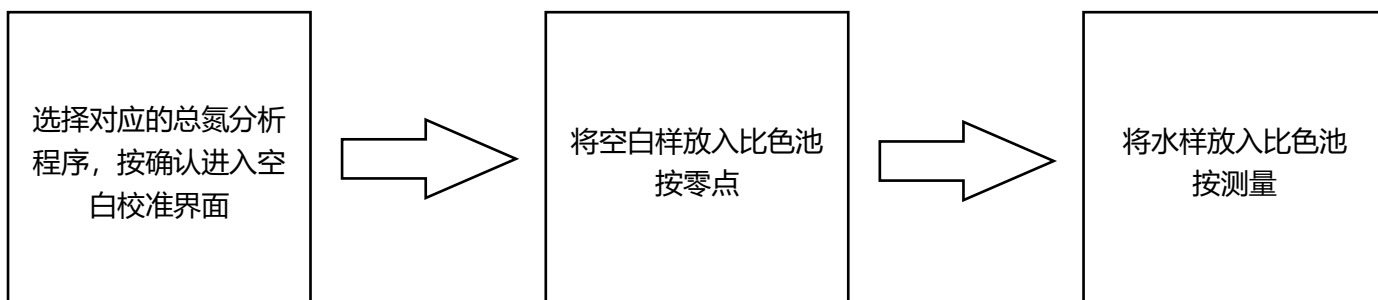
如有总氮，水样显示棕黄色，颜色越深水样的浓度值越高。分析程序：**总氮 H**；注意超量程提示！



## 3、当预判值超出 100mg/L 时

需将水样稀释到上述 1-2 节对应的浓度值，然后再根据对应范围进行操作，测定结果乘以稀释倍数即可。

## 4、上机测试步骤



## 5、注意事项

- ◆ 如有总氮，水样显示棕黄色，颜色越深水样的浓度值越高。
- ◆ 注意交叉污染，不同液体采用不同量取用具（使用移液枪注意更换枪头）。
- ◆ 采用合适的移液用具取液，不能使用 5mL 的移液枪移去 2mL 及以下的液体，小于等于 2mL 的液体，建议采用 1mL 规格的移液枪移取 2 次。
- ◆ 采用移液枪，需经常对移液枪进行校准（建议每周一次），使用过程注意更换吸头。
- ◆ 消解器升温、消解过程，须盖上防护罩。消解过程谨防烫伤，注意消解器高温区域。
- ◆ 消解管从消解器取出后轻拿轻放，每次取一支，禁止同时取出多支，注意高温，禁止摇晃。
- ◆ 冷却过程可以自然冷却，也可以水冷，但是温度必须在 100°C 以下才能进行水冷。
- ◆ 消解后的水样必须完全冷却后才能进行下一步操作。
- ◆ 消解后的样品管必须是澄清透亮的（有颜色但必须是不浑浊、无悬浮物的）

## 6、总氮样品的采集与保存

- 样品采集时应使用洁净的玻璃或塑料容器，采集至少 100 mL 样品。采样后立即分析得到的结果最为可靠。
- 采样后立即分析结果最可靠。如不能立即分析，请使用硫酸(2mL浓硫酸/L水)将样品的 pH 值调整至 2 或者 2 以下保存。将样品置于 4°C 的条件下进行保存。样品最长可以保存 28 天。
- 采样前需将样品池搅拌均匀，采集均质化含有固体颗粒物的样品，确保样品具有代表性（总氮分为可滤性总氮和总氮。① 可滤性总氮：指水中可溶性及含可滤性固体（小于 0.45μm 颗粒物）的含氮量。② 总氮：指可溶性及悬浮颗粒中的含氮量。因此，应明确检测目标后再取样进行检测。）。
- 测试分析前，请先将样品加热至室温，用 5.0N 氢氧化钠溶液中和样品酸性，将样品的 pH 值调整至中性。根据样品体积增加量修正测试结果。

## 7、精度检查

使用总氮标准液验证仪器的准确度或操作是否存在问题。总氮标准液可通过购买国家质控样的方式取得，或条件允许的情况下自己配制。

### 总氮标准溶液方法

总氮标准样品的配制（100mg/L）：称取 0.7218g 经 105°C~110°C 干燥恒重的硝酸钾（GR），溶于适量蒸馏水中，转移溶液于 1000ml 容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，加 2ml 三氯甲烷作保存剂，混匀，至少可稳定 6 个月。

### 精准度的验证

将标准溶液稀释到需要的浓度，按照对应操作步骤进行检测，观察检测结果与标准溶液实际浓度值是否一致。

## 8、方法综述

碱性的过硫酸盐消解过程把所有形式的氮都转换成为硝酸盐氮。消解结束后加入的偏亚硫酸氢钠用于取出卤素类氧化物物质。然后硝酸盐与变色酸在强酸性环境下反应生成一种黄色配合物，该配合物的颜色深浅与总氮浓度成正比，采用分光光度法，经微电脑技术计算后得出样品总氮值。