

流动分析仪检测沉积物铵态氮/硝态氮/磷酸盐

铵态氮/硝态氮

样品前处理

配制标液

配制反应液

硝态氮

铵态氮

磷酸盐

样品前处理

配制标液

配制反应液

流动分析仪操作流程

铵态氮/硝态氮

样品前处理

1. 称干土（过筛后）0.50g至50ml离心管（精确到0.01g）
2. 加入2.5ml 2M KCl溶液（称取74.55 g 的 KCl，将其溶解并定容至 500 mL）
3. 加入10ml超纯水稀释（即稀释5倍）
4. 摇床180 r/min室温震荡1h
5. 用标准滤纸过滤至新的50ml离心管中
6. 流动分析仪测定

配制标液

1. 用铵态氮/硝态氮的标准溶液分别和2M KCl溶液配制浓度为0.1ppm、0.25ppm、0.5ppm、0.75ppm和1ppm的标液

配制反应液

硝态氮

R1: 氢氧化钠溶液 (500ml)

制备: 氢氧化钠 (NaOH) 4g、十水焦磷酸钠 ($\text{Na}_4\text{O}_7\text{P}_2\cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 5g

将氢氧化钠溶解于400ml蒸馏水/超纯水中, 加入十水焦磷酸钠溶解。定容到500ml

保质期3个月, 室温存放

R2: 硫酸肼工作液 (100ml)

配置R2需要先配置A、B、C三个储备液

A 五水硫酸铜 ($\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 将0.195g硫酸铜(II)溶于约400ml超纯水中, 放入500毫升容量瓶中定容。保质期3个月

B 七水硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 将4.5g硫酸锌溶于约80ml超纯水中, 放入100毫升容量瓶中定容。保质期3个月

C 硫酸肼 ($\text{N}_2\text{H}_4\cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) 将1g硫酸肼溶于约80ml超纯水中, 放入100毫升容量瓶中定容。保质期1周

将硫酸铜原液 (1.5ml)、硫酸锌原液 (1ml) 和硫酸肼原液 (6.5ml) 加入约80毫升蒸馏水中, 取100毫升容瓶, 定容。保质期1天。

R3: 显色剂 (500ml)

浓盐酸 (32%) 16.5 ml (但由于实验室的盐酸一般为36%~38%, 所以需要换算), 磺胺 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$) 2.5g, N-(1-萘基)二盐酸乙二胺 ($\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2$) 0.125g

用400ml蒸馏水稀释盐酸。加入磺胺溶解。加入N-(1-萘基)乙二胺和盐酸溶解。定容到500ml。保质期1个月

铵态氮

R1: 水杨酸钠溶液 (250ml)

水杨酸钠 ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})(\text{COO})\text{Na}$) 32.5g, 柠檬酸钠 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 32.5g, 硝普钠 ($\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0.245g

将水杨酸钠和柠檬酸钠溶解于200ml蒸馏水中。如果需要, 用硝酸溶液将pH值调整到< 8.0 (直接用pH试纸测一下就可以, 一般正常配置pH不用调)。加入硝普钠溶解。定容到250毫升。保质期1周。

R2: DIC溶液 (250ml)

氢氧化钠8g 二氯乙腈尿酸钠 ($\text{NaC}_3\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0.5g

将氢氧化钠溶解于200ml蒸馏水中, 冷却后加入二氯异氰尿酸钠。定容到250毫升。保质期1周。

磷酸盐

样品前处理

1. 称干土（过20目筛后）1.0g至50ml离心管（土样过少称0.5g，后续加入的浸提液等比减少即可）
2. 加入20ml 0.5M NaHCO_3 溶液（称取42g NaHCO_3 ，将其溶解并定容至 1L）
3. 加入半勺无磷活性炭
4. 摇床180 r/min室温震荡1h
5. 立即用无磷滤纸过滤至新的50ml离心管中
6. 吸取2ml的滤液加入到5ml注射器中，过0.45 μm 的滤膜
7. 加入5ml浓度1%的稀硫酸，中和滤液中的碳酸氢钠（即稀释3.5倍）
8. 流动分析仪测定

配制标液

1. 取20ml碳酸氢钠和50ml 1% 稀硫酸配制成中和溶液进行标液的稀释
2. 用磷酸盐标准溶液和上述中和溶液配制浓度为0.1ppm、0.25ppm、0.5ppm、0.75ppm和1ppm的磷酸盐标液

配制反应液

R1: (100ml)

配置R1需要先配置A、B、C三个储备液

A 硫酸溶液（2.5M 500ml）：70ml浓硫酸溶于400ml，定容到500ml。室温保存，保质期3个月

B 酒石酸锑钾溶液（100ml）：320mg溶解定容至100ml。4℃保存，保质期1个月

C 钼酸铵（250ml）：4g溶解定容至100ml。4℃保存，保质期1个月

将A（35ml）、B（3.5ml）和C（10.5ml）混合。4℃保存，保质期1周。

R2: 抗坏血酸溶液（250ml）

4.5g抗坏血酸溶解并定容至250ml。4℃保存，保质期1周

流动分析仪操作流程

1. 开启氮气钢瓶总阀（至少旋转一周半），调节分压到0.2单位。
2. 更换并补充冲洗液（超纯水），总体积不少于4升，吸液管在液面以下。目前测试发现测试氨氮需要购买屈臣氏的蒸馏水，硝氮可以用实验室的超纯水。
3. 开启主机电源，等待其自检完毕（约1分钟）。
4. 点击主机触控面板Tools Service Req.→Rinse→Flush Diluters，等待取样针清洗完毕后，反复操作Flush Diluters共三次。如果测试氨氮，需要配置稀盐酸（浓盐酸15ml 超纯水85ml）多次清洗后再用超纯水多次清洗。
5. 点击主机触控面板Tools Service Req.→Cuvettes→Load Cuvette Storage，等待主机右侧蓝色盖板下比色杯托盘推出，打开蓝色盖板，添加比色杯，之后盖上蓝色盖板，观察比色杯托盘收回。
6. 点击主机触控面板Tools Service Req.→Cuvettes→load Cuvette Dise，装载新比色杯。
7. 等待主机预热，预热时间不少于1小时（左侧低温12℃，右侧加热40℃）
8. 电脑开机后1分钟才可以打开操作软件DiscreteAccess，进入软件后，按组合键Ctrl+F12，跳过用户名和密码。
9. 点击软件主界面主页中左上角断开的按钮，软件连接主机后显示已连接192.168.0.200
10. 点击设置→方法设置→编辑方法校正界面浓度
11. 点击设置→表格设置→新建→选择方法→编写样品表格
12. 打开主机左侧蓝色盖板，按方法要求及表格设定，摆放好试剂、标准、样品和稀释液（与样品制备机制相同）
13. 点击设置→表格设置→选择表格→右侧全部扫描，等待设备扫描试剂、标准、样品和稀释液无异常，否则需要调整位置或补充液体。
14. 点击下方启动分析，编写实验数据名称。
15. 等待实验分析。

关机流程

1. 清理主机左侧蓝色盖板下试剂、标准、样品和稀释液
2. 点击主机触控面板Tools Service Req.→Rinse→Flush Diluters，等待取样针清洗完毕后，反复操作Flush Diluters共三次。
3. 清理废液桶
4. 点击主机触控面板Tools Service Req.→Cuvettes→Unload Used Cuvettes，卸掉已用比色杯
5. 清理主机右侧门收集箱内的废比色杯
6. 关闭氮气钢瓶总阀
7. 关闭主机电源
8. 打开主机防护罩，打开滤光片舱盖，如有必要取出滤光片放入干燥器中
9. 待主机冷却后，关闭滤光片舱盖，关闭主机防护罩。

