

植物全氮的测定

—— H_2SO_4 - H_2O_2 消解, AA3 连续流动分析仪测定

全氮 H_2SO_4 - H_2O_2 消解 德国 SEAL 流动分析仪 Auto Analyzer3

一、方法原理

AA3 型连续流动分析仪主要由采样器、泵、化学模块及数字比色计组成。采用空气片段连续流动分析技术,将样品和试剂在一个连续流动的系统内均匀混合,每个样品被均匀的气泡分割,以降低液体的扩散度及样品之间的交叉污染。连接的电脑装有操作软件(AACE),能进行自动分析的控制和计算。分析流程是标准溶液和样品通过采样器被蠕动泵吸出并流过整个系统,同时泵还连续不断地输送各个分析方法所需的试剂,并吸入空气将流体分割成片段,在同样条件下(包括时间、流动速度、温度、清洗比等),每个片段在混合圈中充分混合并发生反应生成有色化合物,通过检测器比色,最后将比色信号输入电脑,软件进行数据处理并生成报告。

AA3 型连续流动分析仪测定全氮的化学原理是样品(消解液)中的铵态氮与水杨酸钠和次氯酸钠反应生成蓝色化合物,在 660 nm 波长处测定其吸收值,以硝普钠作为催化剂。此反应要求 pH 为 12.8~13.1, $\text{NH}_4^+\text{-N}$ 测定范围为 0~25 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

二、主要仪器

AA3 型连续流动分析仪、消煮炉、100 mL 刻度消煮管。

三、试剂

1. 缓冲溶液:分别称取 35.8 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4\cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 50 g 酒石酸钾钠及一定量的 NaOH(根据待测液的硫酸浓度确定)溶解于约 600 mL 蒸馏水中,定容至 1000 mL,再加 2 mL Brij-35 混匀。

2. 水杨酸钠:将 40 g 水杨酸钠溶于约 600 mL 蒸馏水中,加 1 g 硝普钠定容至 1000 mL。

3. 次氯酸钠:取 3 mL 含有效氯 52.5 g 的次氯酸钠溶液于 60 mL 蒸馏水中,定容至 100 mL。

4. 吸样器冲洗液:与待测液体积分数相同的硫酸溶液。

以上所用试剂均为分析纯。

四、操作步骤

1. 消解:称取植物样品 0.1××× g(应根据样品含氮量称取样品重量,使其定容至 100 mL 后,待测液含氮在 30 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 内)于 100 mL 消煮管中,加入 5 mL 浓硫酸,按照植物样品消解方法,加 H_2O_2 消煮,同时做空白试验。消煮结束后,将消解液定容至 100 mL。空白洗入 50 mL 量瓶中,定容至刻度备用。

2. 标准曲线的配制:吸取上述空白溶液 25 mL 于 50 mL 容量瓶中,再分别给容量瓶中加入 100 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 $\text{NH}_4^+\text{-N}$ 标准溶液,配制成含 $\text{NH}_4^+\text{-N}$ 分别为 0、5、10、15、20、25 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的标准系列。

3. 测定:小心地用上清液润洗样品杯,然后再用上清液装杯。在样品托盘上先装入标准曲线杯(从大到小的顺序),再装样品杯,用 AA3 连续流动分析仪测定。

五、结果计算

$$\text{植物样品全 N 含量 (g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{\rho(\text{N}) \times 100}{m} \times 10^{-3}$$

式中： $\rho(\text{N})$ ——待测液 $\text{NH}_4^+ - \text{N}$ 的质量浓度 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)；

100——测定体积 (mL)；

10^{-3} ——将 μg 换算成 mg ；

m ——样品质量 (g)。

参考文献

Bran-LuBBé. Continuous Flow Applications Total Kjeldahl Nitrogen in acid Digests.