

一. 试剂配制

1、标准溶液

盐酸标准溶液[c (HCl)=0.1000 mol/L]，移取 9 mL 浓盐酸（盐酸浓度 36%~38%）用蒸馏水稀释并定容至 1000 mL 容量瓶，摇匀，用无水碳酸钠进行标定。

无水碳酸钠标定方法：取 50mL 蒸馏水，加入 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，用配置好的盐酸溶液滴定至溶液由变为暗红色，消耗盐酸体积记为 V₀；再准确称取经 300℃ 烘干 1 小时的无水碳酸钠 0.2g，精确至 0.0001，记为 m，溶于少量蒸馏水中定容至 50mL，加入 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，用配置好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 3 分钟，冷却后继续滴定至溶液呈暗红色，消耗盐酸体积记为 V。

$$C (HCl) = m / [(V - V_0) * 0.05299]$$
 其中 C (HCl) 单位为 mol/L。

2、40%氢氧化钠溶液 1000 ml (400 g/L)

400g 氢氧化钠溶解于 1000mL 无氨蒸馏水中；

3、2%浓度硼酸溶液 2000 ml (20g/L)

分析纯硼酸 40g 溶于 2000ml 无氨蒸馏水中；

4、甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

A：称取 0.1g 甲基红，用无水乙醇定容至 100 ml；

B：称取 0.1g 溴甲酚绿，用无水乙醇定容至 100 ml.

临用时按照 A:B=1:5 混匀。取 10ml 加入 1000ml 硼酸溶液中。

5、高锰酸钾溶液：2.5g 高锰酸钾溶于 50mL 蒸馏水中。

6、1:1 硫酸溶液：100mL 浓硫酸缓慢加入 100ml 蒸馏水中，边加边搅拌。

二. 样品消解

1. 称取风干土样过 40 目筛的土样约 0.5g（记录质量 w），加入消化管中，同时取空消化管两支，分别往每管中加入 1mL 高锰酸钾溶液，轻轻晃动消化管，慢慢加入 2mL 1:1 硫酸溶液，轻轻晃动消化管，室温静置 5min；

2. 加 0.5g 还原铁粉于消化管底部，尽量保证不沾壁，轻轻晃动消化管后室温静置 10min；3. 将 20 支消化管全部置于石墨消解仪上，盖好盖子，打开废气回收系统以及石墨消解仪，温度设置为：直线加热 100℃，40min；

4. 取出消化管冷却后开盖，每管中加入加速剂 2g，用移液管加入 10mL 浓硫酸，摇匀，重新放置在消解仪上，盖好盖子，温度设置为：曲线加热 100℃，10min；200℃，10min；350℃，30min；400℃，1h；观察样本呈现黄绿色即为消解完全，否则，继续加热消解至样本呈黄绿色。

5. 取出消化管冷却至室温，切勿在样品冷却之前开盖。

6. 关闭石墨消解仪，待样品冷却后关掉废气回收系统。

三. 全氮测定

1. 将滴定酸桶，硼酸桶，碱桶，蒸馏水桶管路按照标示插好（滴定酸桶的管子应插到底部），将硼酸桶，碱桶，蒸馏水桶的液位检测插好。
2. 打开定氮仪与循环水系统，进入清洗界面，先进行两次硼酸清洗管路，再进行一次换酸清洗，一次碱管路清洗。
3. 装一只空的消化管，关好防护门。点击【测试】菜单系统自动进入操作模式界面，选择【自动测试】，常规，设置参数为：样品编号；样品重量：0.000g。滴定酸浓度：标定好的盐酸浓度(mol/L)；空白值：0.000mL；蛋白系数：样品固定的转换系数。硼酸：15ml；稀释水：20mL；碱液：0mL；蒸馏：5min；设置完成后，点击【确定】即可进入自动测试功能。
4. 测试完成后打印测定结果。
5. 打开安全门，戴棉质手套取出消化管，放入样品空白管，关好防护门。点击【测试】菜单系统自动进入操作模式界面，选择【自动测试】，常规，碱液参数设置为40mL，其余参数同步骤3，重复步骤3。
6. 样品测定：设置参数为：样品编号；样品重量：称取的样品实际质量，g。滴定酸浓度：标定好的盐酸浓度(mol/L)；空白值：两支空白管滴定用酸量的平均值，mL；蛋白系数：样品固定的转换系数。硼酸：15ml；稀释水：20mL；碱液：40mL；蒸馏：5min；设置完成后，点击【确定】即可进入自动测试功能。
7. 测试完成后打印测定结果。
8. 进行仪器清洗，然后关闭循环水系统及定氮仪，然后清洁仪器。

四. 注意事项

1. 禁止使用边缘有缺口，或者有裂缝的消化管进行消解，消解时盖子放置好，以免废气泄露，消解仪工作状态尽量不要靠近仪器，但是要经常观察管内变化，若出现异常情况，立即断电。
2. 开始蒸馏时，消化管中液体的总体积以不超过总体积的1/3。
3. 拿取消化管时，注意高温烫伤。放置消化管时，左右旋转几下，确保消化管与蒸馏头密封。
4. 每日做完实验要用洗瓶冲洗蒸馏头残余碱液，仪器前部的槽皿中，如果积有液体，请擦洗干净。
5. 为了延长防溅装置的使用寿命，请每天工作结束后清洗两次左右：即消化管加水150mL空蒸5分钟。（空蒸仪器把加碱量设置为“0”）。
6. 关机前，需将接收杯内液体排净，仪器使用结束后要关闭水源、电源，仪器上要放置一空消化管（防止防溅装置内残留液体流到仪器上）。