

# 新编化验员工作手册

XINBIANHUAYANYUANGONGZUOSHOUCE



## 第八章 定量分析过程

定量分析的任务是测定物质中各组分的含量。要完成一项定量分析工作,通常包括采样、制样、试样的分解、消除干扰、分析测定和结果计算等步骤。

### 第一节 样品的采集、制备与保存

样品的采集简称采样(又称检样、捡样、取样、抽样等),是为了进行检验而从大量物料中抽取的一定量具有代表性的样品。在实际工作中,要化验的物料常常是大量的,其组成有的比较均匀,有的却很不均匀。化验日时所取的分析试样只需几克、几十毫克、甚至更少,而分析结果必须能代表全部物料的平均组成。因此,必须正确地采取具有足够代表性的“平均试样”,并将其制备成分析试样。若所采集的样品组成没有代表性,那么以下的分析过程再准确也是无用的,甚至可能导致错误的结论,给生产或科研带来很大的损失。

#### 一、采样的原则与方法

采样方法是以数理统计学和概率论为理论基础建立起来的。一般情况下,经常使用随机采样和计数采样的方法。不同行业的分析对象是各不相同的,例如有金属、矿石、土壤、石油、化工产品、天然气、工业用水、药品、食品、饲料等等。若按物料的形态,则可分为固态、液态和气态三种。而从各组分在试样中的分布情况看,则不外乎有分布得比较均匀和分布得不均匀两种。显然对于不同的分析对象和分析要求,分析前试样的采集及制备也是不同的。因此采样及制备样品的具体步骤应根据分析的要求、试样的性质、均匀程度、数量多少等等来决定。这些步骤和细节在有关产品的国家标准和部颁标准中都有详细规定,例如《化学试剂取样及验收规则》(GB612-88)、《水泥取样方法》(GB12573-90)以及《天然气的取样方法》(GB13609-92)等。这里仅就一些采样的基本原则和方法作些简要说明。

##### 1. 组成比较均匀的物料

一般来说,化工产品、金属试样、粮食、油料、水样、气态试样等组成比较均匀,任意来取一部分,或稍加混合后取一部分,即成为具有代表性的分析试样。

(1) 固态物料 金属或合金组成比较均匀的材料取样时,可根据具体条件,采用刨取法、车取法、铰取法、钻取法、剪取法等不同方法。在切削或钻取时,转速不宜太快,以免高温氧化,影响碳、硫等元素的分析结果。金属材料在浇铸、轧制、冷却过程中会产生元素的偏析,使元素分布产生一定的差异。因此,取样时应先将表面处理,然后用钢钻在不同部位和深度钻取碎屑。一定要注意取样部位和切削粒度,以提高试样的均匀性和代表性。

粮食、食糖、食盐、水泥、化肥以及化工产品等组成比较均匀,可按产品的批量大小、包装、

存放方式,采取不同的取样方法。例如大量粮食、油料若按仓房采样,则可根据堆形和面积大小分区设点,每区面积不超过  $50\text{m}^2$ ,各区设中心和四角五个点,区数在两个和两个以上的,两区界线上的两个点为共有点,料堆边缘的点设在距边缘约  $50\text{cm}$  处。然后按料堆高度分层;堆高在  $2\text{m}$  以下的,分上、下两层;堆高在  $2\sim 3\text{m}$  的,分上、中、下三层,上层应在料堆下  $10\sim 20\text{cm}$  处,中层在料堆中间,下层在距底部  $20\text{cm}$  处;如遇料堆更高时,可酌情增加层数。这样按区按点,先上后下逐层采样,最后汇总混合作为分析试样。对动态物料的采样,可根据被检物料数量和机械传送速度,定出采样次数,间隔时间和每次应采数量,然后定时在横断面采取样品,最后混合作为分析试样。若按包装采样,则可根据一定的比例(如按总包数的  $5\%$ 、 $3\%$  等),在相应数量的包装中,采样点分布均匀地各取一定数量的样品,混匀后,即可作为分析试样。

(2)液态物料 液态物料如植物油脂、酒、石油、化学溶剂等组成均匀,可根据包装情况采用不同的取样方法。对贮存在大容器内的物料,可分区分层采取小样,再将各小样汇总混合。如果物料贮存在小容器内,可将密封容器旋转摇荡,颠倒容器,或采用搅合器等方法使液体均匀,任意取一部分即可作为试样。对分装在小容器里的物料,可按预先确定的百分比,从相应数量的容器里分别取样,然后混匀,作为分析试样。也可按公式  $S = \sqrt{N/2}$ ,即从总件数  $N$  中随机抽取数件  $S$ 。从抽取的  $S$  个容器内采取部分试样混匀即得分析试样。对易氧化物料,取样和混匀时,要尽量避免与空气接触。对浓硫酸、某些无水液态产品,由于它们具有强烈的吸水性,表层和内部的成分会有所不同,应分别从不同深度取样,混匀后作为分析试样。对含有易挥发性组成的物料也应同样处理。

(3)气态物料 气体由于扩散作用,其组成比较均匀,但不同存在形式的气体取样方法和取样装置有所不同。采集静态气体的试样时,可在气体容器上装一取样管,用橡皮管与吸气瓶或吸气管等盛气体试样的容器相连接,或直接与气体分析仪相连。采集动态气体的试样,即从气体管道中采取试样时,要注意气体在管道中流动不是完全均匀的。位于管中心的流速较大,接近管壁处流速较小。为了取得均匀的试样,可使气体通过采样器的时间延长,在不同位置 and 不同时间多采集一些试样。对于负压气体,要连接抽气泵取样,对于高压气体,可用预先抽真空的容器抽取试样。如果气体压力过高,在取样管与容器间接一缓冲器。如果取样管不能直接与气体分析仪连接,可把气样收集于取样吸气瓶、吸气管或球胆内。如采集少量气样,也可以用注射器抽取。

如要分析气样中微量组分,应采集较大量气体,用吸收瓶捕集欲测组分,流量计记录采样的体积。取样时要注意防止混入杂质。

## 2. 组成不均匀的物料

对一些粒度大小不均匀,成分混杂不整齐,组成很不均匀的试样,如矿石、煤炭、土壤等,欲采集具有代表性的均匀试样,的确是一项较为复杂的工作。为此,必须按照一定的程序,根据物料总样的多少、存放情况,自物料的各个不同部位采取一定数量粒度不同的样品。取出的份数越多,试样的组成与被分析物料的平均组成越接近。

(1)煤炭、矿石等样品的采集 煤炭、天然矿石组分分布通常很不均匀,取样时要根据堆放情况,从不同的部位和深度选取多个采样点。

如为堆放物料,以堆积量  $100\sim 200\text{t}$  作为一个取样单位分点采样,每点不少于  $1.5\text{kg}$ ,作为原始样品。

若在车、船、仓库中采样,应从料仓的四角及中心底部采样,混合后即原始平均样品。如

试样为袋装,应从每 10、20 或 50 袋中选取一袋,再从选定的各袋中的不同部位各取少量,合并即为一个原始平均试样。确定抽样比时,应根据物料的总量、粒度大小、均匀程度、价值、来源等因素而定。

根据经验,矿石试样采取量可用下列采样公式计算。

$$Q = Kd^a$$

式中  $Q$ ——采取试样的最小质量,kg;

$d$  ——试样中最大颗粒的直径,mm;

$K, a$ ——与被检验物料的均匀程度和易破碎程度有关的经验常数,通常缩分系数  $K$  值在 0.02~0.2 之间, $a$  值在 1.8~2.5 之间。地质部门规定  $a$  值为 2。各类矿石的缩分系数  $K$  见表 8-1

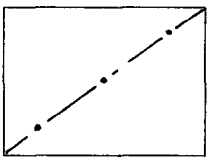
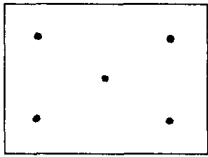
表 8-1 各类矿石的缩分系数参考值

矿石种类	$K$	矿石种类	$K$
铁、锰	0.1~0.2	铅、锌、锡	0.2
铜、钨、钼	0.1~0.5	铋、汞	$\geq 0.1\sim 0.2$
镍(硫化物)、钴	0.2~0.5	菱镁矿、石灰石、白云岩	0.05~0.1
镍(硅酸盐)、铝土矿(均一的)	0.1~0.3	磷灰石、萤石、黄铁矿、高岭土、粘土、石英岩	0.1~0.2
铬	$\leq 0.25\sim 0.3$	明矾、石膏、硼砂	0.2

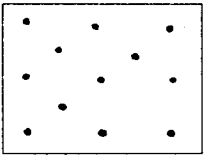
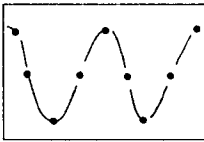
(2)土壤样品的采集 土壤采样是土壤分析中最重要的一环之一,是关系到分析数据和据此得出的结论是否正确的一个先决条件。

土壤样品采集的时间、地点、数量、方法、层次等,视分析目的而定。采样前要先了解采样地区的自然条件、农业生产情况、土壤性状、污染历史和现状,并根据需要布设采样地点。每个采样地点就是一个采样测定单元。在同一个采样测定单元里,如面积不大(2~3 亩以内),可在不同方位上选择 5~10 个有代表性的采样点,其样品为原始样品(见表 8-2)。

表 8-2 土壤采样方法及适用范围

采样方法	采样点分布图	适用范围
对角线法		污水灌溉的田块(由田块进水口向对角引一条斜线,对角线三等分,每等分的中央点作为采样点)
梅花形法		面积较小、地势平坦、土质均匀的田块(可设 5~10 个采样点)

续表

采样方法	采样点分布图	适用范围
棋盘式法		面积中等、地势平坦、地形开阔、但土质不够均匀的田块(一般采样点在 10 个以上),此法也适于被固体废物污染的田块(但采样点应超过 20 个)
蛇形		面积较大、地势不够平坦、土质不够均匀的田块

采样深度一般是在 20cm 以内的耕作土壤和耕作层以下(20~40cm)的土壤,具体情况还须根据分析目的而定。

(3)各部位组分不均匀食品样品的采集 一般根据检验目的和要求,有时需从同一部位采集小样,如皮、肉、核等需分别采集小样;有时要从具有代表性的各个部位采取小样,然后经过充分混合即为原始试样。

### 3. 水样的采集

水是生产与生活的重要资源。由于分析目的不同或水源的性质不同,水样的采集方法各不相同。在水质污染监测分析中采样点的选择是很重要的。采样布点要注意以下几点。

(1)流经城市的河流至少应在城市的上、中、下游各设一个采样断面;城市供水点上游 1km 处至少设一个采样断面。

(2)河面宽度在 30m 以上时,可在左、中、右布设三个采样点;宽度在 30m 以下时,可于左右两边各设一个采样点;10m 以下时,可只在叫,心主流线上设一个采样点。

(3)河流深度超过 3m 时,可在各采样断面的上、下布设两个采样点;水深在 3m 以内时,可只取表层水样。

(4)湖泊、水库等,除在入口与出口处布点外,可按水域面积划块,每块(如 2km<sup>2</sup>)内布一个采样点。水深 10m 以内,可在距水面 30~50cm 处取一个表层水样;水深大于 10m,可同时取表层及底层(距湖底 2m)两个水样。

对于河流、小溪、湖泊等表层水的采集,可利用桥梁、船只、索道采样,将带有绳子的采集器(如图 8-1 投入水中一定深度取样。较浅小河可涉水取样,用于将采样瓶沉于水中,采样者站在下游,向上游方向采集水样,要注意避免搅动沉积物而使水样受污染。

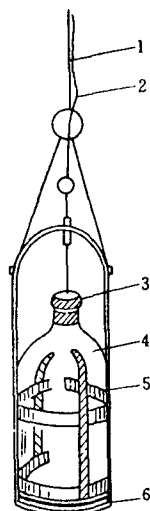


图 8-1 水样采集装置

1 - 绳; 2 - 瓶塞绳; 3 - 瓶塞;

4 - 采样瓶; 5 - 铁架; 6 - 铅块

关于工业废水,不同正业的废水水质差异很大。即使同一种工业的废水,由于生产工艺过程不同废水水质差异也很大。工业废水的水质还会因原材料不均一、工艺的间歇性,随时发生变化。所以采集工业废水样品时,要根据废水的性质、排放情况及分析项目的要求。采用下述四种采集方式。

(1)间隔式平均采样 对于连续排出水质稳定的生产设备,可以间隔一定时间采取等体积的水样,混匀后装入瓶内。

(2)平均取样或平均比例取样 对几个性质相同的生产设备排出的废水,分别采集同体积的水样,混匀后装瓶。对性质不同的生产设备排出的废水,则应先测定流量,然后根据不同的流量按比例采集水样,混匀后装瓶。也可在总废水池中采集混合均匀的废水。

(3)瞬间采样 对通过废水池停留相当时间后继续排出的工业废水,可以一次采取。

(4)单独采样 某些工业废水,如油类和悬浮性固体分布很不均匀,很难采到具有代表性的平均水样。而且在水样放置过程中,水中一些杂质容易浮于水面或沉淀,若从全分析水样中取出一部分用来分析某项目,则会影响到结果的正确性。在这种情况下,则可单独采样,进行全量分析。

关于生活污水,它的组成与人们的作息时间和季节性的食物种类都有关系,一天中不同时间的水质不完全一样,每个月的水质情况也不相同。因此必须根据分析目的,采取不同的采集方式。

采集自来水或有泵水井中的水样时,应将水龙头或泵打开,放水数分钟,使积留在水管中的陈旧水及杂质冲洗掉,然后取样即可。

供一般确定物理性质与化学成分分析用的水样有 2L 即可。如分析项门较多,可适当增大水样量,单项分析用的水样,一般需要 100 ~ 1000mL。

水样瓶可用无色磨口塞的硬质玻璃细颈瓶或聚乙烯塑料瓶。当水样中含有油类或其他有

机物时,以玻璃瓶为宜;当测定微量金属离子时,采用塑料瓶较好,因塑料瓶对金属离子的吸附性较小。测定 SiO<sub>2</sub> 必须用塑料瓶取样。测定特殊项目的水样,可另选专用取样瓶取样,必要时加保存剂。

采样瓶要洗得很干净,正式采样前应用拟采样水体冲洗至少 3 次。然后取样。取样时,水要缓缓流入采样瓶,不要完全装满,水面与瓶塞间要留有空隙(但不超过 1cm),以防水温改变时瓶塞被挤掉。

表 8-3 列出了水质分析中水样的保存方法与可保存的时间。

表 8-3 水样分析中水样保存方法与可保存时间

测定项目	要求体积 mL	贮存用容器 <sup>①</sup>		保存温度 ℃	保存剂	可保存时间	备注
		塑料	玻璃				
酸度	100	+	+4			24h	
碱度	100	+	+4			24h	
pH	50	+	+4			6h	最好现场测定
温度	1000	+	+				现场测定
电导率	100	+	+	4		24h	最好现场测定
浊度	100	+	+	4		7d	
色度	50	+	+	4		24h	
气味	200		+	4		24h	
BOD <sub>5</sub>	1000	+	+	4		6h	
COD	50	+	+		加 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 至 pH < 2	7d	
TOC	25	+	+			24h	
悬浮物	100	+	+	4			7d
残渣	100	+	+	4		7d	
硬度	100	+	+	4		7d	
溶解氧(电极法)	300		+				现场测定
溶解氧(碘量法)	300		+		加 1mL 硫酸锰和 2mL 碱性碘化钾	4~8h	再场测定
正磷酸盐 (总溶解性磷)	50	+	+	4		24h	长时间保存时, 加 40mg/L HgCl <sub>2</sub>
氟化物	300	+	+	4		7d	
氯化物	50	+	+	4		7d	
溴化物	100	+	+	4		24h	
碘化物	100	+	+	4		24h	
氰化物	500	+	+	4	加 NaOH 至 pH 13	24h	现场测定
氨氮	400	+	+	4	加 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 至 pH < 2	24h	
硝酸盐	100	+	+	4	加 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 至 pH < 2	24h	
亚硝酸盐	50	+	+	4		24h	
硫酸盐	50	+	+	4		7d	
硫化物	250	+	+		2mL 乙酸锌溶液	24h	现场测定
亚硫酸盐	50	+	+	4		24h	
砷	100	+	+		加 HNO <sub>3</sub> 至 pH < 2	6个月	
硒	50	+	+		加 HNO <sub>3</sub> 至 pH < 2	7d	
硅	50	+		4		7d	



续表

测定项目	要求体积 mL	贮存用容器 <sup>①</sup>		保存温度 ℃	保存剂	可保存时间	备注	
		塑料	玻璃					
汞(总量)	100	+			加 HNO <sub>3</sub> 至 pH < 2 过滤, 加 HN	13d	用新硬质玻璃	
汞(溶解性)	100	+			O <sub>3</sub> 至 pH < 2	38d		
六价铬			+		加 NaOH 至 pH 8~9	当天测定		
总铬			+		加 HNO <sub>3</sub> 至 pH < 2	当天测定		
酚类	500		+	4	加 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 至 pH < 4 , 1gCuSO <sub>4</sub> /L	24h		
油和脂	1000		+	4	加 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 至 pH < 2	24h		
有机氯农药 (DDT, 666)	2000		+			加入水样量 0.1%的 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		7d

① + 表示可用

## 4. 采样注意事项

(1) 采样前, 应调查物料的货主、来源、种类、批次、生产日期、总量、包装堆积形式、运输情况、贮存条件、贮存时间、可能存在的成分逸散和污染情况, 以及其他一切能揭示物料发生变化的材料。

(2) 采样器械可分为电动的、机械的和手工的三种类型。采样时, 根据需要进行选择不与样品发生化学反应的材料制成的采样器。采样器应便于使用和清洗, 而且坚固耐用。采样时应保持采样器清洁、干燥。

(3) 盛样容器应使用不与样品发生化学反应、不被样品溶解、不使样品质量发生变化的材料制成。当检验微量元素时, 对容器要进行预处理。例如检验铅含量时, 容器在盛样前应先行去铅处理; 检验铬锌含量时, 不能使用镀铬、镀锌的工具和容器; 检验铁含量时, 应避免与铁制工具和铁容器接触; 检验 3, 4-苯并芘时, 样品不能用蜡纸包, 并防止太阳光照射; 检验黄曲霉素时, 样品应避免阳光、紫外光的照射。

如果采样或采样某阶段需要较长时间, 则样品或中间样品要用气密容器保存。采集挥发性物质(如烃类)的样品, 不宜使用塑料和气密性差的容器。对易吸潮的试样, 应放在洁净、干燥、密闭、防潮的容器中。例如水泥试样, 应放在防潮且不易破损的金属容器中。

样品容器应清洁、干燥, 坚固耐用, 密闭性能要好。通常盛样容器有如下几种类型: ①无色透明或棕色的具有磨口塞的可密封玻璃瓶; ②可密封的聚乙烯瓶; ③内衬塑料袋、外用布袋或牛皮纸袋; ④稠密的纺织布、聚乙烯塑料或金属材料的容器。

总之, 盛样容器要依分析项目和被检物料的性质而定。

(4) 采样后要及时记录样品名称、规格型号、批号、等级、产地、采样基数、采样部位、采样人、采样地点、日期、天气、生产厂家名称及详细通讯地址等内容。采样单上填写的字迹要清晰, 并能长期保留不退色。

采集的样品包装后, 应将标有样品编号、采样人单位印章、采样日期的标签贴在样品容器上。再贴上有样品编号、加盖有采样单位和受检单位公章以及采样人印章的封条。

采集的样品应由专人妥善保管, 并尽快送达指定地点, 且要注意防潮、防损、防丢失和防污



染。

样品的交接一定要有文字记录,手续要清楚。

若发现被采物的包装容器受损、腐蚀或渗漏等可疑或异常现象,应及时请示报告,不要进行检验。

## 二、样品的制备与保存

采集的原始平均试样,对一整批物料来说应具有足够的代表性。对组分不均匀的物料,必须经过一定程序的加工处理,才能制备成供分析用的分析试样。

### 1. 样品的制备

样品制备的目的,在于得到十分均匀的样品,使样品在拣取任何部分进行检验时,都能代表全部样品的成分,以取得正确的结果。

粒度较大的固体样品(如矿石)的试样加工程序一般如图 8-3 所示。

(1)样品破碎和过筛 用机械或人工方法把样品逐步破碎,大致可分为粗碎、中碎和细碎等阶段。

①粗碎 用颚式破碎机把大颗粒试样压碎至通过 4~6 网目筛。

②中碎 用盘式粉碎机把粗碎后的试样磨碎至通过 20 网目筛。

③细碎 用盘式粉碎机进一步磨碎,必要时再用研钵研磨,直至通过所要求的筛孔为止。

由于同一物料中难破碎的粗粒与易破碎的细粒的成分往往不同,故每次破碎后过筛时应将未通过筛孔的粗粒进一步破碎,直至全部通过筛子为止。绝不可将未通过筛的粗粒随意丢弃。

过筛时采用标准筛,见第一章第四节。

(2)样品混合均匀 样品破碎过筛后,经过混合使样品达到均匀。混合样品可采用下列方法。

①手工混合 样品连续通过二分器三次,每次通过后将两部分样品合并;小粒度样品( $< 1\text{mm}$ )可用手工三次堆转混合。

②机械混合 样品破碎至一定粒度(如 $< 10\text{mm}$ )后可用双锥混合器或 V 型混合器混合。

(3)样品缩分 由于没有必要把原始试样全部加工成分析试样,因此在制样过程中要多次进行缩分。可用人工或机械(分样器)进行缩分。

人工缩分常用“四分法”。先将已破碎的样品充分混匀,堆成圆锥形,将锥顶压平(也可压成圆饼状或平面正方形),通过平顶的中心按十字形切成四等份,弃去任意对角的两份,保留另两份,混匀。由于样品中不同粒度、不同相对密度的颗粒大体上分布均匀,留下的样品数量虽然仅为原样的一半,但仍能代表原样的成分。

缩分的次数不是随意的,每次缩分后试样粒度与保留的试样量之间,都应符合采样公式(见本节一)。否则应进一步破碎后,再缩分。通常留下 200~500g,送化验室作为分析试样。试样最后的细度应便于溶解。对于较难溶解的试样,要研磨至能通过 100~200 目细筛。

机械缩分常用机械缩分器,它包括:

①定比缩分法 使得到的缩分样的质量正比于缩分前样品的质量。常用的有旋转容器缩分机、旋转圆锥缩分机和回转式缩分器等。

②定量缩分法 使得到的质量基本一致(即质量差异小于 20%,以变异系数  $CV$ ,表示)的

缩分样品的方法。此法不考虑缩分前样品的质量差异。常用的有转换溜槽式、切割式缩分机。

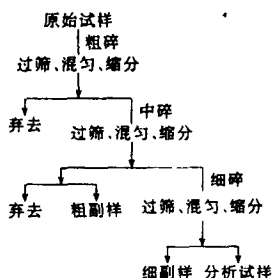


图 8-3

分析试样制备程序示意图

## 2. 样品中湿存水的处理

一般固体试样往往含有湿存水(也称吸湿水),即试样表面及孔隙中吸附的空气中的水分。湿存水含量随样品的粉碎程度、放置时间和空气中湿度的不同而改变,因此试样中各组分的相对含量也必然随着湿存水的多少而改变。为了便于比较,试样各组分相对含量的高低常用干基表示。干基是不含湿存水的试样质量。因此在进行分析之前,必须先将试样烘干,在烘箱中烘干的温度和时间可根据试样的性质而定。受热易分解的试样采用风干或真空干燥的方法干燥。有些物质遇热易爆炸,则只能在室温下放在保厂器中除去水分。对于湿存水的含量,可另取烘干前的试样测定。

在采样和样品制备过程中,必须注意防止待测组分损失和沾污,以保证试样的代表性。制备好的试样贮存于具有磨口玻璃塞的广口瓶中,贴好标签,注明试样编号、名称、来源、采样日期等。

通常把制备好的样品分成三份。一份作为检验用的样品,称为试验样品或检验样品;一份供复验用的样品;一份作为备查用的样品,称为保留样品。试验样品应尽快地送检验部门进行检验。复验样品与保留样品应置于温度适宜、干净的密封容器内,避光妥善保存。

## 3. 食品试样的制备

许多食品的各个部位的组分差异很大,试样化验之前,必须经过制备过程,以得到均匀的试样。食品的种类不同,其试样制备方法也不一样,大致可分以下几种制备方法。

- (1)对于液体或浆状食品,如牛奶、饮料、液体调味品等,可用搅拌器充分搅拌均匀。
  - (2)对于含水量较低的食品,如粮食等,可用研钵或磨粉机磨碎,并混合均匀。
  - (3)对含水量较高的肉类、鱼类、禽类等,须取其可食部分,放入绞肉机中绞匀。
  - (4)对含水量更大的水果和蔬菜等,取其可食部分,放入高速组织捣碎机中捣匀(有时加等量蒸馏水)。
  - (5)对于蛋类,去壳后用打蛋器打匀。
  - (6)对于罐头食品,取可食部分,并取出各种调味品(如辣椒等)后,再制备均匀。
- 制备试样时,必须把带核果实、带骨家禽、带鳞的鱼等样品预先去除核、骨和鳞等非食用部

分,然后进行样品的制备。

样品制备也要根据化验的目的、要求而定。如进行有机农药残留量的检验时,鸡的不同部位其有机农药残留量不同,取样时要加以注意。

#### 4. 样品的保存

对检验结果有怀疑或争议时,可根据具体情况,进行复检。贸易双方在交货时,对某产品的质量是否符合合同中的规定产生分歧,也须要进行复检。如果双方争执较大,还可由双方一起采样检验,或将样品委托权威公正的第三者检验。所以对某些样品应当封好保存一段时间。保存时间的长短,可根据物料种类、检验项目、保存条件及合同中的规定而定。例如水样采集后要及时进行分析,保存时间越短,分析结果越可靠。有关水样的保存方法与保留时间见表8-3。

对于容易腐烂变质的食品样品,往往须要在较低的温度中保存,或采取冷冻干燥的方法保存。

#### 5. 制样注意事项

(1)制样时所用工具不仅要求洁净干燥,而且使用前应用待处理的试样“洗”2~3次。样品制备过程中要防止引入污物、灰尘或其他杂质。制样场所须保持清洁。制备金属试样时,应先除去金属表面的锈、垢、涂层、氧化层等。含水分样品应防上水分变化。

(2)潮湿的样品应先风干或烘干,这样既便于破碎,又可防止堵塞筛孔。

(3)过筛时,应在正常摇动下使样品自然通过筛孔,不得拍、压,以免损坏筛孔。

(4)分析试样应置于恰当的容器中保存,且要标明样品名称、来源、分析项目、编号、日期等项目。复检样品和保留样品均应妥善保存,并按规定保存一定时期,以备复查。

在整个采样、制样过程中应注意安全操作。采样人员必须熟悉被采样品的特性和安全操作的有关知识及处理方法。采样时必须采取预防措施,严防爆炸、中毒、燃烧、腐蚀等事故的发生。

## 第二节 样品的分解 ——无机物分析前样品的处理

在一般分析工作中,除了少量使用干法外,通常都用湿法分析,即先将样品分解,使被测组分定量地转入溶液中,然后进行分析测定。

分解试样的基本要求是:

- (1)试样应分解完全,处理后的溶液不应残留原试样的细屑或粉末;
- (2)试样分解过程中不能引入待测组分,也不能使待测组分有所损失;
- (3)试样分解时所用试剂及反应产物对后续测定应无干扰。

### 一、样品的分解方法

#### 1. 溶解法

溶解法是将试样溶解于水、酸、碱或其他溶剂中。其操作简单、快速,应尽先采用。溶解法

分解试样的适用范围见表 8-4。

表 8-4 溶解法分解试样适用范围

溶 剂	适用 试样	备 注
水(H <sub>2</sub> O)	碱金属盐,铵盐,大多数碱土金属盐; 硝酸,无机卤化物(除 AgX、PbX <sub>2</sub> 、HgX <sub>2</sub> 外)	若稀溶液浑浊时,可加少量相应的酸
盐酸(HCl)	稀 钴、锰、镍、铬、铁等金属; 锆合金、硅铁、含钴、镍的钢; 碱金属、碱土金属为主要成分的矿物, 菱镁矿	盐酸最高沸点 108℃,强酸性,弱还原性,氯离子有一定的 络合能力 还原性溶解,天然氧化物不溶 锗、锡、砷、硒、碲等与盐酸作用时,易生成挥发性的 氯化物,分解或蒸发时要注意防止损失
	浓 二氧化锰、二氧化铅; 铋合金、锡合金、含铋、铅的矿厂;沸石、 橄榄石、低硅含量的硅酸盐、碱性矿渣	
硝酸(HNO <sub>3</sub> )	稀 金属铀、银合金、镉合金、铝合金、汞齐、 铜合金; 含铅矿石	硝酸最高沸点 121℃,强酸性,强氧化性 氧化性溶解 铁、铝、铬等在 HNO <sub>3</sub> 中生成氧化膜而钝化,需加 HCl 才 能溶解 溶样后存在于溶液中的 HNO <sub>2</sub> 和其他氮的低价氧化物 会破坏有机显色剂,应煮沸除去
	浓 汞、硒、硫化物、砷化物、铋化合物; 铋合金、钴合金、镍合金、锌合金、银合金; 铋、镉、铜、铅、镍、钨的硫化物	
	发烟 砷化物、硫化物矿	
硫酸(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	稀 铬及铬钢、镍铁、铝、镁、锌等非铁合金	硫酸最高混点 388℃,强酸性,强氧化性,强脱水能力, 能使有机物炭化 在加热蒸发过程中冒出 SO <sub>3</sub> 白烟时立即停止加热,以免 生成难溶于水的焦硫酸盐
	浓 铈、钨、镍、磷、砷合金、铋合金;含稀土 元素矿物	
磷酸(H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )	锰铁、铬铁、高钨、高铬合金钢; 锰矿、独居石、钛铁矿	磷酸最高沸点 213℃,较强酸性,磷酸根具有一定络合 能力,强分解能力 溶样温度不可过高,冒烟时间不能太长,5min 以内,以 免析出难溶性焦磷酸盐或多磷酸盐
高氯酸(HClO <sub>4</sub> )	铬矿石、钨铁矿石、氟矿石、不锈钢; 镍铬合金、高铬合金钢、汞的硫化物矿	高氯酸沸点 203℃,强酸,强氧化剂和脱水剂 浓、热的 HClO <sub>4</sub> 遇有机物(如滤纸等)易爆炸,应先用浓 HNO <sub>3</sub> 破坏有机物,然后再加 HClO <sub>4</sub>
氢氟酸(HF)	硅、铁、铝、钛、锆、铌、钽; 硅酸盐、石英石、氧化铈、铬合金、钨铁、 硅铁	氢氟酸最高沸点 120℃,主要用于分解含硅试样 分解应在铂器皿中或聚四氟乙烯塑料器皿(<250℃) 中,通风柜内进行。 防止氢氟酸接触皮肤,以免灼伤溃烂
氢碘酸(HI)	汞的硫化物,钡、钙、铬、铅、铋等的硫酸 盐,锡石	
氢氧化钠(NaOH)	钨、钨的无水氧化物; 铝、锌等两性金属及其合金	在银、铂或聚四氟乙烯器皿中溶解
氨水(NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O)	钨、钨的无水氧化物; 氯化银,溴化银	
王水 (HNO <sub>3</sub> + HCl = 3 + 1)	金、铂、钯、钌、铑等金属; 铋、铜、镓、钪、镍、钒、铀等合金 铁、钴、镍、钨、铜、铋、铅、铋、汞、砷的硫 化物; 硒矿,铋矿	王水即 HNO <sub>3</sub> 与 HCl 按(1+3)(体积比)混合而成。 用于分析金、钯、铂时, HNO <sub>3</sub> + HCl + H <sub>2</sub> O = (1+3+4)

续表

溶 剂	适用 试样	备 注
逆王水 ( $\text{HNO}_3 + \text{HCl} = 3 + 1$ )	银、汞、铂等金属； 锰铁、锰钢； 锗的硫化物	
硫王水	含硅较多的铝合金及矿物	即浓的 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 的混合物
$\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$	硅酸盐，钛矿石，高温处理过的氧化铍	在铂或聚四氟乙烯器皿中溶解试样
$\text{HF} + \text{HNO}_3$	铬、钼、铌、钽、钍、钽、铪、钨等金属； 氧化物、氮化物、硼化物； 钨铁、钨合金、钽合金； 含硅合金及矿物	
$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$	钢铁	
浓 $\text{HNO}_3 + \text{Br}_2$	砷化物矿、硫化物矿	
浓 $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$	汞、毛发、肉类等有机物	
浓 $\text{HNO}_3 + \text{KClO}_3$	砷化物矿、硫化物矿	
浓 $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$	生物样品(动、植物)	1g 样品 + 15ml $\text{HNO}_3$ 加热至干涸，再加 10ml $\text{HNO}_3$ 加热至干，然后加入 6ml $\text{HClO}_4$ 继续加热至冒白烟
浓 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HClO}_4$ $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{HClO}_4$ 浓 $\text{HCl} + \text{KClO}_3$	镓金属、镓矿石 钨料、铬铁、铬钢 含砷、硒、碲矿物、硫化物矿	
$\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}_2$	金属铜、中、低合金钢、硫化物矿石	
$\text{HCl} + \text{Br}_2$	铜合金、硫化物矿石	
$\text{HCl} + \text{SnCl}_2$	磁铁矿、赤铁矿、褐铁矿	测铁用
$\text{AlCl}_3$ 溶液	氟化钙	形成络合物
EDTA 溶液	硫酸钡、硫酸铅	
$\text{BeCl}_2$ 溶液	氟化钙	
$\text{CH}_3\text{CooNH}_4$ 溶液	硫酸铅等难溶硫酸盐	
KCN 溶液	氯化银、溴化银	
酒石酸 + 无机酸	铈合金	
草酸	铌、钽氧化物	

## 2. 熔融法

熔融法是利用酸性或碱性溶剂与试样混合，在高温下进行复分解反应或氧化还原反应，将试样中的被测组分转化成易溶于水或酸的化合物，如钠盐、钾盐、硫酸盐、氯化物等。由于熔融时反应物的浓度及反应温度都比用溶解法时高得多，所以分解试样的能力也比溶解法强得多。但由于熔融时要加入大量的溶剂(一般为试样质量的 6~12 倍)，因而溶剂本身的离子和其中的杂质以及熔融时坩埚材料的腐蚀，都会沾污试液。所以，尽管熔融法分解试样的能力很强，在实际工作中只有用溶解法分解不了的试样才改用熔融法。常用熔融法分解试样的适用范围见表 8-5。

表 8-5

熔融法分解试样适用范围

	熔 剂	用 量 (试样量的倍数)	温 度 ℃	坩 埚 材 料	适 用 试 样	注 意 事 项
碱性熔剂	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ (或 $\text{K}_2\text{CO}_3$ )	6~8	900 ~ 1200 (缓慢升温)	铁、镍、铂、钢玉	铌、钽、钨、钼等的氧化物；酸中不溶残渣；硅酸盐、溶性硫酸盐、磷酸盐；铍、铁、镁、锰等矿物	
	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$ (1+1)	5~8	700	铂、铁、镍、钢玉	钒合金、铝、碱土金属矿；氟化物矿	
	NaOH	8~10	< 500	铁、镍、银	铋、铬、镍、锌、钴等矿物；两性元素氧化物；硫化物(测硫)	
	$\text{CaCO}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$ (8+1)	9	900	镍、铂	硅酸盐；崖石中的碱金属(含硫多的试样可用 $\text{Ba-Cl}_2$ 代替 $\text{NH}_4\text{Cl}$ )	
	KOH			镍、铁、银	碳化硅	
	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$ (1+1+1)	10~15	(缓慢分解)	铂	铬铁矿、钛矿、铝硅酸盐矿	
酸性熔剂	焦硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ )	8~12	> 300	铂、瓷、石英	金红石( $\text{TiO}_2$ )、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_4$ 、 $\text{ZrO}_2$ 钛铁矿；中性耐火材料(如铝砂、高铝砖)，碱性耐火材料(如镁砂、镁砖)；铌、钽的氧化物矿石	温度不宜过高，时间不宜过长，以免 $\text{SO}_3$ 过多过早地损失掉。熔融物冷却后用水溶解时应加少量酸，以免有些元素(如 Ti、Zr)发生水解而沉淀
酸性熔剂	$\text{KHSO}_4$	12~14	> 300	铂、瓷、石英	金红石( $\text{TiO}_2$ )、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_4$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、钛铁矿；中性耐火材料(如铝砂、高铝砖)，碱性耐火材料(如镁砂、镁砖)；铌、钽的氧化物矿石	先加热 $\text{KHSO}_4$ 使其脱水后再加入试样，以免熔融时造成试样飞溅
	$\text{KHF}_2 - \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ (1+10)	8~10	低温	铂	某些硅酸盐矿物、锆英石、稀土、钍、铀、钼矿物	
	$\text{KHF}_2$	8~10	低温	铂	硅酸盐，稀土和钍矿物	
	$\text{B}_2\text{O}_3$	5~8	580	铂	硅酸盐，许多金属的氧化物，硫酸盐(1000~1100℃)	先将 $\text{B}_2\text{O}_3$ 熔融后研细备用
	$\text{NH}_4\text{F}$ 、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 、 $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 或其混合物	10~20	110~350	瓷	铜、铅、锌的硫化物矿；铁矿，镍矿，锰矿；硅酸盐	
	$\text{NH}_4\text{Cl} - \text{NH}_4\text{NO}_3 - (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (2+2+1)	6~10	110~350	瓷、石英	硫化矿、氧化物矿、碳酸盐，其他可溶于硝酸、盐酸或王水中的天然矿物	试样在 2~3min 内即可分解完全

续表

熔 剂		用 量 (试样量的倍数)	温 度 ℃	坩埚材料	适用试样	注意事项
还原性熔剂	NaOH + KCN (3 + 0.1)		400	铁、镍、银	锡石	
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + S (1 + 1)	8 ~ 12	300	瓷、刚玉、石英	砷、汞、锑、锡的硫化物	
氧化性熔剂	Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	6 ~ 8	600 ~ 700	铁、镍、刚玉	铬合金、铬矿、铬铁矿；钼、镍、锑、锡、钒、铀等的矿石；硅铁、硫化物、砷化物矿物	Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 对坩埚腐蚀严重，可先在坩埚内壁沾上一层 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 防止腐蚀，Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 作熔剂时，不应让有机物存在，否则极易发生爆炸
	Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + NaOH (5 + 2)	7	> 600	铁、镍、银	铂族合金、钒合金、铬矿、闪锌矿	
	Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (1 + 1)	10	500	镍、铁、银、刚玉	砷、铬矿物、硫化物矿物；硅铁	
	KNO <sub>3</sub> + Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (1 + 4)	10	700	铁、镍、铂、刚玉	铬矿、铬铁矿、钼矿、闪锌矿、含硒、碲矿物，钒合金	

3. 烧 结 法

烧结法又称半熔法，是在低于熔点的温度下让试样与固体试剂发生反应。和熔融法比较，此法的温度较低，加热时间较长，但不易损坏坩埚，可以在瓷坩埚中进行，不需要贵重器皿。烧结法所用熔剂及适用范围见表 8-6。

表 8-6 烧结法分解试样适用范围

熔 剂	熔剂量与试样量之比	适用坩埚	适用试样
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> - MgO (1 + 2)	4 ~ 10	铁、镍、瓷	煤中的硫、铁合金
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> - MgO (2 + 1)	10 ~ 14	铁、镍、瓷	铁合金、铬铁矿
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> - ZnO (2 + 1)	8 ~ 10	铁、镍、瓷	硫化矿中的硫

4. 闭 管 法

闭管法也叫密闭增压酸溶解法，是将试样和酸或混合酸的溶剂置于合适的容器中，再将容器装在保护套中，在密闭情况下进行分解。由于蒸气压增高，酸的沸点提高，可以热至较高的温度，溶剂也没有挥发损失，对于难溶物质的分解可取得很好效果。另外，在加压下消化一些生物试样，可以大大缩短消化时间。闭管法所用部分溶剂及适用范围见表 8-7。

表 8-7 闭管法分解试样适用范围

溶 剂	适用 试 样	容器及温度
氢氟酸	绿柱石、铍硅石、锆石、辉石、微斜长石、金绿宝石、蓝晶石、假蓝宝石、花岗岩	白金管, 400℃
盐酸	镍铁、氧化铷、BaTiO <sub>3</sub> 、SrTiO <sub>3</sub> 、氧化钨	聚四氟乙烯管, < 240℃
硝酸	氧化铷	聚四氟乙烯管, < 240℃
硫酸	金红石(合成)、磁铁矿、黄铁矿、尖晶石(合成)、钛铁矿、氮化硼、磷云母、锐钛矿	聚四氟乙烯管, < 240℃
盐酸 + 硝酸(或过氧化氢)	铂族金属	玻璃管, 140℃
盐酸 + 高氯酸(1 + 1)	金属铯粉	聚四氟乙烯管, < 240℃
硫酸 + 氢氟酸(1 + 1)	电气石、氧化锆、榍石、铬矿、铬铁矿	聚四氟乙烯管, < 240℃
磷酸 + 氢氟酸	十字石、红柱石、绿柱石	聚四氟乙烯管, < 240℃



## 二、有机物试样(生物样品)的消化分解

当矿物元素以结合的形式存在于有机物中时,要测定这些元素,须将其从有机物中游离出来,或将有机物分解之后,才能准确测定这些元素。常用有机物的分解方法有如下几种。

### 1. 干法灰化法

(1)直接灰化法 适用于含铜、铅、锌、钙、镁等样品的有机物的消化分解。

常规操作步骤:准确称取固体试样 5g(液体样品 10mL)于坩埚中,置电炉上低温炭化,待浓烟散尽后,放入马弗炉中(550℃)灰化 2~4h,待灰分呈白色残渣时取出,冷却后加(1+1)盐酸(或硝酸)2mL加热溶解灰分,定量地转移入 50mL 容量瓶中,加水至刻度,即可进行分析。

(2)氢氧化钙法 适用于含砷样品的有机物分解。

操作步骤:准确称取均匀样品 5g,置于瓷蒸发皿中,加入无砷氢氧化钙 5g,如为固体样品加入少量水(液体样品不再加水),用玻璃棒搅拌均匀后,以滤纸擦净玻璃棒上依附的物质,将滤纸也一起放入蒸发皿中。在电炉上低温炭化至不再有烟时。置于 500~880℃马弗炉中加热至完全灰化,取出,冷却后加入 6mol/L 盐酸至灰分完全溶解,转移到 50mL 容量瓶内,根据少量多次的原则,用水洗涤蒸发皿,合并洗涤液于容量瓶内,加水稀释至刻度,摇匀后备用。

(3)氢氧化钠法 适用于含锡样品的有机物的分解。

操作步骤:准确称取样品 5s,加入 10%氢氧化钠 3mL。(液体样品取 10mL,加入 10%氢氧化钠使呈碱性),置水浴上蒸干。于电炉上低温炭化至不再冒烟时,放入高温炉中在 600℃灰化,冷却后加入 5mL 水,在水浴上蒸干后,加入 10mL 浓盐酸使残渣全部溶解,再加入 10mL 水,移入 50mL 容量瓶中,用(1+1)盐酸少量多次洗涤蒸发皿,合并洗涤液于容量瓶中,加(1+1)盐酸至刻度,摇匀后备用。

### 2. 湿法消化法

(1)硝酸—硫酸消化法适用于含铅、砷、锌等样品的有机物分解。

操作步骤:准确称取固体样品 5g(液体样品 10mL)于 250~500mL 凯氏烧瓶中,加 10mL 水(液体样品不必加水)、15mL 硝酸、10mL 硫酸,放入 2~5 粒玻璃珠,缓缓加热,当瓶内颜色呈深棕色时,及时加入硝酸 2~5mL 使溶液始终保持棕色或淡棕色,直到有机物分解完全,不再见棕红色二氧化氮气体产生,继续加热至产生三氧化硫白色烟雾,溶液应呈无色或淡黄色,冷却后,加入 5mL 水,移入 50mL 容量瓶中,以水少量多次洗涤凯氏烧瓶,洗涤液并入容量瓶中,加水至刻度,摇匀备用。

(2)硫酸—双氧水消化法 适用于含铁或含脂肪高的食品样品的有机物分解,例如糕点、罐头、肉制品、乳制品等。

操作步骤:准确称取样品 5g 于凯氏烧瓶中,加入 10mL 浓硫酸,置电炉上低温加热至呈黑色粘稠状,继续升温,滴加 30%过氧化氢 2mL 如溶液未呈现透明,可继续滴加过氧化氢,直到瓶内消化液呈无色透明为止。再加热 10min,冷却后移入 50mL 容量瓶中,用水少量多次洗涤凯氏瓶,合并洗涤液于容量瓶内,加水至刻度,摇匀备用。同时做一空白试验。

(3)硫酸—高氯酸消化法 适用于含锡、含铁样品的有机物的消化分解。

操作步骤:准确称取样品 5g 于凯氏烧瓶中,加入 10mL 浓硫酸,置电炉上低温加热至黑色粘稠状,继续升温,滴加高氯酸 2mL,溶液如不透明,再加高氯酸 1~2mL,直到溶液澄清透明为

止。再加热 20min,冷却后加入 10mL 水稀释,移入 50mL 容量瓶中,以少量水多次洗涤凯氏烧瓶,将洗涤液合并于容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀备用。

(4) 食品的湿法消化也常用硝酸—高氯酸消化法,其硝酸与高氯酸的用量约为 3:1。

有机物的各种干法灰化与湿法消化方法归纳于表 8-8。

表 8-8 有机物试样消化分解方法(用于测定有机物中金属、硫和卤素)

分类	方法或溶剂	适用对象	容器与操作	附注
干法灰化法	直接灰化法	铝、铬、铜、铁、硅、锡	白金坩埚, 500 ~ 500℃ 变为氧化物后溶解	
		银、金、铂、铜、铅、钙、镁、铁	瓷坩埚, 变为金属氧化物后用硝酸或王水溶解	
		钡、钙、镉、钾、铯、镁、锰、钠、铅、铍	白金坩埚, 变为硫酸盐	铅存在时为防止其还原加硝酸
	氧瓶燃烧法	卤素、硫、微量金属	试样在置有吸收液和氧气的三角烧瓶中燃烧	Schöniger 法
燃烧法	卤素、硫	燃烧管, 氧气流中 20 ~ 30min, $\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ 吸收液吸收	Pregl 法	
低温灰化法	银、砷、金、镉、钴、铬、钨、铜、铁、汞、碘、钼、锰、钠、镍、铅、铋、硒、铂族(食品、石墨、滤纸、离子交换树脂)	低温灰化装置, < 100℃	借高频激发的氧气进行氧化分解	
湿法消化法	浓硫酸	用浓硝酸会有不溶性氧化物生成时	硬质玻璃容器	不是强力的分解剂
	浓硫酸 + 浓硝酸	金、钨、钴、铜、铋、铅、砷、锌等	凯氏烧瓶	先加 $\text{HNO}_3$ , 后加硫酸, 防止炭化。如果炭化, 消化很难达到终点, 除非延长消化时间
	硝酸 + 高氯酸 (或浓硫酸 + 高氯酸)	汞除外其他金属元素、砷、磷、硫等(蛋白质、赛璐珞、高分子聚合物、煤、燃料油、橡胶)	凯氏烧瓶, 67% $\text{HNO}_3$ : 76% $\text{HClO}_4 = 1:1$ , 由室温徐徐升温	有时加入钒、铬盐作为催化剂, 高氯酸盐加热, 有爆炸危险
	浓硫酸 + 过氧化氢	含银、金、砷、铋、锑、汞、铈等金属有机化合物 含有机色素的物质(合成橡胶等), 含脂肪的物质	凯氏烧瓶, 试样中先加硫酸后加 30% 过氧化氢 硫酸 + 硝酸加热, 冷却后滴加过氧化氢(2 ~ 3 次)	过氧化氢沿壁加下去
湿法消化法	浓硫酸 + 重铬酸钾	卤素	凯氏烧瓶	冷却管并用
	硝酸 + 高锰酸钾	汞(食品)		使用回流冷却器
	发烟硝酸	溴、硫、挥发性有机金属化合物	发烟硝酸与硝酸银在闭管中加热(250 ~ 300℃, 5 ~ 6h)	碘不适用, Carius 法
	过氧化氢、硫酸亚铁	一般有机物(油脂、塑料除外)	试样碎片, 30% $\text{H}_2\text{O}_2$ 稀 $\text{HNO}_2$ 调节 pH2, $\text{FeSO}_4$ 约 0.001mol/L, 90 ~ 95℃ 加热 2h	Sansoni 法

### 3. 微波炉消解法

随着科技的进步,新的快速分析方法的应用,以及分析方法的自动化,大大地缩短了分析时间,从过去的几小时缩短到几分钟,甚至几秒钟。但是几十年来,样品消化法仍然需几十分