

全国中等卫生学校教材

食品卫生检验技术

(供卫生检验士专业用)

郑世荣

主编

王瑞淑

主审

四川科学技术出版社

全国中等卫生学校教材

食品卫生检验技术

(供卫生检验士专业用)

郑世荣 主编

郑世荣 詹景威 编写
单美蓉 龚泽涵

王瑞淑 主审

四川科学技术出版社

责任编辑：杜英杰、钱丹凝

封面设计：韩健勇

版面设计：翁宜民

食品卫生检验技术

郑世荣 主编

王瑞淑 主审

出版：四川科学技术出版社

印刷：温江人民印刷厂

发行：四川省新华书店

开本：787×1092毫米 1/16

印张：15.25

字数：345千

印数：1—7,400

版次：1986年6月 第一版

印次：1986年6月 第一次印刷

书号：14298·83

定价：2.40元

编写说明

本书是由卫生部和四川省卫生厅组织有关医药院校共同编审的教材，供全国中等卫生学校三年制卫生检验士专业用。

本书内容包括概述、食品营养成分分析、食品添加剂检验、食品中有害污染物检验、几类食品卫生质量检验、食品容器食具及包装材料检验、常见化学性毒物的快速鉴定等七章。此外，还有总则和附录。从中等卫生学校的教学实际和本学科的发展情况出发，选编了具有代表性的检验项目，并且着重介绍了检验项目测定的基本原理、实验操作技术和配制使用试剂的基本知识。为了使學生适应将来实际工作的需要，本教材在检验方法的取舍上，除介绍了较多的化学分析方法外，物理化学分析法，如薄层层析法、气相色谱法、荧光分析法、可见—紫外分光光度法、极谱分析法等也占有相当的篇幅。

在编写本教材过程中，我们广泛征求了有关中等卫生学校的意见。在此，特向给我们提出宝贵意见的教师，对我们编写教材工作给予大力支持的四川医学院鲁长豪副教授、济南市卫生防疫站胥学礼主管技师、浙江省卫生防疫站肖明泉同志以及全书插图的绘制者重庆药剂学校周正固同志，表示衷心的感谢！

编者

一九八五年九月

目 录

绪言	1
总则	3
第一章 食品卫生检验技术概述	5
第一节 食品样品的采集与保存	5
一、采样方法	5
二、样品的保存	6
第二节 食品样品分析前的处理	6
一、检验样品的制备	6
二、检验样品的处理	7
第三节 食品卫生检验技术的分析方法	13
一、薄层层析法	14
二、气相色谱法	19
三、荧光分析法	28
四、极谱分析法	29
第四节 检验报告	34
一、检验结果的表示方法	36
二、食品质量的卫生学评价	36
第二章 食品营养成分分析	37
第一节 水分的测定	37
一、直接干燥法	37
二、减压干燥法	38
三、蒸馏法	38
第二节 灰分的测定	39
灼烧重量法	39
第三节 脂肪的测定	40
一、索氏提取法	40
二、酸水解法	42
第四节 碳水化物的测定	43
一、还原糖	43
(一)斐林氏滴定法	43
(二)高锰酸钾法	45
二、蔗糖	47
三、淀粉	47

第五节	蛋白质的测定	49
	微量凯氏定氮法	49
第六节	无机盐的测定	51
一、	钙	52
	(一) EDTA法	52
	(二) 高锰酸钾法	53
二、	磷	54
	钼蓝比色法	54
三、	铁	55
	邻二氮菲比色法	55
第七节	维生素的测定	57
一、	胡萝卜素	57
	纸上层析法	57
二、	维生素B ₁	59
	荧光法	59
三、	维生素B ₂	61
	荧光法	62
四、	维生素C	63
	(一) 2, 6-二氯酚靛酚法	63
	(二) 2, 4-二硝基苯肼法	65
第三章	食品添加剂检验	68
第一节	二氧化硫的测定	68
	副玫瑰苯胺比色法	68
第二节	亚硝酸盐与硝酸盐的测定	70
一、	盐酸萘乙二胺比色法	70
二、	镉柱还原法	72
第三节	食用人工合成色素的测定	74
一、	纸上层析法	76
二、	分光光度法	77
第四节	糖精钠的测定	78
一、	薄层层析法	79
二、	纳氏比色法	81
第五节	苯甲酸与山梨酸的测定	82
一、	薄层层析法	83
二、	气相色谱法	84
第四章	食品中有害污染物的检验	87
第一节	黄曲霉毒素B ₁ 的测定	87
一、	微柱法	89
二、	薄层层析法	90

第二节 农药残留量的测定	97
一、有机氯(DDT、六六六)农药	98
(一)薄层层析法	99
(二)气相色谱法	103
二、有机磷农药	104
(一)气相色谱法	105
(二)薄层层析酶抑制法	107
第三节 微量元素的测定	110
一、总砷	110
(一)银盐比色法	111
(二)砷斑法(限量检查)	113
二、总汞	114
冷原子吸收法	114
三、铅	116
(一)双硫腙比色法	116
(二)催化极谱法	119
四、镉	120
(一)原子吸收分光光度法	120
(二)阴极溶出法	121
第五章 几类食品的卫生质量检验	124
第一节 调味品检验	124
一、酱油	124
(一)感官检查	124
(二)比重	124
(三)总酸和氨基酸态氮	125
(四)铵盐	127
(五)食盐	128
二、醋	130
(一)感官检查	130
(二)游离矿酸	130
三、食盐	131
(一)氟	131
(二)钡	133
(三)碘	133
四、味精中谷氨酸钠的测定	135
第二节 酒类检验	137
一、蒸馏酒和配制酒	137
(一)感官检查	137
(二)乙醇浓度	137

(三) 甲醇·····	138
(四) 杂醇油·····	139
(五) 气相色谱法测定甲醇和杂醇油·····	140
(六) 氰化物·····	142
(七) 锰·····	145
二、发酵酒·····	146
第三节 粮油检验·····	147
一、食用油脂·····	147
(一) 感官检查·····	147
(二) 酸价·····	147
(三) 过氧化值·····	148
(四) 非食用油的检出·····	149
(五) 棉子油中游离棉酚·····	150
(六) 浸出油中溶剂残留量·····	152
二、粮食中熏蒸剂残留量的测定·····	153
(一) 马拉硫磷·····	153
(二) 磷化物·····	155
(三) 氯化苦和二硫化碳·····	156
第四节 乳及乳制品检验·····	158
一、消毒牛乳·····	158
(一) 感官检查·····	159
(二) 比重·····	159
(三) 酸度·····	159
(四) 脂肪·····	160
(五) 非脂固体·····	161
(六) 消毒效果检查·····	162
(七) 掺碱的检查·····	163
二、乳粉·····	163
(一) 溶解度·····	164
(二) 脂肪·····	164
三、炼乳·····	166
第五节 肉、鱼、蛋的检验·····	166
一、肉的感官检查·····	166
二、鱼的感官检查·····	167
三、蛋的感官检查·····	167
四、肉、鱼、蛋制品中挥发性盐基氮的测定·····	169
五、鱼体中组织胺的测定·····	170
第六章 食品容器、食具和包装材料的检验·····	173
第一节 样品的采集与浸泡·····	173

第二节 塑料制品的检验	174
一、蒸发残渣	175
二、高锰酸钾消耗量	175
三、重金属	176
四、脱色试验	176
五、甲醛	176
六、燃烧试验	178
第三节 橡胶制品的检验	178
第四节 搪瓷、陶瓷和铝制品检验	178
第五节 食品包装纸检验	179
第七章 常见化学性毒物的快速鉴定	180
第一节 概述	180
第二节 几种化学性毒物的鉴定	183
一、氰化物	183
二、生物碱	185
三、巴比妥类和其他镇静催眠药	187
四、砷和汞	190
五、亚硝酸盐	192
六、磷化锌	193
七、有机磷农药	195
八、有机氯农药	203
九、河豚鱼毒素	207
附录	208
一、实验室安全要点	208
二、实验室技术	209
三、常用标准溶液的配制和标定	213
四、指示剂和试纸的配制	215
五、附表	216
六、检验结果的数据处理	225
食品卫生检验技术教学大纲	228

绪 言

食品卫生检验技术属于预防医学的一个组成部分，是营养与食品卫生学的主要研究方法之一。它是在营养与食品卫生学的基本理论指导下，以食品作为主要对象，研究其营养成分和卫生质量的检验方法的一门技术性学科。

食品是人体赖以生存的不可缺少的物质，食品的质量直接关系到人体的健康。为了保证食品具有足够的营养素，防止食品中可能存在的有害物质对人体健康造成危害，应用食品卫生检验技术对食品进行检验，历来是各级卫生防疫机构和食品卫生监督机构对食品实施严格的卫生监督和科学管理的必要手段。应用食品卫生检验技术对食品进行检验，还可以对开发食品新资源、新产品、新生产工艺起到推动和鉴定作用，所以，它也是食品科研、生产部门增加食品品种和保证产品质量的有效措施之一。此外，在发生食物中毒时，应用食品卫生检验技术对可疑食品进行检验，能为查明中毒原因和制定抢救病人的方案，提供可靠的依据。总之，食品卫生检验技术是一门对社会生产、消费和人民群众的健康都具有十分重要意义的学科。

食品卫生检验技术是卫生检验士的专业课之一，它的内容包含对食品进行寄生虫学及昆虫学的检验技术、微生物学检验技术和理化检验技术等三部分。由于以上各部分检验工作涉及的基础理论和操作技术有较大的差别，按照卫生检验士的教学计划安排，本教材着重讲授食品理化检验技术，即通过运用无机化学、有机化学、分析化学、卫生学等学科的基本理论和操作技术，对食品进行检验，阐明食品的物理性状，具体指出食品中所含的化学物质（营养成分或有毒有害物质）的种类和数量。

新中国成立以来，在党和政府的关怀下，卫生工作在“预防为主”的方针指导下，食品卫生检验工作随着我国卫生事业的发展而不断地得到加强。现在，我国食品卫生检验机构已经发展成为专业化机构，并且具备了一支从事教学、科研和进行经常性食品卫生监测工作的技术队伍。由于近代科学技术的发展和应用，食品卫生检验能力和技术水平也在不断地提高。特别要指出的是，经过我国食品卫生管理和检验工作者长期、广泛地调查研究和检验实践，我国先后制订、修改并发布了《中华人民共和国食品卫生标准》（以下简称《标准》）和相应的《食品卫生检验方法》（以下简称《检验方法》）。《标准》对食品中各种成分，特别是有害物质的含量进行了限制，它是管理各种食品卫生质量的依据。相应的《检验方法》对检验操作规程进行了统一，使各检验部门对食品进行检验时，能够获得比较一致的结果，以便判断该食品是否符合国家标准。《检验方法》通常排有甲法、乙法、丙法等多种方法供食品检验工作者选择使用。甲法又被称为仲裁法，即对同一检品使用几种方法进行检验，它们的检验结果存在差异时，应该以甲法的检验结果为准。《标准》和《检验方法》在我国都具有法律性质，不得随意更改。

食品检验工作者一定要养成严格按照《检验方法》的操作规程进行工作的习惯。当然，事物总是不断发展和变化的，随着食品工业生产水平和食品检测技术水平的不断提高，国家的食品卫生标准和检验方法也将有组织地修改、补充和更新。

1982年第五届全国人民代表大会常务委员会通过正式颁布的《中华人民共和国食品卫生法（试行）》是我国历史上第一部食品卫生法规，它授权卫生行政部门领导食品卫生监督工作，县以上卫生防疫站或食品卫生监督检验所代表国家行使卫生监督权。这些规定为在我国进行食品卫生管理和检验工作提供了法律保证。食品检验工作者在进行检验工作的同时，必须认真学习《中华人民共和国食品卫生法》，熟悉有关规定，明确法律责任，以严肃认真的工作态度、严谨的科学作风和对人民健康高度负责的精神，努力搞好食品检验工作。

总 则

一、本书中所使用的水，在没有注明其他要求时，系指其纯度能满足分析要求的蒸馏水或去离子水。

二、本书中使用的液体化学试剂，如乙酸、乙醇、硫酸等，在没有注明浓度要求时，系指不经稀释的试剂级浓度，见下表。

名 称	比 重	含量%(g/g)	当量浓度(N)
乙 酸	1.045	36	6
冰乙酸	1.05	99.5	17
乙 醇		95(ml/ml)	
硫 酸	1.84	96	36
盐 酸	1.19	37	12
硝 酸	1.42	70	16
磷 酸	1.69	85	15或45
氨 水	0.90	28	15

书中使用的固体化学试剂，如硫酸铜等，在称取时系包括结晶水重量在内。

三、配制溶液

(一) 溶液未指出用何种溶剂配制时，均指水溶液。

(二) 配制溶液所用的试剂和溶剂，应该不对被测定项目发生干扰。一般试剂和提取溶剂，可选用化学纯；配制微量物质标准溶液的试剂纯度，应该在分析纯以上；标定溶液所称取的基准物质，应该使用优级纯；配制其他溶液，如色谱分析、原子吸收分析等所用溶液，应根据具体情况选用适宜纯度级别的试剂。如遇试剂空白试验高或者对测定发生干扰时，应换用纯度级别更高的试剂，或将试剂纯化处理后再用。

四、溶液浓度

本书包含有当量浓度(N)、摩尔浓度(mol)、百分浓度(%)。视溶质状态不同，百分浓度分别有重量容量百分浓度(w/v)和容量百分浓度(v/v)。

两种或两种以上液体组分的混合溶液，如甲醇+水(55+50)溶液，系指55体积甲醇与50体积水混合而成的溶液；1+4硫酸，系指1体积硫酸与4体积水混合配制而成。

五、试剂与样品的量取

称取：系指要求称量准确至0.1g。

精密称取：系指称量必须按规定的数值称取，并准确至0.1mg。

精密称取约多少；系指称量必须准确至0.1mg，但称取量不超过规定量的 $\pm 10\%$ 。

量取：系指量取体积应准确至规定量取体积数的 $\pm 10\%$ ，一般选用合适大小的量筒作量具。

吸取和准确吸取：系指使用容量吸管或适宜的刻度吸管作量具量取溶液。

六、加热温度

水浴温度，除另有注明外，均指98℃以上的水温；热水系指70~80℃水温；温热或微温系指于40~50℃加热。

七、基本计量单位名称采用国际单位制

(一) 长度

$$1\text{ m} = 10\text{ dm} = 100\text{ cm};$$

$$1\text{ }\mu\text{m} = 10^{-6}\text{ m};$$

$$1\text{ nm} = 10^{-9}\text{ m};$$

$$1\text{ nm} = 10\text{ }\text{\AA}.$$

(二) 重量

$$1\text{ kg} = 1000\text{ g};$$

$$1\text{ mg} = 10^{-3}\text{ g};$$

$$1\text{ }\mu\text{g} = 10^{-6}\text{ g};$$

$$1\text{ ng} = 10^{-9}\text{ g}.$$

(三) 容量

$$1\text{ L} = 1000\text{ ml};$$

$$1\text{ }\mu\text{l} = 10^{-6}\text{ L}.$$

八、筛目和筛孔大小

各国筛目标准不一，依我国目前工业筛规定，以每吋（2.54cm）长度上的筛孔数目为筛的目数。由于筛线粗细稍有不同，故筛目数与筛孔大小间各有差别，本书中规定的筛目和筛孔内径的关系，见下表：

筛 目(目)	10	20	30	40	60	80	100	120	200	325
筛孔内径(mm)	3.00	0.84	0.59	0.42	0.250	0.177	0.149	0.125	0.074	0.044

四川省重庆药剂学校 郑世荣

第一章 食品卫生检验技术概述

第一节 食品样品的采集与保存

进行食品卫生检验时,样品必须能够代表整批食品所具有的特性。由于食品种类繁多,形态差异大,数量上也有很大差别,不同种类食品因品种、生产条件、加工及贮存条件不同而变化,就是同种类食品中各部分之间的含量也有差异,所以,对食品进行采样,至今尚无统一的方法。采样者应特别注意样品的代表性和均匀性,并根据实际情况,灵活掌握采样方法,使其因采样而引起的误差减至最低限度,以保证得到比较准确的检验结果。

一、采样方法

采样是检验工作非常重要的第一步,一般应由食品卫生管理或检验人员亲自动手。

对外地调入的食品应结合运货单、兽医卫生人员证明、商品检验机关或卫生部门的化验单,了解起运日期、来源地点、数量、品质及包装情况。如在工厂、仓库或商店采样,则应了解食品的批号、制造日期、厂方化验记录及现场卫生状况。同时要注意食品的运输、保管条件、外观、包装容器等情况。

采样方法随食品的形态、种类和检验项目的要求而异。采样的数量也应尽可能反应该食品的卫生质量,一般应该超过检验需要量的三倍,供检验、复查与备查用。

(一)液体、半流体食品,如用大桶装或大罐装的植物油、鲜乳、酒或其他饮料,应先行充分混匀后再采样。混匀的方法,可以使用旋转摇荡、搅拌或反复倾倒等。取样品量为0.5~1 L。

(二)均匀的固体食品,如粮食及其他固体食品,应自每批食品的上、中、下三层各部分,分别采取部分样品,混合后按四分法对角取样,再进行几次混合,最后取有代表性样品0.5~1 kg。

四分法采样方法见图1。即将食品置于一大张方形纸或布上,然后提起一角使样品滚动流向对角,随即提起对角使样品流回,按此法将四角反复提起使食品反复

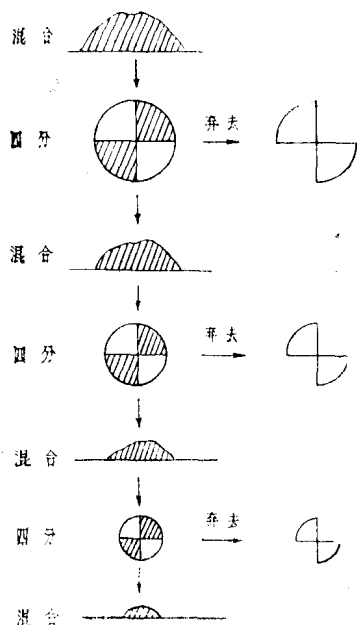


图1 四分法取样

滚动，然后将食品铺平分成相等的四瓣，除去对角两瓣，将剩下的两瓣按上法再行混合分瓣，重复操作直至剩余量达到采样量为止。

（三）不均匀固体食品，如肉类、水产、蔬菜等，应分别采取不同部位的样品，取样量0.5~1 kg。

（四）包装食品，如罐头、瓶装酒等，应根据批号分批随机取样，同一批号取样件数，250g以上的包装不得少于3件，250g以下的包装应为6件。

采样后应认真填写采样记录单，内容包括：采样单位、地址、日期、样品批号、采样条件、包装情况和数量以及检验目的和项目等，最后采样者应签名。

二、样品的保存

盛装样品的容器，应该是清洁干燥的优质玻璃容器，必要时还须考虑避光冷藏等，以免样品在送检过程中变质。样品装入容器后，应立即密塞加封。容器外应注意贴上标签，注明食品名称、采样日期、编号、检验目的等内容。

样品采集后，应尽快化验。不能立即化验者，应在实验室妥善保存，防止样品发生受潮、挥发、风干和变质等现象，以保证样品的外观和化学成分不发生变化。

检验结束后的剩余样品，除易于腐败变质者不予保存外，其他样品一般保存一个月，以备复查，其保存期限从检验报告书签发之日起计算。

第二节 食品样品分析前的处理

一、检验样品的制备

制备样品的目的在于保证样品成分分散均匀，使在分析时取其中任何部分都能代表全部被检食品的成分，以保证分析结果的准确性。

样品的制备是指对采得的样品进行分取、粉碎及混匀等过程。制备的方法可以根据被检食品的性状和检验要求，采用振摇、搅拌、切细或粉碎、研磨或捣碎等方法。

（一）液体或有悬浮物的液体样品，如牛奶、酱油等，一般将样品摇动或充分搅拌后分取。

（二）不互溶液体，如油和水的混合物，应分离后分别分取。

（三）挥发性液体在分取时应使用虹吸法，注意勿使其逸散。

（四）固体样品，如粮食等，应先择除泥砂等杂物，然后充分混匀，用四分法取样，尔后粉碎，并使其全部过筛，再以四分法分取。

（五）不均匀的样品，如为蔬菜和水果，则先用水洗去泥沙，然后用纱布吸去表面附着的水分，依当地食用习惯取可食部分沿纵轴剖开，各取四分之一，切碎，充分混匀；如为肉类，则先去皮和骨，将肥瘦肉混合后取样；如为鱼类，每份鱼样至少取三条，去鳞、头、尾和内脏，洗净，除去表面附着的水分后，纵剖，取每条的一半，去骨刺后，全部绞成肉泥状，充分混匀。

其他特殊要求的测定项目，则应按检验步骤中规定的方法制备样品。

二、检验样品的处理

进行食品理化检验时，常常利用食品中欲测定的成分发生某种特殊的、可以观察到的化学反应或物理化学变化，以判定被测物质存在与否和含量多少。但是，由于食品的成分复杂，往往由于杂质或其他成分的干扰，掩盖了反应的外观变化，或者阻止了反应的进行，使检验者对被测物质的存在和含量无法进行判断，达不到定性定量的目的。

为了保证检验过程的顺利进行，必须设法消除杂质的干扰。比较简单的消除干扰的方法，是加入某些掩蔽剂，起到掩蔽杂质的作用。例如，双硫脲法测铅时，加入柠檬酸铵和氰化钾，使与除铅外的多种金属干扰离子络合，络合后，这些干扰离子则不再与双硫脲络合显示颜色。但是，在大多数情况下，仅仅加入掩蔽剂尚不能完全消除干扰因素，此时就需要在测定之前，对样品进行前处理，即根据被测物质和干扰物质间性质上的差异，使用不同的分离方法，把被测物质同干扰物质分离开来，然后进行测定。所以，对食品样品的前处理，是关系到检验成败的关键的一步。

处理样品的方法，有以下几种。实际运用时，往往几种方法配合使用，以期收到较好的分离效果。

（一）有机质破坏法

食品中的金属元素常常与食品中的蛋白质等有机质结合，成为难溶的或难于离解的有机金属化合物。在进行检验的时候，由于没有这些元素离子存在，故无法进行离子反应。因此，在进行检验之前，必须对样品进行有机质破坏（或称为样品的消化）。

有机质破坏通常是將有机质以长时间的高温处理，并且常常伴随与若干强氧化剂作用，使有机物质的分子结构受到彻底破坏，其中所含的碳、氢、氧元素生成二氧化碳和水逸去，有机金属化合物中的金属生成为简单的无机金属离子化合物。

有机质破坏的方法，分为干法和湿法两大类，各类又分许多方法，使用时应注意选择。选择的原则是：①有机质破坏彻底，被测元素在破坏过程中不受到损失。②使用试剂少，使用的试剂不干扰以后的测定。③破坏方法简便，样品破坏时间短。

1. 干法：又称灰化，是将样品置坩埚中，小火炭化（除去水分、黑烟）后，再以500~600℃高温灰化至无黑色炭粒。如不易灰化完全，可以加入少量硝酸润湿残渣，蒸干后，再行灰化。

为了缩短灰化时间，促进灰化完全，防止金属挥发损失，在灰化前可以向样品中加入助灰化剂，如硝酸铵、硝酸镁、硝酸钠、碳酸钠等帮助灰化。破坏后的灰分，用稀盐酸溶解后过滤，滤液定容后供测定用。

钠熔融法也是干法破坏样品的方法之一，系将金属钠与样品在试管中混合，以喷灯火焰迅速灼烧至管底呈赤热状态，使有机质破坏，常用于含硫有机物中硫元素的快速定性。

干法破坏需要较长的时间，其优点在于破坏彻底，操作简便，使用试剂少，适用于除汞以外的金属元素的测定，因为破坏温度较高，汞元素往往容易在高温下挥发损失。

2. 湿法：在强酸性溶液中，利用硫酸、硝酸、高氯酸、过氧化氢、高锰酸钾等氧

化剂的氧化能力,使有机质分解的方法,称为湿法。本法的优点在于加热的温度不如干法破坏温度高,减少了金属挥散损失的机会,因此,应用较为广泛。

湿法破坏按使用氧化剂的不同,主要有以下几种方法:

(1) 硝酸硫酸法:向盛样品的凯氏瓶中加入数毫升浓硝酸,混匀后,放置片刻,按图2装置。先用小火使样品溶化,放冷,再小心加浓硫酸适量,渐渐加强火力,保持微沸状态。如加热过程中发现瓶内溶液颜色变深(表示开始炭化),且无棕色气体时,必须立即停止加热,待瓶稍冷,再补加数毫升硝酸,继续加热。如此反复操作至瓶内容物无色或仅带微黄色时,取下漏斗,继续加热至发生三氧化硫白烟。放冷,加水25ml及饱和草酸铵溶液25ml,煮沸除去残留在溶液中的氮化合物(称为脱硝),直至产生三氧化硫白烟。放冷,将硝化液用20ml水小心稀释后,转入容量瓶,用水洗涤凯氏瓶,洗液并入容量瓶中,冷至室温,加水至刻度,混匀供测定用。

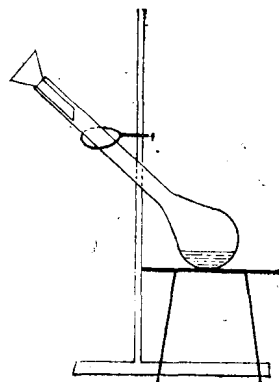


图2 湿法破坏样品装置

(2) 高氯酸硝酸硫酸法:同硝酸硫酸法操作。待加热至瓶内容物开始炭化时,放冷,补加硝酸高氯酸(3+1)混合酸数毫升,继续加热至高氯酸完全分解后,如瓶内容物仍未完全破坏,再补加少量混合酸,加热至瓶内容物无色,以后操作按硝酸硫酸法脱硝。

(3) 硝酸高氯酸法:向盛样品的瓶中加入数毫升浓硝酸,小心加热至剧烈反应停止后,再加热煮沸至近于干涸。放冷,加入20ml硝酸高氯酸(1+1)混合酸,缓缓加热,煮至近干。如残渣带色,则再反复添加硝酸高氯酸混合酸至瓶内容物破坏完全,小心蒸发至近于干涸。加入适量稀盐酸溶解残渣,必要时过滤,滤液于容量瓶中定容后供测定用。

湿法破坏样品的方法较多,各种方法也各具其特点,在此不一一列举。在湿法破坏操作中,应注意以下几点:

①消化过程中产生大量有害气体,因此,操作必须在毒气柜中进行。

②消化过程中要维持一定量的硝酸或其他氧化剂,以免发生炭化还原金属,造成金属挥散损失。

③脱硝的目的在于除尽具有氧化性的氮化合物,除使用还原剂草酸铵外,还可以使用草酸或硫酸肼饱和液等脱硝。此外,加入蒸馏水30ml,煮沸至发生三氧化硫白烟,也是一种脱硝的方法。

④无水高氯酸容易爆炸,故硝酸高氯酸法破坏样品时,切忌烧干。若消化液中含有大量还原性物质,又无硫酸、硝酸等氧化剂存在时,单独补加高氯酸亦能引起爆炸,故在消化样品过程中,通常以补加硝酸高氯酸的混合酸为好。

⑤破坏样品的同时,作试剂空白试验。

上述湿法破坏样品的方法,除用于食品样品处理外,还广泛地用于环境分析样品和各种生物材料的消化中。湿法破坏的缺点,在于反复补加氧化剂如硝酸、高氯酸等,因此,消耗酸量大,并且杂质带入多;此外,酸分解后产生的大量有害气体排在空气中,严重地污染环境和损害操作者的健康。