

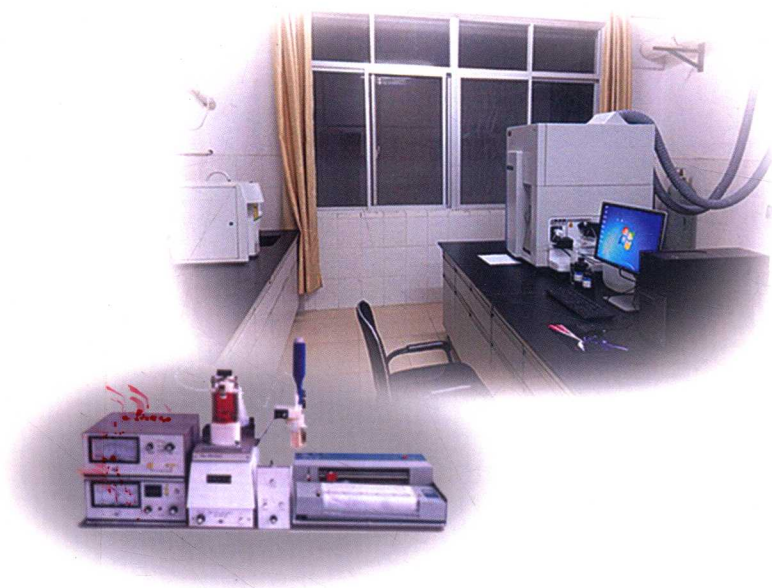


高等教育“十三五”规划教材

仪器分析实验

YIQI FENXI SHIYAN

袁霖 李中燕 袁先友 张敏 编著



中南大学出版社
www.csupress.com.cn

仪器分析实验

袁霖 李中燕 袁先友 张敏 编著



中南大学出版社
www.csupress.com.cn

·长沙·

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验 / 袁霖等编著. —长沙: 中南大学出版社, 2019. 12

ISBN 978 - 7 - 5487 - 3720 - 9

I. ①仪… II. ①袁… III. ①仪器分析—实验
IV. ①0657 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 180663 号

仪器分析实验

袁霖 李中燕 袁先友 张敏 编著

☐责任编辑 韩雪

☐责任印制 易建国

☐出版发行 中南大学出版社

社址: 长沙市麓山南路

邮编: 410083

发行科电话: 0731 - 88876770

传真: 0731 - 88710482

☐印装 长沙鸿和印务有限公司

☐开本 787 mm × 1092 mm 1/16 ☐印张 23.75 ☐字数 605 千字

☐版次 2019 年 12 月第 1 版 ☐2019 年 12 月第 1 次印刷

☐书号 ISBN 978 - 7 - 5487 - 3720 - 9

☐定价 65.00 元

图书出现印装问题, 请与经销商调换

前 言

仪器分析因其简便、快速、灵敏、准确、易实现自动化等优点,应用范围日益广泛,已成为现代实验化学的重要支柱。

仪器分析实验课程作为培养应用型、技术创新型人才的重要实践课程,是化学类、化工类、生物类、材料类、食品类、工程类、制药类、环境类等专业的必修基础课程之一,是一门前沿性、发展性、实践性、理论性、基础性、适应性、实用性、通用性、交融性、应用性非常强的基础实验教学课程。该课程是实验化学和仪器分析课程的重要内容,是一门与仪器分析理论课相对应并且具有相对独立性和完整性的课程。

仪器分析实验课的教学目的是让学生在教师指导下,以分析仪器为工具,亲自动手获得所需物质化学组成、含量和结构等信息。通过仪器分析实验,使学生加深对有关仪器分析方法基本原理的理解,掌握仪器分析实验的基本知识和技能,学会仪器的正确使用方法,学习实验条件优化的方法,培养学生严谨求实的科学态度和正确地处理实验数据和表达实验结果的能力,提高其进行实验分析的技能技巧和独立工作的能力。

仪器分析实验课的教学目标是使学生掌握常用分析仪器的基本原理、基本操作及应用等,掌握仪器分析中处理数据的基本方法,了解仪器分析领域的最新发展动向及其趋势,巩固课堂所学理论知识,培养学生发现问题、解决问题的能力,为社会输送应用型人才。

本书的编写是编者在多年教学实践的基础上充分汲取国内外已有优秀教材的最新素材而形成的。编者在湖南科技学院化学与生物工程学院使用多年的仪器分析实验讲义的基础上,广泛查阅相关文献资料,吸取国内外兄弟院校的教学经验,参考已经出版的仪器分析实验教材,结合现有的实验室条件,精选教师的科研成果和学生的创新实验,编写而成。编写思路为:概述部分包括基本原理,仪器结构简介,仪器用途等;实验部分包括仪器操作方法,仪器条件,仪器使用注意事项,安全注意事项,思考与讨论及其参考答案,参考文献。本书层次分明地选用基本操作实验、验证性的基础性实验、综合性的设计实验和探索性的创新实验。为了方便同学自学,在设置思考问答题的同时,提供了参考答案或解题思路。主要内容按仪器分类进行编著,包括紫外分光光度分析法、荧光分光光度分析法、红外光谱分析法、原子吸收分光光度法,气相色谱法、高效液相色谱法、自动电位滴定仪分析法、热重分析法、快速制备色谱法、超临界萃取技术等内容。全书共 22 章,69 个实验。参加编写的人员有袁先友、李尊华、张敏、袁霖、李中燕、欧光川、刘芳、李文艺、肖新生、贾国凯、张星宇、付烨、胡克

坚、包文虎等。全书由张敏教授和袁霖博士统稿。

本书的出版得到了湖南省教育厅基础化学课程教学团队、湖南省教育厅仪器分析精品课程建设项目、湖南省普通高等学校教学改革研究立项项目[湘教通[2017]452号(431)]、湖南省教育科学“十三五”规划课题(XJK016CGD016)、湖南省一流本科专业建设点等项目的资助,在此表示深深的感谢。

本书可作为化学、化工、材料、生物、环境、食品、制药等本科专业的仪器分析实验课程教材,选用了部分仪器性能检定实验,内容丰富,实用和可操作性强。可供教师与学生根据实际需要选择使用,也可供相关企业的实验技术人员参考。

编者虽然付出了大量的心血,但限于编者水平,差错之处在所难免,恳请读者批评指正,我们将及时进行修订。

编者

2019年10月

目 录

第一篇 样品处理及数据分析

第 1 章 仪器分析实验课的基本要求	(3)
第 2 章 样本的制备和预处理	(5)
2.1 样本制备	(5)
2.2 样本预处理	(7)
第 3 章 样品的采集与保存	(9)
3.1 实验设计	(9)
3.2 检验技术的基本原则和要求	(9)
3.3 样品的采集	(10)
3.4 采样的原则	(11)
3.5 采样方法	(12)
3.6 采样记录	(15)
3.7 样本保存	(15)
第 4 章 仪器分析实验数据处理和结果的表达	(17)
4.1 样品检验结果的误差	(17)
4.2 样品检验结果的评价	(17)
4.3 检验结果的数据处理	(18)
4.4 显著性检验	(21)
4.5 减少或消除误差的方法	(22)
4.6 仪器分析数据结果的报告	(24)
4.7 检验报告单举例	(27)
第 5 章 试剂要求和溶液浓度的基本表示方法	(28)
5.1 试剂要求	(28)
5.2 试剂提纯	(28)
5.3 溶液组成的基本表示方法	(29)
5.4 溶液组成的相互换算	(30)

5.5 定量分析结果的表示	(30)
第6章 仪器分析方法的校正	(32)
6.1 工作曲线法	(32)
6.2 标准加入法	(33)
6.3 内标法	(34)
第二篇 仪器分析实验	
第1章 紫外分光光度分析法	(37)
1.1 概述	(37)
1.1.1 基本原理	(37)
1.1.2 基本结构	(38)
1.1.3 基本应用	(39)
1.2 实验项目	(39)
实验1-1 UV-2401PC 紫外-可见分光光度计的使用及氯霉素含量分析	(39)
实验1-2 紫外吸收光谱法测定双组分混合物	(42)
实验1-3 分光光度法测定水中硫酸盐	(45)
实验1-4 紫外分光光度法测定蛋白质含量	(46)
实验1-5 双波长分光光度法测定 Co^{2+} 、 Cr^{3+} 混合试液中 Co^{2+} 含量	(48)
实验1-6 邻二氮菲分光光度法测定铁	(49)
实验1-7 水泥中二氧化钛的测定——二安替比林甲烷光度法	(53)
第2章 荧光分光光度分析法	(56)
2.1 概述	(56)
2.1.1 基本原理	(56)
2.1.2 基本结构	(57)
2.1.3 仪器操作规程	(57)
2.2 实验项目	(58)
实验2-1 荧光光度法测定多维葡萄糖粉中维生素 B_2 的含量	(58)
实验2-2 荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸	(59)
实验2-3 荧光光度法测定奎宁的含量	(61)
实验2-4 氨基酸的荧光激发、发射及同步荧光光谱的测量	(62)
实验2-5 分子荧光法测定水杨酸和乙酰水杨酸	(65)
实验2-6 荧光光度法测定维生素 C 含量	(66)
第3章 红外光谱分析法	(70)
3.1 概述	(70)
3.1.1 基本原理	(70)

3.1.2	红外光谱的分区及分析	(72)
3.2	实验项目	(81)
实验 3-1	季戊四醇红外光谱的测定和分析	(81)
实验 3-2	环己酮红外光谱的测定和分析	(85)
实验 3-3	红外光谱测定有机化合物结构	(87)
实验 3-4	乙酸系列酯的红外光谱测定及谱图分析	(89)
第 4 章	原子吸收分光光度法	(91)
4.1	概述	(91)
4.1.1	基本原理	(91)
4.1.2	原子吸收分光光度计的结构组成	(93)
4.1.3	原子吸收定量分析方法	(96)
4.1.4	原子吸收法的干扰及其抑制	(97)
4.1.5	仪器的性能及应用范围	(97)
4.1.6	仪器操作规程	(98)
4.2	实验项目	(99)
实验 4-1	火焰原子吸收法测定自来水中的钙	(99)
实验 4-2	原子吸收分光光度法测定水中的锰和铁	(107)
实验 4-3	原子吸收分光光度法测定环境空气中铅的含量	(109)
实验 4-4	火焰原子吸收分光光度法测定乳粉中的铜	(112)
实验 4-5	原子吸收光谱法测定瓷餐具的铅、镉溶出量	(114)
实验 4-6	火焰原子吸收光谱法测定水中钙含量	(116)
实验 4-7	原子吸收分光光度法测定自来水中的镁	(117)
第 5 章	气相色谱法	(119)
5.1	概述	(119)
5.1.1	基本原理	(119)
5.1.2	气相色谱仪的结构组成	(119)
5.2	实验项目	(126)
实验 5-1	气相色谱法分析三元混合物(一)——Agilent 6890 气相色谱仪的使用	(126)
实验 5-2	气相色谱法分析三元混合物(二)——苯系物的定性定量分析	(127)
实验 5-3	蔬菜水果中有机农药残留量的测定	(129)
实验 5-4	酱油中防腐剂的气相色谱快速分析方法	(132)
实验 5-5	气相色谱-气液平衡法分析水中三氯甲烷、四氯化碳	(134)
实验 5-6	乙酸正丁酯中杂质的气相色谱分析——内标法定量	(136)
实验 5-7	苯、甲苯、乙苯、二甲苯异构体的分离及定性分析	(139)
实验 5-8	甲醇、丙酮和正丁醇的气相色谱法定性和定量分析	(140)

第6章 高效液相色谱法	(143)
6.1 概述	(143)
6.1.1 基本原理	(143)
6.1.2 基本结构	(148)
6.1.3 仪器操作规程	(153)
6.2 实验项目	(158)
实验6-1 氨基酸标样的分析	(158)
实验6-2 苯-甲苯混合物的定性分析	(159)
实验6-3 食品中的山梨酸、苯甲酸的测定	(161)
实验6-4 食品中乳酸的测定	(163)
实验6-5 反相离子对色谱分离水溶性维生素	(164)
实验6-6 高效液相色谱仪的性能检查与色谱参数的测定	(166)
实验6-7 用外标法测定尼莫地平原料的含量	(168)
实验6-8 高效液相色谱法测定APC药物中的有效成分	(169)
实验6-9 高效液相色谱法测定可乐、咖啡、茶叶中的咖啡因	(172)
实验6-10 维生素E胶丸中 α -VE的定量	(174)
第7章 自动电位滴定仪分析法	(177)
7.1 概述	(177)
7.1.1 基本原理	(177)
7.1.2 基本结构	(177)
7.2 实验项目	(178)
实验7-1 自动电位滴定仪测定弱酸浓度及离解常数	(178)
实验7-2 电位滴定法测定氯离子和碘离子	(182)
实验7-3 电位滴定法测定啤酒总酸	(183)
实验7-4 自动电位滴定法测定混合碱	(185)
第8章 热重分析法	(188)
8.1 概述	(188)
8.1.1 基本原理	(188)
8.1.2 基本结构	(188)
8.1.3 仪器操作规程	(188)
8.2 实验项目	(189)
实验8-1 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的热重分析	(189)
实验8-2 玉米芯的热重分析	(191)
实验8-3 草酸钙的热重分析	(193)
第9章 快速制备色谱法	(195)
9.1 概述	(195)
9.2 实验项目	(195)

实验 9-1 Biotage 快速制备色谱法的使用及固体混合物的分离提纯	(195)
第 10 章 超临界萃取技术	(198)
10.1 概述	(198)
10.1.1 基本原理	(198)
10.1.2 基本结构	(199)
10.1.3 仪器操作规程	(201)
10.1.4 注意事项及故障处理	(204)
10.1.5 超临界流体萃取的应用	(205)
10.2 实验项目	(205)
实验 10-1 椰子肉的超临界 CO ₂ 萃取实验	(205)
实验 10-2 超临界 CO ₂ 流体萃取胡萝卜中的胡萝卜素	(211)
第 11 章 元素分析仪测定有机化合物中 CHNS 的含量	(213)
11.1 概述	(213)
11.1.1 基本原理	(213)
11.1.2 基本结构	(214)
11.1.3 仪器操作规程	(214)
11.2 实验项目	(215)
实验 11-1 元素分析仪测定已知有机物中 CHNS 的含量	(215)
实验 11-2 元素分析仪测定化合物的组成及分子式	(220)
第 12 章 X-ray 衍射法测单晶物质结构	(222)
12.1 概述	(222)
12.1.1 基本原理	(222)
12.1.2 仪器操作规程	(222)
12.2 实验项目	(223)
实验 12-1 X-ray 衍射法测定已知物单晶结构	(223)
实验 12-2 X-ray 衍射法测定配合物单晶结构	(225)
实验 12-3 X-ray 衍射法分析 Ni(en) ₂ Ac(ClO ₄) ₂ 配合物的自发拆分	(228)
第 13 章 核磁共振波谱分析法	(230)
13.1 概述	(230)
13.1.1 基本原理	(230)
13.1.2 仪器结构简介	(230)
13.1.3 仪器操作规程	(234)
13.1.4 仪器使用注意事项	(244)
13.1.5 安全注意事项	(245)
13.2 实验项目	(246)
实验 13-1 手动进样法进行吡啶-2-甲酰丁胺 ¹ H 谱的测定	(246)
实验 13-2 自动进样法进行 1-甲基吡啶 ¹ H 谱和 ¹³ C 谱的测定	(249)

第 14 章 气相色谱 - 质谱分析	(254)
14.1 概述	(254)
14.1.1 气相色谱仪	(254)
14.1.2 质谱法	(254)
14.1.3 气质联用仪	(255)
14.1.4 仪器用途	(259)
14.2 实验项目	(259)
实验 14 - 1 GCMS - QP2010S 仪的使用及混合酯样品的分离检测	(259)
实验 14 - 2 气相色谱 - 质谱(GC - MS)分离分析苯系物	(261)
实验 14 - 3 有机混合物的气相色谱(GC) - 质谱(MS)分析	(263)
实验 14 - 4 香水陈化前后的气相色谱(GC) - 质谱(MS)分析	(265)
第 15 章 液相色谱 - 质谱联用技术	(267)
15.1 概述	(267)
15.1.1 基本原理	(267)
15.1.2 液质联用仪组成与基本结构	(267)
15.1.3 仪器操作规程	(271)
15.2 实验项目	(277)
实验 15 - 1 LCMS - 8030 液质联用仪的使用和有机化合物样品的液质联用分析	(277)
实验 15 - 2 银杏内酯的液质联用检测分析	(279)
实验 15 - 3 液相色谱 - 质谱联用技术(LC - MS)的各种模式探索	(282)
第 16 章 电感耦合等离子体 - 质谱分析	(285)
16.1 概述	(285)
16.1.1 基本原理	(285)
16.1.2 仪器结构	(286)
16.1.3 仪器操作规程	(288)
16.2 实验项目	(290)
实验 16 - 1 电感耦合等离子体质谱法测定大米中痕量砷、铅、镉、铬、镍	(290)
实验 16 - 2 电感耦合等离子体质谱法测定中药材中铜、砷、镉、铅、汞的含量	(292)
实验 16 - 3 电感耦合等离子体质谱法测定饮用纯净水中 24 种金属元素	(294)
思考与讨论参考答案	(297)
附录	(341)
参考文献	(357)

第一篇

样品处理及数据分析

第1章 仪器分析实验课的基本要求

仪器分析实验课是化学类、生物类、材料类、食品类、工程类等专业的必修基础课程之一,是一门理论性、基础性、实验性都很强的实验教学课程。仪器分析实验课的教学目的是让学生在教师的指导下,以分析仪器为工具,亲自动手获得所需物质的化学组成、含量和结构等信息。

它是一种特殊形式的科学实践活动。通过仪器分析实验,能使学生巩固和加深对各类常用仪器的基本分析方法原理的理解。通过仪器分析实验课的学习,基本应能达到以下基本教学目的:①掌握各类常用仪器的使用方法及定性或定量方法,了解测定样品所需要的各项检测参数,了解各类仪器的基本结构、测试原理、重要部件的结构和功能,能合理地选择所需要的仪器;②了解各类常用仪器分析方法的分析对象、应用范围和检测对象,按规定执行仪器测试操作步骤,掌握与各类常用仪器的分析方法相关联的实验操作技术,要求制备符合测试要求的样品;③学习相关的前处理方法,掌握各类仪器的实验数据的处理与各类图谱的解析方法,学习使用操作软件在线分析并保存测定结果,培养对实验中所产生的数据的分析能力以及对各种误差的分析与判断能力;④掌握实验条件优化方法,培养正确地处理实验数据和表达实验结果的能力;⑤培养学生严谨求实的科学态度、进行实验的技能技巧和独立工作的能力。要达到仪器分析实验课时教学目的,必须对学生的仪器分析实验课学习提出以下一些基本要求:

(1)实验之前做好预习。课前必须认真预习,仔细阅读实验教材,对实验原理、实验方法和实验操作步骤以及实验注意事项都要做到心中有数。掌握实验的方法原理及实验步骤,认真做好预习笔记。

(2)学习仪器的正确使用方法。实验课内学生应在实验教师的指导下开启或使用实验仪器,不得擅自开启或使用实验仪器。应在教师指导下熟悉和掌握仪器的正确使用方法,详细了解仪器的性能,严格按照操作规程操作仪器,防止损坏仪器或发生安全事故。如出现意外,应随时告知实验教师。

(3)实验过程中,要细心观察和详细记录实验中出现的各种现象,认真记录实验条件和分析测试的原始数据。认真学习有关分析方法的基本技能,学习各种仪器、软件的操作使用方法。随时将所有实验数据记录在专用的实验记录本上,不得涂改原始实验数据。实验结束后经指导教师检查合格后方可离开。

(4)认真阅读“实验室安全制度”和“学生实验守则”,遵守实验室的各项规章制度。了解消防设施和安全通道的位置。树立环境保护意识,尽量降低化学物质(特别是有毒有害试剂、洗液以及洗衣粉等)的消耗。

(5)认真写好实验报告。撰写实验报告是仪器分析实验的延续和提升。实验报告应做到

简明扼要、图表清晰。其内容应包括实验名称、实验原理、仪器名称及其型号、所用试剂、主要仪器的工作参数、实验步骤、实验数据及图表、实验现象、数据分析和结果处理、问题讨论、完成日期等。写好实验报告是提高仪器分析实验教学质量的一个重要环节。

(6)爱护仪器设备和实验室的环境。实验过程中应始终保持实验室的整洁与安静;实验结束后,应按教师要求,认真填写仪器使用记录本,整理好实验桌面并清洗干净所用器皿,经教师查验合格签字后方可离开。

第2章 样本的制备和预处理

样本的制备和预处理是指样本分析测定之前的系列准备工作,包括样本的整理、清洗、匀化、缩分、粉碎、匀浆、浓缩、衍生化等一系列过程。样本整理、清洗、匀化、缩分等步骤有时也称为样本前处理。

2.1 样本制备

1. 样本制备的一般方法

(1)粮食、烟草、茶叶等干燥产品:将样本全部磨碎,也可以四分法缩分,取部分样本磨碎后通过20目筛,再以四分法缩分。

(2)肉食品类:切碎,绞肉机反复绞三次,混合均匀后缩分。

(3)水产、禽类:将样本各取半只,去除非食用部分后切碎,用绞肉机反复绞三次,混合均匀后缩分。

(4)罐头食品:开启罐盖,若是带汁罐头(可供食用液汁),应将固体物与液汁分别称重。罐内固体物应去骨、去刺、去壳后称重,然后按固体与液汁比,取有代表性部分进行称量,置于捣碎机内捣碎成均匀的混合物。

(5)蛋和蛋制品:鲜蛋去壳,蛋白和蛋黄充分混匀。其他蛋制品如呈粉末状,经充分混匀即可。皮蛋等再制蛋去壳后置于捣碎机内捣碎成均匀的混合物。

(6)水果、蔬菜类:用水洗去泥沙后除去表面附着的水分,取食用部分,沿纵轴剖开,切成四等份,取相对的两块切碎,混匀,取部分置于捣碎机内捣碎成均匀的混合物。

(7)花生仁、核桃仁:样本用切片器切碎,充分混匀,四分法缩分。

(8)中药材:根据不同品种选择合适的粉碎方法,经粉碎后混匀,四分法缩分。

2. FDA 的样本制备方法举例

(1)样本的整理。在测定生鲜农产品药物残留时,如果没有特别指明,按照规定,应以整个农产品作为试样。除了分析特定食品中特定药物残留外,一般不得洗涤、除尘、削皮。

①水果:去掉水果的把、凹处和核。

②香蕉:切掉两头。

③芒果:去掉皮和核。

④甜瓜:去掉皮、茎、籽,只分析食用部分。

⑤坚果类:去掉壳。

⑥菠萝:去掉蒂和外皮,只分析食用部分。

⑦杨梅:去掉蒂。

⑧南瓜：去掉皮、茎、籽，只分析食用部分。

⑨玉米：去掉外皮和内芯，只分析食用部分。

⑩根菜：简单地洗去土，根和叶一起出售的，要分别分析。

⑪蔬菜：对于蔬菜罐头，罐内填充物全部分析。

⑫大蒜：去掉根、茎、外皮，只分析蒜头。

⑬乳、乳制品：如果是乳酪，要除去外皮，报告脂肪中的药物含量。

⑭蛋：去掉蛋壳，蛋黄、蛋清都要分析。

⑮鱼：加盐水的罐头，去掉盐水后分析；加油和调味品的罐头，罐内填充物全部分析；鲜鱼去掉鳞和内脏，其余头、尾等一起分析；冷冻鱼解冻后去掉水分，按照鲜鱼分析。

⑯牡蛎、蛤蜊、蛤仔等：无论鲜的、冷冻的还是罐头制品，都要把肉和液体调制均匀后进行分析。

(2) 试样的制备。收到的检体应通过磨细、切细或混合搅拌等，使之成为均匀的混合物，从中选择能代表整体的部分作为样品。通过细切或研磨不能混匀的检体(如干草等)，可以在切细以后，用反复混合的方法，经四分法缩分后作为样品。个体小的农产品，如粮食等，无法把全部检体粉碎，可以反复混合并经四分法缩分，减少到 1.8 kg 或约 4.6 L，再把缩减下来的试样细切或磨碎。

从混合均匀的检体中取试样三份：第一份供分析用；第二份供确证分析结果用；第三份作为证据留存。试样要冷冻保存。试样的数量根据检体分析的难易而定。分析用的、确证分析结果用的和留做证据用的试样各 1.1 L。密度大的检体，质量要达到 0.45 kg 以上。经过缩分的样本，按以下要求进行制备：

①水果：个体大的水果从各缩分检体取出质量相同的若干个体，切细混合；个体小的水果，从各缩分检体中各取 200 g，切细混合。

②粮食：从充分混合的缩分检体中各取 100 g，磨细到能够通过 20 目筛。

③坚果类：去壳，从各缩分检体中各取 100 g 以上等量的果肉，磨碎、混匀。

④荚豆类、龙须菜：从充分混合的缩分检体中各取 200 g，切细或磨碎。

⑤茎菜：经过缩分的检体，纵向分为四等份，取相对的两部分，切细混匀。

⑥动物组织：经过缩分的检体中用绞肉机绞碎，从各检体中各取 100 g，再绞碎。

⑦乳制品：从充分混合的缩分检体中各取等量，切细或磨碎、混匀。

⑧乳：从充分混合的缩分检体中各取 100 g(或 100 mL)。

⑨蛋：从经过缩分的检体中各取半数，混合。

3. 加拿大福利卫生部标准中样本的实验室制备举例

(1) 新鲜水果和蔬菜。轻轻擦去泥沙等附着物，蔬菜根部可用刷子和水轻轻擦洗。除去非食用部分，如卷心菜、花椰菜的外叶，洋葱的根部和顶部，水果的柄和核，分出食用部分供分析用。从每一个点取出等量样品，制成混合样本，混匀堆积好，用四分法分出约 300 g，用混合器掺和均匀。若混合的样本不能及时分析，应盛于清洁的密闭玻璃容器内冰冻保存，存放时间不能超过两周。因有酶解作用影响样本中药物残留组分的可能性，所以液体或半液体样本在 20℃ 时，分析前的存放时间不能超过一天。

(2) 干燥谷物、脱水水果和蔬菜。将样本混合后，用四分法分出 300 g。如样本为非粉末状物，将此 300 g 样本置于捣碎机中打成粉状。若粉碎样本不能及时分析，应盛于清洁的密